

**OBTENCIÓN DE UN HIDROGEL BIODEGRADABLE A PARTIR DE ÁCIDO  
ACRÍLICO EN COMBINACIÓN CON PECTINA Y ALMIDÓN PROVENIENTES DE  
CASCARAS DE PLÁTANO**

**YURI ANDREA CRUZ CABALLERO**

**UNIVERSIDAD NACIONAL ABIERTA Y A DISTANCIA – UNAD**

**PROGRAMA DE QUIMICA**

**BOGOTA**

**2018**

**OBTENCIÓN DE UN HIDROGEL BIODEGRADABLE A PARTIR DE ÁCIDO  
ACRÍLICO EN COMBINACIÓN CON PECTINA Y ALMIDÓN PROVENIENTES DE  
CASCARAS DE PLÁTANO**

**YURI ANDREA CRUZ CABALLERO**

**Trabajo de grado como requisito parcial para optar el título de Químico**

**Director de proyecto de grado**

**JOHNY ROBERTO RODRÍGUEZ PÉREZ**

**MSc. Esp. Lic. Química**

**UNIVERSIDAD NACIONAL ABIERTA Y A DISTANCIA – UNAD**

**PROGRAMA DE QUIMICA**

**BOGOTA**

**2018**

## TABLA DE CONTENIDO

### LISTA DE FIGURAS

### LISTA DE TABLAS

|   |    |
|---|----|
| RESUMEN.....  | 10 |
| 1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....                            | 11 |
| 2. JUSTIFICACION.....   | 12 |
| 3. OBJETIVOS.....   | 14 |
| 3.1. OBJETIVO GENERAL.....                                    | 14 |
| 3.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS.....                               | 14 |
| 4. MARCO CONCEPTUAL Y TEORICO.....                            | 15 |
| 4.1. POLIMEROS.....   | 15 |
| 4.2. BIOPOLIMEROS.....  | 16 |
| 4.2.1. Biopolímeros extraídos de la biomasa.....              | 17 |
| 4.2.2. Sintetizados a partir de biomonomeros.....             | 20 |
| 4.2.2.1. Polímeros de ácido láctico, poliésteres.....         | 20 |
| 4.2.3. Producidos a partir de microorganismos.....            | 22 |
| 4.2.3.1. Polihidroxicanoatos, y celulosa bacteriana.....      | 22 |
| 4.3. HIDROGELES.....  | 24 |
| 4.3.1. Principales reactivos para síntesis de hidrogeles..... | 27 |
| 4.4. PECTINA Y SUSTANCIAS PECTICAS.....                       | 28 |
| 4.4.1. Propiedades fisicoquímicas.....                        | 29 |
| 4.4.1.1. Solubilidad.....                                     | 29 |
| 4.4.1.2. Viscosidad.....                                      | 30 |
| 4.4.1.3. Acidez.....  | 30 |
| 4.4.2. Sustancias pépticas.....                               | 32 |
| 4.5. ALMIDÓN.....   | 32 |
| 4.5.1. Propiedades fisicoquímicas.....                        | 34 |
| 4.5.1.1. Gelatinización.....                                  | 34 |

