

# Desarrollo y optimización de películas comestibles de almidón de maíz incorporando aceite esencial de citronela y nanopartículas de calcio

## Development and optimization of edible corn starch films incorporating citronella essential oil and calcium nanoparticles

Calderón-Castro, A.<sup>1\*</sup>, Ahumada-Meza, J.A.<sup>1</sup>, Limón-Valenzuela, V.<sup>1</sup>, Aguilar-Palazuelos, E.<sup>1</sup>, Fitch-Vargas, P.R.<sup>2</sup>, Delgado-Nieblas, C.I.<sup>1</sup>, López-Díaz, A.<sup>1</sup>, Camacho-Hernández, I.L.<sup>1</sup>, Ruiz-Armenta, X.A.<sup>1</sup>, Jacobo-Valenzuela, N.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Posgrado en Ciencia y Tecnología de Alimentos, Facultad de Ciencias Químico-Biológicas, Universidad Autónoma de Sinaloa, Cd. Universitaria, Av. de las Américas y Josefa Ortiz S/N, 80010, Culiacán, Sin., México. <sup>2</sup>Facultad de Ciencias del Mar, Universidad Autónoma de Sinaloa, Paseo Claussen S/N, Col. Los Pinos, 82000, Mazatlán, Sinaloa, México.

### RESUMEN

Las películas comestibles (PCs) son capas delgadas de materiales orgánicos biodegradables que sirven como alternativa a los envases plásticos. Estas películas pueden basarse en proteínas, polisacáridos o lípidos. El almidón se destaca como material base debido a su capacidad para formar una barrera efectiva contra algunos gases, además de su alta solubilidad y flexibilidad. Para mejorar sus propiedades funcionales, se añaden compuestos como el aceite de citronela (AC), que ofrece propiedades hidrofóbicas y antimicrobianas, y nanopartículas de carbonato de calcio (NPCC), que refuerzan las propiedades mecánicas de las películas. Este estudio tuvo como objetivo formular PCs con almidón de maíz nativo, AC y NPCC, y evaluar sus propiedades funcionales. Se realizó en dos etapas: en la primera, se elaboraron las PCs mediante la técnica de casting, evaluando diferentes concentraciones de AC (0-2%) y NPCC (0-2%) en permeabilidad al vapor de agua (PVA), solubilidad en agua (S), resistencia a la tracción ( $\sigma$ ), elongación ( $\epsilon$ ) y módulo de Young (E). En la segunda etapa, se optimizó la formulación utilizando el método numérico de superficie de respuesta. Los resultados mostraron que un aumento en AC disminuyó PVA, S,  $\sigma$  y E, pero aumentó  $\epsilon$ . Por otro lado, un aumento en NPCC redujo PVA y S ligeramente, pero aumentó E y  $\sigma$ , y disminuyó  $\epsilon$ . Las condiciones óptimas de procesamiento fueron 1.38% de AC y 1.71% de NPCC, indicando que logran un balance entre propiedades funcionales, lo que sugiere que son una alternativa prometedora a los envases plásticos en la industria alimentaria.

**Palabras clave:** Almidón, Propiedades Funcionales, Optimización, Superficie de Respuesta

### ABSTRACT

Edible films (EFs) are thin layers of biodegradable organic materials that serve as an alternative to plastic packaging. These films can be made from proteins, polysaccharides, or lipids, with starch being the major material due to its ability to form effective barriers against gases, along with its high solubility and flexibility. To enhance their functional properties, substances such as citronella oil (AC) are incorporated, providing hydrophobic characteristics, while calcium carbonate nanoparticles (NPCC) reinforce the mechanical properties of the films. This study aimed to formulate EFs using native corn starch, AC, and NPCC, and to evaluate their functional properties. It was conducted in two stages: firstly, the EFs were prepared using the casting technique, assessing different concentrations of AC (0-2%) and NPCC (0-2%) for water vapor permeability (PVA), water solubility (S), tensile strength ( $\sigma$ ), elongation ( $\epsilon$ ), and Young's modulus (E). In the second stage, the formulation was optimized using a numerical response surface method. The results indicated that increasing citronella oil decreased WVP, WS,  $\sigma$ , and E values, however  $\epsilon$  was increased. On the other hand, increasing calcium carbonate nanoparticles slightly reduced WVP and WS but enhanced E and  $\sigma$ , while decreasing  $\epsilon$ . The optimal processing conditions were 1.38% AC and 1.71% NPCC, achieving a suitable balance between functional properties. This suggests that the edible films are a promising alternative to plastic packaging in the food industry.

**Keywords:** Starch, Functional Properties, Optimization, Response Surface

## INTRODUCCIÓN

El proceso de envasado resulta ser una parte fundamental de la industria alimentaria, ya que permite preservar la frescura y las propiedades del producto durante su transporte y hasta su consumo. Los tipos de envases más utilizados para este fin son los plásticos (representando alrededor del 70% del total de envases utilizados a nivel mundial), sin embargo, su falta de biodegradabilidad y su origen derivado de materiales no renovables presentan desafíos ambientales significativos (Hammam, 2019).

Además, la interacción de ciertos plásticos con los alimentos puede provocar la liberación de compuestos que pueden afectar la salud humana al consumir dichos productos. Por lo tanto, la industria alimentaria ha buscado innovar en el desarrollo de envases biodegradables y películas comestibles (PCs) como una propuesta resolutoria ante los problemas antes planteados (Aguilar-Palazuelos *et al.*, 2023).

La investigación en biopelículas y recubrimientos a partir de polímeros orgánicos de grado alimenticio está en crecimiento. Estas películas refuerzan los alimentos, previenen la pérdida de humedad y permiten un intercambio controlado de gases. Además, facilitan la liberación de ingredientes activos, como vitaminas y antimicrobianos, mejorando la protección y vida útil del producto, así como mantienen la frescura y reducen la pérdida de aroma y color durante el almacenamiento (Dhumal & Sarkar, 2018).

En la fabricación de PCs, el almidón nativo se destaca como un material orgánico muy utilizado, debido a que ofrece propiedades similares a las de los polímeros sintéticos utilizados en envases de alimentos, como transparencia y ausencia de olor y sabor. Sin embargo, una desventaja es su menor resistencia a la humedad, lo que puede limitar su eficacia en entornos húmedos y reducir su vida útil en ciertos productos alimenticios (Lescano *et al.*, 2021; Aguilar-Palazuelos *et al.*, 2023).

Para mejorar las propiedades de las PCs y superar algunas de estas limitaciones, se pueden añadir componentes específicos que aporten características adicionales. Un ejemplo es el aceite de citronela (AC), conocido por sus efectos antimicrobianos, antifúngicos y antivirales. Este aceite no solo contribuye a la conservación de los alimentos al inhibir el crecimiento de microorganismos no deseados. Asimismo, se ha demostrado que el AC posee propiedades antioxidantes, lo que puede

ayudar a proteger los alimentos contra la oxidación y el deterioro (Wen-Ru *et al.*, 2013; Kumoro *et al.*, 2021).

Además de estos componentes, las nanopartículas de carbonato de calcio (NPCC) resultan altamente beneficiosas en las PCs a base de almidón. Estas nanopartículas no solo mejoran las propiedades estructurales, como la resistencia y durabilidad, sino que también incrementan la funcionalidad general de la película. Aunque algunas NPCC ya se utilizan comercialmente en productos alimentarios y farmacéuticos, su inclusión en las PCs sigue siendo objeto de investigación para optimizar sus beneficios específicos en este tipo de materiales (Limón-Valenzuela *et al.*, 2022; Gómez-Álvarez & Zapata-Montoya, 2024).

Para maximizar el potencial de los componentes en las PCs de almidón, la Metodología de Superficie de Respuesta (MSR) es fundamental. La MSR optimiza la formulación y procesamiento al evaluar el impacto de variables como la concentración de almidón y los aditivos. Utiliza técnicas estadísticas para identificar combinaciones que mejoran propiedades críticas como la resistencia a la humedad y la actividad antimicrobiana. Al analizar interacciones entre componentes, la MSR ayuda a desarrollar materiales más efectivos y sostenibles, respondiendo a la creciente demanda de soluciones ecológicas en la industria alimentaria (Calderón-Castro *et al.*, 2019; Limón-Valenzuela *et al.*, 2022). Por lo tanto, este estudio tuvo el objetivo de formular PCs a partir de almidón nativo, AC y NPCC, optimizando sus propiedades funcionales mediante MSR.

## MATERIALES Y MÉTODOS

### MATERIALES

Para la elaboración de las PCs se utilizó almidón de maíz nativo (*Zea mays* L.) con una relación amilosa:amilopentina de 25:75% (pH = 5.5, Humedad = 12.5%) proporcionado por Ingredion (Jalisco, México); glicerol anhídrido suministrado por JT Baker® (Pa., Estados Unidos), aceite esencial de citronela (*Cymbopogon nardus*) adquirido en Aceites y Esencias, S.A. (Ciudad de México, México) y NPCC (SkySpring Nanomaterials, Inc., Texas, Estados Unidos).

### MÉTODOS

#### ELABORACIÓN DE PELÍCULAS COMESTIBLES

Las PCs se elaboraron mediante la técnica de *casting*, siguiendo la

metodología descrita de Calderón-Castro *et al.* (2018). La **Tabla 1** muestra el diseño experimental utilizado para la elaboración de las PCs a partir de almidón de maíz, considerando el aceite de citronela (AC) y las nanopartículas de carbonato de calcio (NPCC) en concentraciones de 0.0% a 2.0%, como factores de estudio. El número de tratamientos se definió utilizando un diseño compuesto central rotatable de segundo orden, con  $\alpha = 1.414$ .

Se preparó una suspensión de almidón de maíz al 5% p/v (5 g en 100 mL de agua destilada), a la que se añadieron NPCC y AC en las concentraciones especificadas. Las suspensiones se mezclaron durante 10 min a 700 rpm en un agitador magnético a temperatura ambiente (25 °C) para asegurar una homogeneidad adecuada en la mezcla inicial. Posteriormente, se calentaron hasta alcanzar 80 °C (temperatura elegida para facilitar la gelatinización del almidón, lo que mejora su capacidad de formación de película), momento en el cual se incorporó el glicerol (20 %). Se vertieron  $25 \pm 1$  mL de la solución en moldes de acrílico (144 cm<sup>2</sup>) y se secaron en un horno de convección (Modelo DKN402C) a 50 °C durante  $5 \pm 0.5$  h. Esta temperatura se seleccionó para facilitar la evaporación controlada del agua, minimizando la formación de burbujas y asegurando una textura uniforme en las películas, mientras que el tiempo de secado permite una deshidratación adecuada que previene la formación de películas frágiles. El espesor de las PCs se midió con un micrómetro digital (Digital Insize, Modelo 3109-25 A, España), obteniendo valores de  $50 \pm 5$   $\mu$ m. Finalmente, las películas se almacenaron en un recipiente con una solución saturada de Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O para mantener una humedad relativa (HR) del 53%.

### EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS

Se evaluaron las propiedades mecánicas de las PCs mediante la resistencia a la tracción ( $\sigma$ ) (MPa) y la elongación ( $\epsilon$ ) (%), siguiendo las directrices de la ASTM D882-02 utilizadas por Fitch-Vargas *et al.* (2024). Se utilizó un analizador de textura universal (INSTRON 3342) a una velocidad de deformación de 1 mm s<sup>-1</sup>. Las PCs se cortaron en tiras de 100 mm de largo y 15 mm de ancho, con una sección de prueba de 50 mm, realizando veinte repeticiones para cada tratamiento.

### PERMEABILIDAD AL VAPOR DE AGUA (PVA)

La PVA de las PCs se determinó gravimétricamente a 25 °C, según el método de Fitch-Vargas *et al.* (2016). Se utilizaron frascos de vidrio con áreas registradas de 0.0032 m<sup>2</sup>, y se añadieron 15 g de cloruro de calcio

granular (JT Baker®, Center Valley, EE. UU.). Las PCs se colocaron sobre el borde superior de cada frasco y se aseguraron con parafilm. Luego, las muestras se ubicaron en un desecador (Dry Keeper, Sanplatec Corp., Osaka, Japón) con una solución saturada de cloruro de sodio para generar una humedad relativa del 75%. El aumento de peso del cloruro de calcio se registró cada 12 h durante 4 días en quintuplicado hasta alcanzar el equilibrio. Con estos datos se generó un gráfico de aumento de peso versus tiempo para determinar la tasa de permeabilidad (Mp/t) mediante análisis de regresión. La PVA se calculó con la ecuación 1:

$$PVA = (M_p - E) / (A \cdot t \cdot \Delta p) \quad (1)$$

Dónde: PVA= Permeabilidad al vapor de agua (g m Pa<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> m<sup>-2</sup>); Mp = masa de humedad absorbida (g); E = espesor de la película (m); A = área de la superficie expuesta de la película (m<sup>2</sup>); t = tiempo (s);  $\Delta p$  = diferencia de presión parcial a través de la película (3169.9 Pa).