|          |  |    |
|----------|--|----|
| 4.5.1.2. | Retrogradación.....  | 35 |
| 4.5.2.   | Reactividad química del almidón.....   | 35 |
| 4.5.3.   | Evaluación de la microestructura del almidón.....  | 36 |
| 4.5.4.   | Aplicaciones industriales del almidón.....   | 37 |
| 4.6.     | ÁCIDO POLIACRILICO.....  | 37 |
| 4.6.1.   | Propiedades fisicoquímicas.....  | 37 |
| 4.6.2.   | Ácido acrílico.....  | 38 |
| 4.6.2.1. | Inestabilidad y peligro de reactividad.....  | 39 |
| 4.6.2.2. | Hidrogeles de ácido acrílico.....  | 39 |
| 4.7.     | BIODEGRADABILIDAD DE POLIMEROS.....  | 43 |
| 4.7.1.   | Polímeros biodegradables.....  | 44 |
| 4.7.2.   | Requerimientos energéticos de los microorganismos.....   | 45 |
| 5.       | METODOLOGIA.....   | 47 |
| 5.1.     | EXTRACCIÓN DE ALMIDÓN Y PECTINA DE LOS RESIDUOS DE LAS<br>CASCARAS DE PLÁTANO VERDE.....         | 47 |
| 5.1.1.   | Extracción del almidón.....  | 47 |
| 5.1.2.   | Caracterización fisicoquímica del almidón obtenido.....  | 47 |
| 5.2.     | EXTRACCIÓN DE LA PECTINA.....  | 48 |
| 5.2.1.   | Caracterización fisicoquímica de la pectina.....   | 48 |
| 5.3.     | OBTENCIÓN DE HIDROGELES POR COPOLIMERIZACIÓN DE ÁCIDO<br>POLIACRÍLICO CON PECTINA Y ALMIDÓN..... | 49 |
| 5.3.1.   | Determinación de variables.....  | 49 |
| 5.3.2.   | Obtención del hidrogel.....  | 49 |
| 5.3.3.   | Caracterización fisicoquímica del hidrogel.....  | 50 |
| 5.3.4.   | Caracterización espectroscópica del hidrogel.....  | 50 |
| 5.3.5.   | Análisis termogravimétrico TGA.....  | 51 |
| 5.3.6.   | Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....   | 51 |
| 5.3.7.   | Propiedades mecánicas del hidrogel.....  | 51 |
| 5.3.8.   | Pruebas de biodegradabilidad del hidrogel.....   | 51 |
| 6.       | RESULTADOS Y DISCUSION.....  | 53 |

|        |  |    |
|--------|--|----|
| 6.1.   | Extracción de almidón y pectina de los residuos de las cascaras de plátano verde .....             | 53 |
| 6.1.1. | Extracción del almidón .....   | 53 |
| 6.1.2. | Cuantificación de almidón .....  | 55 |
| 6.1.3. | Caracterización fisicoquímica del almidón.....   | 56 |
| 6.1.4. | Extracción de pectina.....   | 58 |
| 6.1.5. | Caracterización fisicoquímica pectina en gel.....  | 61 |
| 6.2.   | Obtención de hidrogel por copolimerización de ácido poliacrílico con pectina en gel y almidón..... | 67 |
| 6.2.1. | Determinación de variables en ensayos preliminares y diseño experimental ....                      | 67 |
| 6.2.2. | Obtención del hidrogel.....  | 72 |
| 6.2.3. | Caracterización fisicoquímica del hidrogel.....  | 72 |
| 6.2.4. | Caracterización espectroscópica del hidrogel .....   | 77 |
| 6.2.5. | Determinación de estabilidad térmica del hidrogel.....   | 79 |
| 6.2.6. | Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....   | 83 |
| 6.2.7. | Propiedades mecánicas del hidrogel .....   | 85 |
| 6.2.8. | Prueba de biodegradabilidad del hidrogel.....  | 86 |
|        | CONCLUSIONES.....  | 88 |
| 7.     | RECOMENDACIONES.....   | 89 |
| 8.     | REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....  | 90 |
| 9.     | ANEXOS.....  | 97 |