### SOLUBILIDAD EN AGUA (S)

La solubilidad en agua (S) se determinó siguiendo la metodología de Chiumarelli & Hubinger (2014). Donde, S se expresó como el porcentaje de material disuelto, y se calculó usando la ecuación 2:

$$S = (m_i - m_f) / (m_i) 100 \quad (2)$$

Donde: S = solubilidad en agua (%), m<sub>i</sub> = peso inicial de la muestra (g), y m<sub>f</sub> = peso final de la muestra (g).

### ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Se empleó un modelo de segundo orden con dos factores para predecir el comportamiento experimental, según la ecuación 3:

$$y_i = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_1^2 x_1^2 + b_2^2 x_2^2 + b_1 b_2 x_1 x_2 \quad (3)$$

Donde: y<sub>i</sub> = la respuesta genérica, b<sub>i</sub> = coeficientes de regresión, x<sub>1</sub> = AC y x<sub>2</sub> = NPCC. El análisis de datos experimentales se realizó mediante la metodología de superficie de respuesta utilizando el software Design Expert® versión 8 (Stat-Ease, Inc., Minneapolis, Estados Unidos), para explorar las relaciones entre estos factores y la respuesta global. Se llevó a cabo una optimización numérica de las variables de respuesta para identificar las condiciones óptimas de AC y NPCC que permitieran obtener películas con propiedades mecánicas y de barrera deseadas. Se establecieron varios criterios para cada variable de respuesta (**Tabla 2**): maximizar la  $\sigma$  y la  $\epsilon$  para asegurar que las PCs sean fuertes, duraderas

**Tabla 1.** Diseño experimental y resultados para combinaciones de AC y NPCC en la elaboración de PCS de almidón de maíz

Tratamiento*	Variables independientes			Variables dependientes			
	AC	NPCC	S	PVA	$\sigma$	$\epsilon$	E
	(%)	(%)	(%)	( $\text{g m s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ )	(MPa)	(%)	(MPa)
1	0.29	0.29	25.66	$7.44 \times 10^{-11}$	4.98	1.98	452.66
2	1.71	0.29	19.85	$5.35 \times 10^{-11}$	8.81	0.88	747.87
3	0.29	1.71	14.69	$4.09 \times 10^{-11}$	2.72	3.09	256.59
4	1.71	1.71	10.30	$1.01 \times 10^{-11}$	7.40	2.64	466.64
5	<b>0.00</b>	1.00	19.27	$5.03 \times 10^{-11}$	4.09	2.28	188.64
6	<b>2.00</b>	1.00	10.60	$1.90 \times 10^{-11}$	9.06	1.28	737.90
7	1.00	<b>0.00</b>	35.84	$8.90 \times 10^{-11}$	8.51	1.19	698.02
8	1.00	<b>2.00</b>	10.99	$2.00 \times 10^{-11}$	5.16	3.34	387.36
9	1.00	1.00	14.74	$4.16 \times 10^{-11}$	7.91	1.73	493.45
10	1.00	1.00	17.67	$3.66 \times 10^{-11}$	8.05	1.51	604.23
11	1.00	1.00	18.75	$4.72 \times 10^{-11}$	7.48	1.56	516.17
12	1.00	1.00	18.38	$4.12 \times 10^{-11}$	8.37	2.00	552.77
13	1.00	1.00	15.09	$3.56 \times 10^{-11}$	7.55	1.97	541.19

\*Orden estándar, AC = Aceite de citronela, NPCC = Nanopartículas de carbonato de calcio, S = Solubilidad en agua, PVA = Permeabilidad al vapor de agua,  $\sigma$  = Resistencia a la tracción,  $\epsilon$  = Elongación, E = Módulo de Young.

y flexibles; minimizar la PVA para prevenir la transferencia de humedad; y minimizar la S para garantizar estabilidad en diversas condiciones (Calderón-Castro *et al.*, 2018).

Mediante el software se determinó la deseabilidad individual y la deseabilidad global se determinó mediante la ecuación 4:

$$DG = (d_1 d_2 \dots d_m)^{1/m} \quad (4)$$

donde:  $d_1$  representa la deseabilidad de las respuestas independientes y  $m$  es el número de respuestas. Finalmente, las PCs se prepararon utilizando las condiciones optimizadas para validar los modelos empleados, realizando los experimentos por triplicado.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### PROPIEDADES DE BARRERA

#### SOLUBILIDAD EN AGUA (S)

La S en las PCs es necesaria para el envasado de alimentos. Se prefiere que las películas tengan baja S para evitar la pérdida de calidad del alimento debido a la sensibilidad al agua (Silva *et al.*, 2019).

Acorde al análisis realizado, el modelo de S obtuvo un valor de  $R^2_{ajustada} = 0.8609$ , coeficiente de variación (CV) = 14.48%, desviación estándar (DE) = 2.58 unidades,  $p$  de  $F < 0.01$  y no presentó falta de ajuste ( $p > 0.05$ ), tal como se muestra en la **Tabla 3**.

Los valores de S de las PCs desarrolladas en este estudio varían entre 10.30% y 35.84%. Estos resultados son indicativos de una buena resistencia a la disolución en contacto con el agua, lo cual es esencial para mantener la integridad del envase hasta el momento de consumo (Wongphan & Harnkarnsujarit, 2020). En comparación con otros estudios, los valores obtenidos son competitivos. Silva *et al.* (2019) reportaron una S que oscila entre  $10 \pm 2\%$  y  $23 \pm 4\%$  en películas elaboradas con gelatina, quitosano y almidón de yuca, lo que sugiere un rendimiento similar en términos de resistencia a la disolución. Por otro lado, Choque-Quispe *et al.* (2021) encontraron valores de S que van de 19.77% a 54.08% en películas a base de almidón de papa, mucilago de nopal y glicerol, lo que indica que estas formulaciones son más solubles y, por lo tanto, menos efectivas para mantener la integridad del envase.

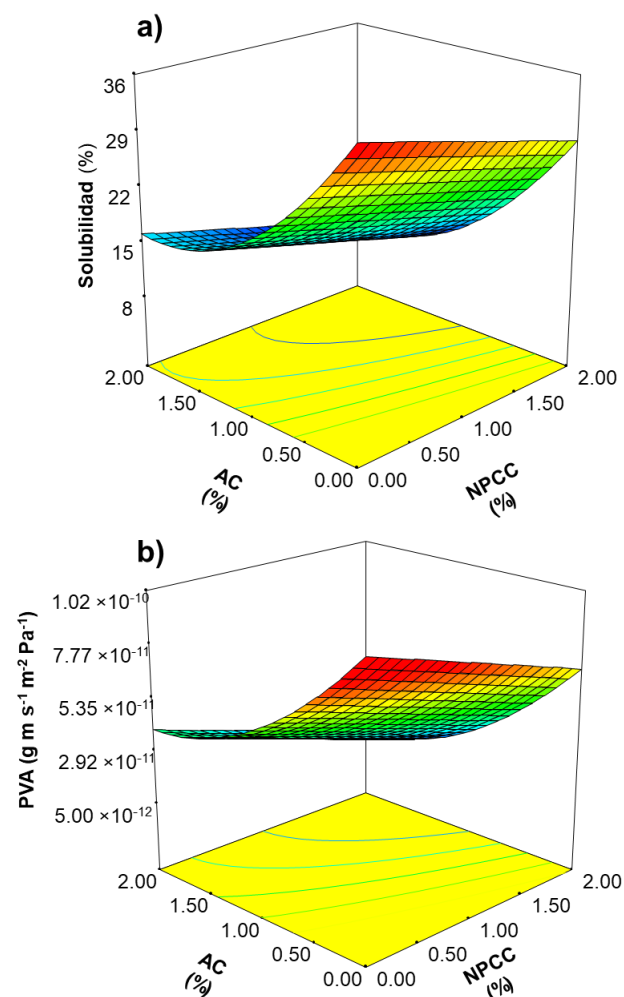
Limón-Valenzuela *et al.* (2022) reportaron valores de S entre 23.97% y 43.48% para películas de almidón de maíz con nanopartículas de carbonato de calcio (NPCC), utilizando un menor porcentaje de NPCC en su formulación (0 - 1%). Esto sugiere que, a pesar de la menor concentración, sus películas aún presentan una S que se asemeja a los hallazgos de este estudio, destacando la efectividad de las formulaciones en cuanto a la resistencia a la disolución.

La **Figura 1a** muestra cómo varía el comportamiento de la S en las películas de almidón de maíz nativo, AC y NPCC en función del contenido de estos últimos componentes. Se observa que la S disminuyó ligeramente con el aumento de NPCC y disminuyó notablemente al incrementar AC. La reducción de S al incrementarse los niveles de NPCC se pueden deber a la formación de una matriz más cohesiva que dificulta la disolución en agua, como indicaron Sun *et al.* (2014) y Limón-Valenzuela *et al.* (2022). Por su parte, el porcentaje de AC aumenta la hidrofobicidad de la película, reduciendo S, posiblemente al homogenizar la matriz y limitar la interacción con el agua, como mencionan Corrêa-Vianna *et al.* (2021) y Singh *et al.* (2022). Por otro lado, Cao *et al.* (2017) observaron que la adición de aceite esencial de borraja redujo S de 38.70% a 31.11%, mientras que Song *et al.* (2017) reportaron una reducción de solubilidad similar al añadir aceite esencial de limón a películas de almidón de trigo, debido a la formación de una capa externa que limita la difusión del agua.

#### PERMEABILIDAD AL VAPOR DE AGUA (PVA)

La PVA es una propiedad importante en las PCs ya que determina la difusión de agua del ambiente al producto alimenticio y viceversa. Los

envases empleados como envoltorios de productos deben controlar la pérdida de agua del producto al ambiente, para prevenir la deshidratación del producto y afectar así, su calidad. Por otro lado, deben evitar la absorción del agua del ambiente por el producto, porque ello genera un incremento en la humedad que facilita el deterioro de este (Kong *et al.*, 2022).



**Figura 1.** Efecto del contenido del AC y de las NPCC sobre las propiedades de barrera de las PCs: a) Solubilidad en agua, b) Permeabilidad al vapor de agua.

Acorde al análisis realizado, el modelo de la PVA obtuvo un valor de  $R^2_{ajustada} = 0.9457$ ,  $CV = 11.65\%$ ,  $DE = 5.01 \times 10^{-12}$ ,  $p$  de  $F < 0.01$  y no presentó falta de ajuste ( $p > 0.05$ ), tal como se muestra en la **Tabla 3**.

En este estudio, se han obtenido valores de PVA que oscilan entre  $1.01 \times 10^{-11}$  y  $8.90 \times 10^{-11} \text{ g m}^{-1} \text{ s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ . Estos resultados son significativos,

**Tabla 2.** Criterios y límites para la optimización.

Nombre	NPCC (%)	AC (%)	S (%)	PVA (g m s <sup>-1</sup> m <sup>-2</sup> Pa <sup>-1</sup> )	σ (MPa)	ε (%)	E (MPa)
<b>Objetivo</b>	Rango	Rango	Mínimo	Mínimo	Máximo	Máximo	Máximo
<b>Límite inferior</b>	0	0	10.29	1.01×10 <sup>-11</sup>	2.72	0.87	188.64
<b>Límite superior</b>	2	2	35.84	8.90×10 <sup>-11</sup>	9.06	3.33	747.87
<b>Importancia</b>	3	3	3	3	1	1	1
<b>Peso</b>	1	1	1	1	1	1	1

NPCC = Nanopartículas de carbonato de calcio, AC = Aceite de citronela, S = Solubilidad en agua, PVA = Permeabilidad al vapor de agua, σ = Resistencia a la tracción, ε = Elongación, E = Módulo de Young.

**Tabla 3.** Coeficientes de regresión y análisis de varianza de los modelos de las variables de respuesta para la elaboración películas comestibles.

	S (%)	PVA (g m s <sup>-1</sup> m <sup>-2</sup> Pa <sup>-1</sup> )	σ (MPa)	ε (%)	E (MPa)
<b>Intercepto</b>	+35.84	+1.01 ×10 <sup>-10</sup>	+3.55	+1.82	+446.44
<b>AC</b>	-21.98 (< 0.05)	-6.04 ×10 <sup>-11</sup> (< 0.05)	+1.31 (< 0.05)	-0.08 (< 0.05)	-162.04 (< 0.05)
<b>NPCC</b>	-3.97 (< 0.05)	-1.69 ×10 <sup>-11</sup> (< 0.05)	+6.06 (< 0.05)	-0.52 (< 0.05)	+226.63 (< 0.05)
<b>AC<sup>2</sup></b>	+6.07 (< 0.05)	+1.48 ×10 <sup>-11</sup> (< 0.05)	-1.40 (< 0.05)	+0.56 (< 0.05)	NS (> 0.05)
<b>NPCC<sup>2</sup></b>	NS (> 0.05)	NS (> 0.05)	-1.65 (< 0.05)	NS (> 0.05)	NS (> 0.05)
<b>R<sup>2</sup> ajustada</b>	0.8609	0.9457	0.9323	0.9244	0.8845
<b>CV (%)</b>	14.48	11.65	7.55	10.24	11.25
<b>DE</b>	2.58	5.01×10 <sup>-12</sup>	0.52	0.20	57.51
<b>Valor F</b>	25.76	70.63	42.29	49.92	46.94
<b>P de F</b>	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
<b>Falta de ajuste</b>	0.1876	0.4052	0.1498	0.6998	0.1996