## LISTA DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 1 Monosacáridos que se encuentran en los polisacáridos más importantes.....  | 18 |
| Figura 2 Estructura química del PLA.....  | 21 |
| Figura 3 Estructura química del PH3B, PHBV, PHV.....  | 23 |
| Figura 4 Estructura química de los enlaces inter e intra de la celulosa bacteriana.....   | 24 |
| Figura 5 Estructura química de las pectinas.....  | 28 |
| Figura 6 Estructura química de la amilosa.....  | 33 |
| Figura 7 Estructura química de la amilopectina.....   | 34 |
| Figura 8 Estructura del anillo de anhidroglucosa, Proyección de Haworth.....  | 36 |
| Figura 9 Diagrama de flujo del proceso de obtención de hidrogel.....  | 49 |
| Figura 10 Diagrama de flujo del proceso de comprobación de biodegradabilidad del hidrogel.<br>.....   | 52 |
| Figura 11 Diagrama de flujo del proceso de extracción del almidón.....  | 53 |
| Figura 12 Muestra de almidón secado a 45°C.....   | 54 |
| Figura 13 Muestra de almidón macerado como producto final.....  | 54 |
| Figura 14 Granulos de almidon irregulares esferoides y alargados, superficie lisa....   | 54 |
| Figura 15 Curva de calibración utilizando reactivo patrón de almidón soluble marca Merck vs<br>almidón obtenido de cascara de plátano ..... | 55 |
| Figura 16 Espectro IR muestra de almidón vs patrón de almidón soluble marca<br>Merck.....   | 58 |
| Figura 17 Diagrama de flujo del proceso de extraccion de pectina en gel. ....   | 59 |
| Figura 18 Muestra de pectina precipitada con etanol al 95%.....   | 60 |
| Figura 19 Muestra de pectina en gel obtenida al realizar el centrifugado... ..  | 61 |
| Figura 20 Espectro IR muestra de pectina comercial .....  | 65 |
| Figura 21 Espectro IR muestra de pectina en gel.....  | 66 |
| Figura 22 Ensayos obtenidos con las diversas variables de la tabla 10.....  | 67 |
| Figura 23 Hidrogel con almidón a temperatura mayor de 55°C.....   | 68 |
| Figura 24 Ensayos obtenidos con las diversas variables indicadas en la tabla<br>11.....   | 69 |

|   |     |
|---|-----|
| Figura 25 Ensayos obtenidos con las diversas variables indicadas en la tabla 12.....  | 70  |
| Figura 26 Aspecto plastificante y lechoso de hidrogel copolimerizado con pectina al adicionarle agua .....  | 71  |
| Figura 27 Muestra de hidrogel obtenido con almidón y pectina.....   | 73  |
| Figura 28 Muestra de hidrogel copolimerizado con almidón y pectina vs acido poli (acrílico).73  |     |
| Figura 29 Muestra de ácido poli(acrílico).....  | 74  |
| Figura 30 Muestra de hidrogel después de tres horas en contacto con hidróxido de amonio...76  |     |
| Figura 31 Espectro IR muestra de hidrogel con pectina.....  | 77  |
| Figura 32 Espectro IR muestra de hidrogel con almidón y pectina.....  | 78  |
| Figura 33 Termograma TGA correspondiente a la muestra de hidrogel con pectina.....  | 79  |
| Figura 34 Termograma TGA correspondiente a la muestra de hidrogel con pectina y almidón .....   | 80  |
| Figura 35. Gráfico DSC correspondiente a la muestra de hidrogel con pectina.....  | 83  |
| Figura 36 Gráfico DSC correspondiente a la muestra de hidrogel con pectina y almidón .....  | 84  |
| Figura 37 Muestras del hidrogel sometidos a presunta biodegradabilidad.....   | 86  |
| Figura 38 Recuperación de microorganismos.....  | 87  |
| Figura 39 Hidrogel de almidón trascurridos 45 días de incubacion.....   | 87  |
| Figura 40 Diagrama de flujo del proceso para la determinación de índice de absorción de agua, índice de solubilidad de agua, y poder de hinchamiento..... | 97  |
| Figura 41 Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de acidez.....   | 97  |
| Figura 42 Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de cenizas.....  | 98  |
| Figura 43 Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de humedad.....  | 98  |
| Figura 44 Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de humedad en pectina .....  | 99  |
| Figura 45 Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de cenizas.....  | 99  |
| Figura 46 Diagrama de flujo del proceso para la determinación del peso equivalente (PE) y acidez libre (AL).....  | 100 |