AC = Aceite de citronela, NPCC = Nanopartículas de carbonato de calcio, S = Solubilidad en agua, PVA = Permeabilidad al vapor de agua, σ = Resistencia a la tracción, ε = Elongación, E = Módulo de Young, NS = No significativo.



ya que tener valores de PVA bajos es fundamental para garantizar la calidad y frescura de los productos alimenticios (Al-Hashimi *et al.*, 2020). Los resultados obtenidos son comparables a los reportados por Limón-Valenzuela *et al.* (2022), quienes encontraron valores de PVA entre  $0.87 \times 10^{-11}$  y  $3.39 \times 10^{-11} \text{ g m s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}$  en películas elaboradas con almidón de maíz y NPCC. Asimismo, coinciden con los datos de Ghasemlou *et al.* (2013), que registraron valores de PVA de 3.37 a  $7.79 \times 10^{-11} \text{ g m s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}$  en películas de almidón de maíz con aceites esenciales de *Zataria multiflora Boiss* y *Mentha pulegium*. No obstante, estos resultados son inferiores a los reportados por Pirouzifard *et al.* (2020), quienes hallaron valores de PVA entre  $5.58 \times 10^{-11}$  y  $9.53 \times 10^{-11} \text{ g m s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}$  en películas de almidón de papa reforzadas con goma zedo y aceites esenciales de salvia. También son menores que los de Sun *et al.* (2014), que reportaron valores de PVA entre 1.58 y  $5.36 \times 10^{-10} \text{ g m s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}$  para películas que combinan almidón de maíz, glicerol y nanopartículas de carbonato cálcico.

La **Figura 1b** ilustra cómo varía la PVA en las películas elaboradas con almidón de maíz nativo, AC y NPCC. Se observa que el aumento en el contenido de NPCC provocó una ligera disminución en la PVA, mientras que la incorporación de AC redujo significativamente la PVA. Según Sun *et al.* (2014), las nanopartículas de calcio contribuyen a una estructura más densa y homogénea en la película, mejorando la interconexión entre las moléculas del polímero y dificultando el paso de vapor de agua. Además, las NPCC, siendo más hidrofóbicas que el almidón, también pueden limitar la difusión de moléculas de agua. Por otro lado, el AC, al ser un componente hidrofóbico, reduce la tensión superficial de la película, lo que dificulta aún más la difusión de agua a través de ella (Song *et al.*, 2017; Al-Hashimi *et al.*, 2020).

## PROPIEDADES MECÁNICAS

### RESISTENCIA A LA TRACCIÓN ( $\sigma$ )

Acorde al análisis realizado, el modelo de  $\sigma$  obtuvo un valor de  $R^2_{ajustada} = 0.9323$ , CV = 7.55%, DE = 0.52, p de F < 0.01 y no presentó falta de ajuste (p > 0.05), tal como se muestra en la **Tabla 3**.

La  $\sigma$  de una película, que define el máximo estrés que puede soportar antes de romperse, está influenciada por la estructura química del polímero. Películas con polímeros de alto peso molecular y alta cristalinidad muestran mejor resistencia a la tracción en comparación con aquellas con polímeros de bajo peso molecular y baja cristalinidad (Kong *et al.*, 2022; Shah *et al.*, 2023).

Los resultados de  $\sigma$  obtenidos en este estudio, que varían entre 2.72 y 9.06 MPa, son comparables con los reportados en varios estudios previos, donde también se observaron altos valores de  $\sigma$ . Por ejemplo, Al-Hashimi *et al.* (2020) encontraron valores similares, de 4.40 a 8.60 MPa, para películas de almidón de mijo con aceite esencial de clavo. Silva *et al.* (2019) reportaron rangos similares, de 2.09 a 8.76 MPa, para películas elaboradas a partir de gelatina, quitosano y almidón de yuca.

En contraste, los trabajos de Pirouzifard *et al.* (2020) y Dos Santos-Caetano *et al.* (2018) reportaron valores inferiores. Pirouzifard *et al.* hallaron  $\sigma$  entre 1.62 y 4.72 MPa en películas de almidón de papa reforzadas con goma zedo y aceites esenciales de salvia, mientras que Dos Santos-Caetano *et al.* encontraron valores de 0.32 a 1.74 MPa en películas de almidón de yuca con aceites esenciales.

La **Figura 2a** muestra que la  $\sigma$  de las películas hechas con almidón de maíz nativo, AC y NPCC varió según la composición. Aumentos en el contenido de NPCC incrementaron  $\sigma$ , lo cual se atribuye a la distribución uniforme de las nanopartículas en la matriz de la película, que mejora la rigidez al reducir la movilidad del polímero (Sun *et al.*, 2014; Limón-Valenzuela *et al.*, 2022). En contraste, un aumento en la cantidad de AC disminuye  $\sigma$ , ya que los aceites esenciales pueden generar heterogeneidad en la matriz de la película, lo que tiende a reducir las interacciones intermoleculares y por lo tanto aumentar la flexibilidad (Do Evangelho *et al.*, 2019; Corrêa-Vianna *et al.*, 2021).

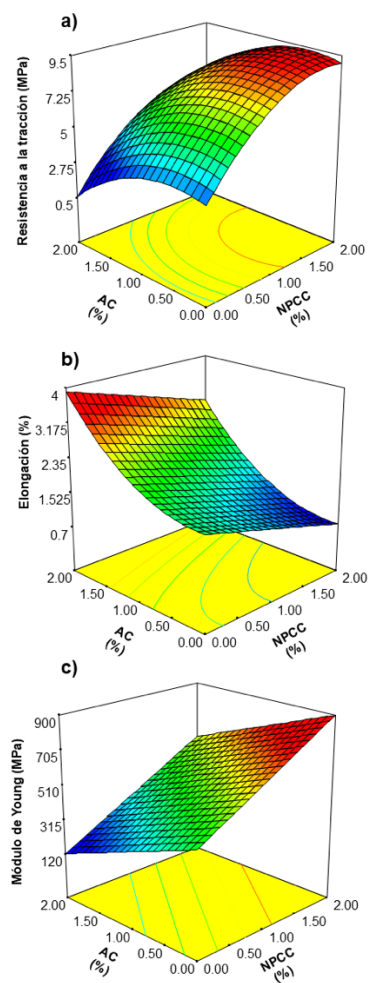
### ELONGACIÓN (E)

La  $\epsilon$  es la capacidad de la película para soportar cambios deformantes sin romperse. Es un indicativo de la flexibilidad de la película y está relacionada con la composición química de la película. Esta propiedad queda determinada por la fuerza de interacción molecular y la estructura interna de las PCs (Singh *et al.*, 2022; Shah *et al.*, 2023).

De acuerdo con el análisis realizado, el modelo para la  $\epsilon$  mostró un valor de  $R^2_{ajustada}$  de 0.9244, un CV de 10.24%, una DE de 0.20 y un valor p de F < 0.01. Además, no se detectó falta de ajuste en el modelo (p > 0.05), como se presenta en la **Tabla 3**.

En este estudio, los valores de  $\epsilon$  oscilaron entre 0.88% y 3.34%. Estos resultados fueron superiores a los reportados por Dos Santos-Caetano *et al.* (2018), quienes encontraron valores de  $\epsilon$  de 0.32% a 1.74% en películas de quitosano y almidón de yuca. También son más altos que los obtenidos por Pirouzifard *et al.* (2020), que reportaron valores de  $\epsilon$  de 1.62% a 4.72% en películas de almidón de papa reforzadas con goma

zedo y aceites esenciales de salvia. Estos hallazgos sugieren que las formulaciones y los tipos de plastificantes utilizados influyen significativamente en las propiedades de  $\epsilon$  de las PCs.



**Figura 2.** Efecto del contenido del AC y de las NPCC sobre las propiedades mecánicas de las PCs: a) Resistencia a la tracción, b) Elongación, c) Módulo de Young.

En La **Figura 2b** se observa que un aumento en la concentración de NPCC redujo  $\epsilon$ , mientras que un incremento en la cantidad de AC aumentó los valores de  $\epsilon$  en las PCs. La reducción de  $\epsilon$  con NPCC se puede deber a su distribución uniforme en la matriz, que reduce la movilidad de las cadenas de polímero y aumenta la rigidez de la película ([Sun et al., 2014](#); [Limón-Valenzuela et al., 2022](#)). En contraste, la adición de AC puede interrumpir la cohesión y uniformidad de la matriz polimérica debido a su naturaleza hidrofóbica y baja masa molar, lo que puede provocar una separación entre las cadenas de polímero. Esta alteración en las interacciones intermoleculares aumenta la flexibilidad y, por ende,  $\epsilon$  ([Al-](#)

[Hashimi et al., 2020](#); [Corrêa-Vianna et al., 2021](#)). Este comportamiento es similar al observado por [Song et al. \(2017\)](#), quienes encontraron que la adición de aceite esencial de limón a películas de almidón incrementó notablemente la flexibilidad.

### MÓDULO DE YOUNG (E)

El E mide la rigidez de una película comestible y refleja la energía necesaria para deformarla, considerando los ángulos de enlace y la longitud de unión entre los átomos en las cadenas del polímero. Las variaciones en estos parámetros pueden afectar significativamente la rigidez y el comportamiento mecánico de las películas ([Silva et al., 2019](#); [Shah et al., 2023](#)).

De acuerdo con los resultados obtenidos, el modelo del E mostró un valor de  $R^2_{ajustada}$  de 0.8845, un CV de 11.25%, y una DE de 57.51. Además, presentó un valor p de  $F < 0.01$ , indicando significancia estadística, y no presentó falta de ajuste ( $p > 0.05$ ), como se muestra en la **Tabla 3**.

Los valores obtenidos para E en este estudio, oscilaron entre 188.64 y 747.87 MPa, fueron similares y ligeramente mayores a los reportados por [Venkatachalam et al. \(2023\)](#) quienes encontraron valores de E entre 400 y 500 MPa en PCs compuestas por quitosano y almidón de arroz glutinoso nativo enriquecida con aceites esenciales como ajo, galanga, cúrcuma y lima kaffir. También fueron más altos que los valores de 150 205 MPa reportados por [Silva et al. \(2020\)](#) para películas de olietileno de baja densidad (LDPE) reforzados con nanopartículas de óxido de calcio (CaO).

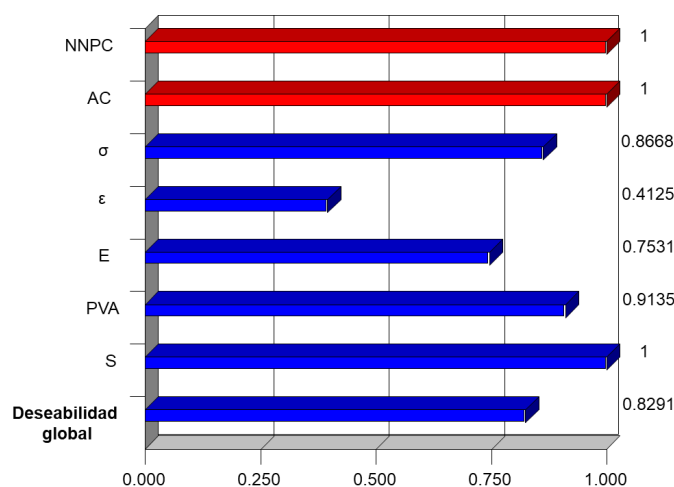
La **Figura 2c** muestra que el E aumentó con la concentración de NPCC debido a su distribución uniforme y refuerzo de la matriz de almidón, mejorando su rigidez ([Sun et al., 2014](#); [Limón-Valenzuela et al., 2022](#)). En cambio, el aumento en la concentración de aceites esenciales redujo E, ya que estos compuestos hidrofóbicos interfieren con las interacciones entre los monómeros del almidón, disminuyendo la cohesión y rigidez de la película ([Al-Hashimi et al., 2020](#); [Corrêa-Vianna et al., 2021](#)).

### OPTIMIZACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS Y DE BARRERA

En la **Figura 3** se muestra el gráfico de deseabilidad global, donde se reflejan las variables analizadas con un rango de deseabilidad de 0 a 1, siendo 1 el valor óptimo. En teoría, se busca alcanzar una deseabilidad de 1, indicando el mejor cumplimiento posible de los criterios establecidos. En este gráfico, se observa que tanto el contenido de NPCC



como el de AC tienen una deseabilidad de 1, ya que no se aplicaron criterios específicos a estas variables. La S presentó un valor de 1, cumpliendo plenamente con el criterio impuesto. La PVA alcanzó una deseabilidad de 0.91, cumpliendo en un 91% con el criterio establecido. La  $\sigma$  obtuvo un valor de 0.87, lo que señala que cumple en un 87% con los criterios entre el límite inferior y superior. En cuanto a la  $\epsilon$ , presentó una deseabilidad de 0.41, cumpliendo aproximadamente un 41% del rango requerido. Finalmente, el E mostró una deseabilidad de 0.75, logrando un 75% del objetivo. En conjunto, se obtuvo una deseabilidad global de 0.83, lo que sugiere que, en general, se lograron satisfactoriamente los objetivos establecidos en el proceso.