|  |     |
|--|-----|
| Figura 47 Diagrama de flujo del proceso para la determinación de porcentaje de metoxilo (ME), grado de esterificación (GE), y porcentaje de ácido anhidro galacturónico (AAG). ..... | 100 |
| Figura 48 Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de humedad. ....  | 101 |
| Figura 49 Muestras de hidrogel sumergidas en agua destilada correspondiente a tabla 18. ....   | 102 |
| Figura 50 Muestras de hidrogel sumergidas en etanol al 70% correspondiente a la tabla 18. ....   | 102 |
| Figura 51 Muestras de hidrogel sumergidas en solución de cloruro de sodio al 1% correspondiente a la tabla 18. ....  | 103 |



## LISTA DE TABLAS

|  |     |
|--|-----|
| Tabla 1 Productos comerciales basados en hidrogeles.....   | 26  |
| Tabla 2 Propiedades fisicoquímicas del ácido acrílico .....  | 38  |
| Tabla 3 Reactivos utilizados para la copolimerización de hidrogel .....  | 50  |
| Tabla 4 Lecturas obtenidas a 490 nm, en espectrofotómetro UV-VIS Genesys 10S. ....   | 55  |
| Tabla 5 Parámetros fisicoquímicos determinados en almidón de plátano .....   | 56  |
| Tabla 6 Condiciones de extracción de pectina en gel .....  | 59  |
| Tabla 7 Parámetros fisicoquímicos determinados de pectina en gel.....  | 61  |
| Tabla 8 Viscosidades (cP) de soluciones pectina en gel vs pectina cítrica comercial .....  | 62  |
| Tabla 9 Viscosidades (cP) de soluciones pectina en gel vs pectina cítrica comercial con variación en la concentración de azúcar. ....        | 63  |
| Tabla 10 Variables de la copolimerización del hidrogel.....  | 67  |
| Tabla 11 Variables de la copolimerización del hidrogel.....  | 68  |
| Tabla 12 Variables de la copolimerización del hidrogel.....  | 69  |
| Tabla 13 Características de los ensayos realizados en la obtención del hidrogel.....   | 70  |
| Tabla 14 Porcentajes de humedad de muestras del hidrogel copolimerizado. ....  | 74  |
| Tabla 15 Porcentajes de hinchamiento y deshidratación de muestras de hidrogel sumergidas durante 96 horas en diversos solventes a 25°C. .... | 75  |
| Tabla 16 Medidas de fractura (KgF). ....   | 85  |
| Tabla 17 Aplicación ANOVA en parámetros fisicoquímicos determinados en almidón de plátano. ....  | 98  |
| Tabla 18 Aplicación ANOVA en parámetros fisicoquímicos determinados en pectina en gel  | 101 |
| Tabla 19 Aplicación ANOVA en porcentajes de humedad del hidrogel copolimerizado variando el biopolímero.....                                 | 102 |
| Tabla 20 Aplicación ANOVA en Medidas de fractura (KgF).....  | 103 |

## RESUMEN

La presente investigación muestra los resultados obtenidos experimentalmente de la síntesis de diversos polímeros tipo hidrogel con características biodegradables utilizando como base los biopolímeros almidón y pectina extraídos de residuos agroindustriales de cascara de plátano (*Musa Paradisiaca*), en adición con ácido poliacrílico. Los hidrogeles son materiales poliméricos en forma de red tridimensional que en contacto con el agua tienen la capacidad de retenerla y en presencia de la misma se hinchan. El producto obtenido fue caracterizado químicamente, realizando diversas pruebas. El fin último es lograr la valorización de residuos que usualmente son desechados.