**Figura 3.** Deseabilidad individual y global de las variables de proceso y de respuesta analizadas durante la optimización de las películas comestibles.

De acuerdo con la optimización, el tratamiento óptimo fue con NPCC del 1.71% y AC del 1.38%. Los valores predichos de las variables de respuesta bajo estas condiciones óptimas del proceso fueron  $S = 10.29\%$ ,  $PVA = 1.70 \times 10^{-11} \text{ g m s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ ,  $\sigma = 8.22 \text{ MPa}$ ,  $\epsilon = 1.8906\%$  y  $E = 609.82 \text{ MPa}$ . Estos resultados reflejan el desempeño esperado del sistema bajo las condiciones optimizadas.

Para validar el modelo, se prepararon PCs usando los valores óptimos de NPCC y AC. Los resultados experimentales fueron:  $S = 12.43 \pm 4.02\%$ ,  $PVA = 1.35 \times 10^{-11} \pm 7.92 \times 10^{-12} \text{ g m s}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ ,  $\sigma = 9.16 \pm 2.10 \text{ MPa}$ ,  $\epsilon = 1.58 \pm 0.53\%$  y  $E = 630.14 \pm 45.28 \text{ MPa}$ . Comparando estos resultados con los valores predichos, los valores fueron muy similares entre sí, confirmando que el modelo es preciso para predecir las propiedades óptimas de las películas de almidón de maíz nativo bajo las condiciones especificadas.

## CONCLUSIONES

El análisis de las PCs de almidón de maíz mostró que el modelo matemático de predicción utilizado fue robusto, con valores de  $R^2_{ajustada} > 0.80$ ,  $p \text{ de } F < 0.01$ , y  $CV \leq 14.48\%$ , asegurando la fiabilidad de los resultados obtenidos. Los contenidos de NPCC y AC demostraron tener efectos significativos sobre las propiedades de barrera y mecánicas de las películas. Las NPCC mejoraron la resistencia a la tracción y el E, y redujeron la  $\epsilon$ , lo que indica un aumento en la rigidez y la integridad de las películas. Sin embargo, también causaron una ligera disminución en la PVA y S. Por otro lado, el AC redujo la resistencia a la tracción, el E y la PVA, mientras que aumentó la  $\epsilon$ , resultando en películas más flexibles y menos cohesivas. La formulación óptima para las PCs se identificó con 1.71% de NPCC y 1.38% de AC, mejorando de manera significativa las propiedades mecánicas y de barrera. Estos resultados subrayan el potencial de las películas comestibles de almidón de maíz con estas adiciones como una alternativa sostenible en la industria de envases y embalajes.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Laboratorio de Caracterización Físicoquímica y Reológica del Posgrado en Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Facultad de Ciencias Químico Biológicas de la Universidad Autónoma de Sinaloa

## DECLARACIÓN DE CONFLICTOS DE INTERÉS.

Los autores declaran no tener conflicto de intereses.

## REFERENCIAS

- Aguilar-Palazuelos, E., Fitch-Vargas, P. R., Pérez-Vega, L. F., Camacho-Hernández, I. L., Zazueta-Morales, J. J. & Calderón-Castro, A. (2023). Functional characterization of edible films based on reactive extrusion acetylated corn starch. *Journal of Food Measurement and Characterization* 17(3), 2363-2373. <https://doi.org/10.1007/s11694-022-01797-1>
- Al-Hashimi, A. G., Ammar, A. B., G., L., Cacciola, F. & Lakhssassi, N. (2020). Development of a millet starch edible film containing clove essential oil. *Foods* 9, 184. <https://doi.org/10.3390/foods9020184>
- Calderón-Castro, A., Vega-García, M. O., de Jesús Zazueta-Morales, J., Fitch-Vargas, P. R., Carrillo-López, A., Gutiérrez-Dorado, R. &