## **1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

Los residuos de las cascaras del plátano evidencian un problema socio-económico y ambiental en diversos países, Colombia no es la excepción, lo anterior debido a que estos se disponen directamente en la mayoría de los casos en vertederos (rellenos sanitarios) sin ningún de tipo de valorización. Con el presente trabajo se buscó encontrar nuevas alternativas para el aprovechamiento de estos residuos, a través de la obtención de almidón y pectina útiles en la copolimerización con ácido acrílico para la síntesis de hidrogeles.

## 2. JUSTIFICACION

La valorización de residuos agroindustriales como alternativa de aprovechamiento en los diversos sectores o industrias químicas, en los últimos años ha cobrado gran interés debido a su implementación en temáticas como la alimentación animal, producción de bioenergéticos y elaboración de productos como películas utilizadas en el envase para la conservación de alimentos; lo anterior es una posible alternativa a la disminución de la carga contaminante producto de residuos sólidos agroindustriales.

Entre los biopolímeros más abundantes utilizados en el aprovechamiento de residuos agroindustriales y económicos de obtener a partir de la biomasa se encuentra el almidón, un polisacárido extraído de cereales, tubérculos, y frutos, que cuenta con excelentes propiedades fisicoquímicas como la flexibilidad y biodegradabilidad dadas a conocer en diversos trabajos de investigación (López V., 2011). Por ejemplo, en la industria farmacéutica se ha utilizado como vehículo de medicamentos, en la industria de alimentos como encapsulador de sabores (Cabrera A., Madrigal L., Vásquez J., 2007), y en la industria de plásticos se han elaborado películas biodegradables (Enríquez M., Velasco R., Ortiz V., 2012), (Durango et al., 2009), (Jiménez et al., 2012).

Esta investigación pretende mostrar la valorización de residuos agroindustriales derivados del plátano por medio de la síntesis de biomateriales en este caso hidrogeles. Estos son polímeros hidrófilos o absorbentes de agua que forman redes tridimensionales, siendo generalmente moléculas orgánicas de cadena larga y elevada masa molar unidas mediante enlaces transversales entre las cadenas (Rojas et al.; 2004). Estos biomateriales son utilizados en variadas aplicaciones como: pañales infantiles de un solo uso (Katime A., 2014), preparación de sustratos artificiales

para plantas, control de la humedad de suelos agrícolas (Martínez et al., 1997), control de escapes y vertidos tóxicos (Díaz D., 2006), músculos artificiales en robótica (Wu C., 2010), soporte de fármacos o productos agroquímicos de liberación controlada (Arredondo A., Londoño E., 2009), etc. Son muy activos desde el punto de vista osmótico, por ello se dice que físicamente son especies intermedias entre el estado sólido y el estado líquido, ya que en la naturaleza los hidrogeles hinchados tienen simultáneamente las propiedades cohesivas de los sólidos y las propiedades difusivas de transporte de los líquidos (Rojas et al.; 2004).

En el presente trabajo los hidrogeles se obtuvieron a partir de biopolímeros naturales (almidón y pectina) extraídos del plátano y copolimerizados con un polímero sintetizado a partir de ácido acrílico, estos fueron caracterizados por medio de pruebas químicas, físicas y microbiológicas, con el propósito de evaluar el producto y determinar su eventual biodegradabilidad, esperando que el hidrogel pueda ser promisorio para la aplicación en diversos procesos industriales.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1. OBJETIVO GENERAL**

- Sintetizar un hidrogel biodegradable a partir de ácido acrílico en combinación con pectina y almidón provenientes del plátano.

#### **3.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- Determinar las condiciones óptimas de reacción para la síntesis de un hidrogel a partir del ácido acrílico, pectina y almidón estos últimos extraídos de cascaras de plátano.
- Caracterizar química y físicamente el hidrogel obtenido a partir del ácido acrílico, pectina y almidón.
- Comprobar la biodegradabilidad del hidrogel.