- Aguilar-Palazuelos, E. (2018). Effect of extrusion process on the functional properties of high amylose corn starch edible films and its application in mango (*Mangifera indica* L.) cv. Tommy Atkins. *Journal of Food Science and Technology* 55, 905-914. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2997-6>
- Calderón-Castro, A., Jacobo-Valenzuela, N., Félix-Salazar, L. A., Zazueta-Morales, J. D. J., Martínez-Bustos, F., Fitch-Vargas, P. R. & Aguilar-Palazuelos, E. (2019). Optimization of corn starch acetylation and succinylation using the extrusion process. *Journal of Food Science and Technology* 56, 3940-3950. <https://doi.org/10.1007/s13197-019-03863-x>
- Cao, T. L., Yang, S. Y. & Song, K. B. (2017). Characterization of barnyard millet starch films containing borage seed oil. *Coatings* 7, 183. <https://doi.org/10.3390/coatings7110183>
- Chiumarelli, M. & Hubinger, M. D. (2014). Evaluation of edible films and coatings formulated with cassava starch, glycerol, carnauba wax and stearic acid. *Food Hydrocolloids* 38, 20-27. <https://doi.org/10.3390/coatings7110183>
- Choque-Quispe, D., Froehner, S., Ligarda-Samanez, C. A., Ramos-Pacheco, B. S., Palomino-Rincón, H., Choque-Quispe, Y., Solano-Reynoso, A. M., Taípe-Pardo, F., Zamalloa-Puma, L. M., Calla-Florez, M., Obregón-Yupanqui, M. E., Zamalloa-Puma, M.M. & Mojo-Quisani, A. (2021). Preparation and chemical and physical characteristics of an edible film based on native potato starch and nopal mucilage. *Polymers* 13, 3719. <https://doi.org/10.3390/polym13213719>
- Corrêa-Vianna, T., Oliveira-Marinho, C., Maragoni-Júnior, L., Adnan-Ibrahim, S. & Pioli-Vieira, R. (2021). Essential oils as additives in active starch-based food packaging films: a review. *International Journal of biological Macromolecules* 182, 1803-1819. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.05.170>
- Dhumal, C. V. & Sarkar, P. (2018). Composite edible films and coatings from food-grade biopolymers. *Journal of Food Science and Technology* 55, 4369-4383. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3402-9>
- Do Evangelho, J. A., Da Silva-Dannenberg, G., Biduski, B., Mello-El Halal, S. L., Kringel, D. H., Gularte, M. A., Fiorentini, A. M. & Da Rosa-Zavarese, E. (2019). Antibacterial activity, optical, mechanical, and barrier properties of corn starch films containing orange essential oil. *Carbohydrate Polymers* 222, 114981. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.114981>
- Dos Santos-Caetano, K., Almeida-Lopes, N., Haas-Costa, T. M., Brandelli, A., Rodrigues, E., Hickmann-Flôres, S. & Cladera-Oliveira, F. (2018). Characterization of active biodegradable films based on cassava starch and natural compounds. *Food packaging and shelf life* 16, 138-147. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2018.03.006>
- Fitch-Vargas, P. R., Aguilar-Palazuelos, E., de Jesús Zazueta-Morales, J., Vega-García, M. O., Valdez-Morales, J. E., Martínez-Bustos, F. & Jacobo-Valenzuela, N. (2016). Physicochemical and microstructural characterization of corn starch edible films obtained by a combination of extrusion technology and casting technique. *Journal of Food Science* 81(9), E2224-E2232. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.13416>
- Fitch-Vargas, P. R., Aguilar-Palazuelos, E., Ruiz-Armenta, X. A., Delgado-Nieblas, C. I., Barraza-Elenes, C. & Calderón-Castro, A. (2024). Development of edible films based on reactive extrusion succinylated corn starch for the preservation of mango (*Mangifera indica* L. Cv. Kent). *Journal of Food Measurement and Characterization* 18(3), 2345-2358. <https://doi.org/10.1007/s11694-024-02378-0>
- Ghasemlou, M., Aliheidari, N., Fahmi, R., Shojaee-Aliabadi, S., Keshavarz, B., Cran, M. & Khaksar, R. (2013). Physical, mechanical and barrier properties of corn starch films incorporated with plant essential oils. *Carbohydrate Polymers* 98, 1117-1126. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.07.026>
- Gómez-Alvarez, L. M. & Zapata-Montoya, J. (2024). Effect of fortification with CaCO<sub>3</sub> nanoparticles obtained from eggshell on the physical and sensory characteristics of three food matrices. *Heliyon* 10(2). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e24442>
- Hammam, A. R. (2019). Technological, applications, and characteristics of edible films. *SN Applied Sciences* 1(632). <https://doi.org/10.1007/s42452-019-0660-8>
- Kong, I., Degraeve, P. & Pui, L. P. (2022). Polysaccharide-based edible films incorporated with essential oil nanoemulsions: physico-

- chemical, mechanical properties and its application in food preservation- a review. *Foods* 11, 555. <https://doi.org/10.3390/foods11040555>
- Kumoro, A. C., Wardhani, D., Retnowati, D. & Haryani, K. (2021). A brief review on the characteristics, extraction and potential. *International Conference on Chemical and Material Engineering* 1053. <https://doi.org/10.1088/1757-899x/1053/1/012118>
- Lescano, M., Vásquez, N., Tarrillo, S., Yoplac, I. & Velásquez-Barreto, F. F. (2021). Development and Optimization of Biofilms Made from Potato or Arracacha Starch. *Starch - Stärke* 73(9-10). <https://doi.org/10.1002/star.202100075>
- Limón-Valenzuela, V., Aguilar-Palazuelos, E., Martínez-Bustos, F., Montoya-Rodríguez, A., Camacho-Hernández, I. L., Zazueta-Morales, J. J. & Carrillo-López, A. (2022). Elaboration of edible starch films using CaCO<sub>3</sub> nanoparticles and plasticizers by optimized extrusion-casting process. *Biotechnia* 24(3), 52-62. <https://doi.org/10.18633/biotechnia.v24i3.1508>
- Pirouzifard, M., Yorghanlu, R. A. & Pirsá, S. (2020). Production of active film based on potato starch containing Zedo gum and essential oil of *Salvia officinalis* and study of physical, mechanical, and antioxidant properties. *Journal of thermoplastic composite materials* 33, 915-937. <https://doi.org/10.1177/0892705718815541>
- Shah, Y. A., Bhatia, S., Al-Harrasi, A., Afzaal, M., Saeed, F., Anwer, M. K., Khan, M. R., Jawad, M., Akram, N. & Faisal, Z. (2023). Mechanical properties of protein-based food packaging materials. *Polymers* 15, 1724. <https://doi.org/10.3390/polym15071724>
- Silva, O. A., Pellá, Michelly G., Pellá, Matheus G., Caetano, J., Simões, M. R., Bittencourt, P. R. S. & Dragunski, D. C. (2019). Synthesis and characterization of a low solubility edible film based on native cassava starch. *International Journal of Biological Macromolecules* 128, 290-296. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.01.132>
- Silva, C., Bobillier, F., Canales, D., Antonella Sepúlveda, F., Cament, A., Amigo, N. & Zapata, P. A. (2020). Mechanical and antimicrobial polyethylene composites with CaO nanoparticles. *Polymers* 12(9), 2132. <https://doi.org/10.3390/polym12092132>
- Singh, G. P., Bangar, S. P., Yang, T., Trif, M., Kumar, V. & Kumar, D. (2022). Effect on the properties of edible starch-based films by the incorporation of additives: A review. *Polymers* 14, 1987. <https://doi.org/10.3390/polym14101987>
- Song, X., Zuo, G. & Chen, F. (2017). Effect of essential oil and surfactant on the physical and antimicrobial properties of corn and wheat starch films. *International of Journal of Biological Macromolecules* 107, 1302-1309. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.114>
- Sun, Q., Xi, T., Li, Y. & Xiong, L. (2014). Characterization of corn starch films reinforced with CaCO<sub>3</sub> nanoparticles. *PloS one* 9(9), e106727. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0106727>
- Venkatachalam, K., Rakkapao, N. & Lekjing, S. (2023). Physicochemical and antimicrobial characterization of chitosan and native glutinous rice starch-based composite edible films: Influence of different essential oils incorporation. *Membranes* 13(2), 161. <https://doi.org/10.3390/membranes13020161>
- Wen-Ru, L., Qing-Shan, S., You-Sheng, O., Yi-Ben, C. & Shun-Shan, D. (2012). Antifungal effects of citronella oil against *Aspergillus niger* ATCC 16404. *Applied Microbiology and Biotechnology* 97(16), 7483-7492. <https://doi.org/10.1007/s00253-012-4460-y>
- Wongphan, P. & Harnkarnsujarit, N. (2020). Characterization of starch, agar and maltodextrin blends for controlled dissolution of edible films. *International Journal of Biological Macromolecules* 156, 80-93. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.04.056>