## 4. MARCO CONCEPTUAL Y TEORICO

### 4.1. POLIMEROS

Un polímero es una molécula de gran tamaño que se compone de pequeñas unidades repetidas idénticas llamadas *monómeros*. Los polímeros se pueden clasificar de acuerdo a su: origen (naturales o biopolímeros, semisintéticos, sintéticos); composición (homopolímeros, heteropolímeros); estructura (lineales, ramificados, entrecruzados, reticulados) y comportamiento frente al calor (termoplásticos, termoestables, elastómeros).

La síntesis de los polímeros se denomina polimerización; es el proceso por el cual los monómeros se unen entre sí repetidamente para generar cadenas largas compuestas de unidades monoméricas. Las reacciones por las cuales ocurre la polimerización se agrupan en adición y condensación.

- Polimerización por condensación o por crecimiento en etapas: los grupos funcionales potencialmente reactivos en los finales de las moléculas reaccionan. Un nuevo enlace covalente se forma entre los grupos funcionales, y una molécula pequeña (usualmente agua) se forma como subproducto. (Newell J., 2009).
- Polimerización por adición o por reacción en cadena: es un proceso por el cual las unidades monomérica se van uniendo en cadena una a otra para formar una macromolécula lineal; la composición de la molécula resultante como producto es un múltiplo exacto del monómero reactivo original. En esta polimerización se distinguen tres etapas: iniciación, propagación, y terminación.

## 4.2. BIOPOLIMEROS

Son polímeros producidos en la naturaleza clasificados según cinco (5) criterios (Flores Y., 2013):

- Unidades poliméricas y tipo de enlace.
- Tamaño y posición espacial.
- Propiedades físico – químicas.
- Ubicación celular.
- Origen: divididos en tres subgrupos (polímeros basados en recursos renovables, polímeros biodegradables basados en monómeros bioderivados, y biopolímeros sintetizados por microorganismos).

Las unidades poliméricas pueden ser: heteropolisacáridos y homopolisacáridos, dependiendo si las unidades estructurales son las mismas (homo-) o son diferentes (hetero-). El tipo de enlace es Alfa ( $\alpha$ ) o beta ( $\beta$ ). Por su tamaño los podemos clasificar como: monosacáridos (Glucosa, fructosa, ribosa, etc.), oligosacáridos: que corresponden a moléculas de 2 a 19 unidades de monosacáridos (Sacarosa, maltosa, fructosa, etc.), polisacáridos: también llamados glicanos, son moléculas de 20 o más unidades poliméricas (Pectinas, amilosa, amilopectina, etc.). Con respecto a su posición espacial - lineales: La conformación general de la molécula en solución forma líneas rectas, como la Inulina - ramificada: Poseen generalmente una cadena principal de la cual se extienden cadenas laterales unidas a ellas, ejemplo la goma xantana y circulares: poseen conformaciones circulares generalmente por la cadena principal, como las maltociclodextrinas.

Con respecto a sus propiedades físico-químicas, se pueden clasificar según sus propiedades reológicas como la capacidad de cambio en la reología de productos industriales terminados; en



estos tenemos los hidrocoloides: sustancias naturales poliméricas solubles o dispersables en agua con la capacidad de formar geles; la gran mayoría de estos hidrocoloides forman fluidos no newtonianos los cuales pueden ser dilatantes, pseudoplásticos, reopécticos y tixotrópicos. Por su ubicación celular son extracelulares o intracelulares dependiendo si están en el interior, en los perímetros o fuera de ella (Flores Y., 2013).

Los polímeros naturales tienen estructuras más complejas que los polímeros sintéticos, y en general también tienen pesos moleculares más altos (Manual de fluidos de perforación API, 2001). Pueden ser asimilados por varias especies (biodegradables) y no tienen efecto tóxico en el hospedero, dándoles una gran ventaja con respecto a los polímeros tradicionales (Luengo et al., 2003).

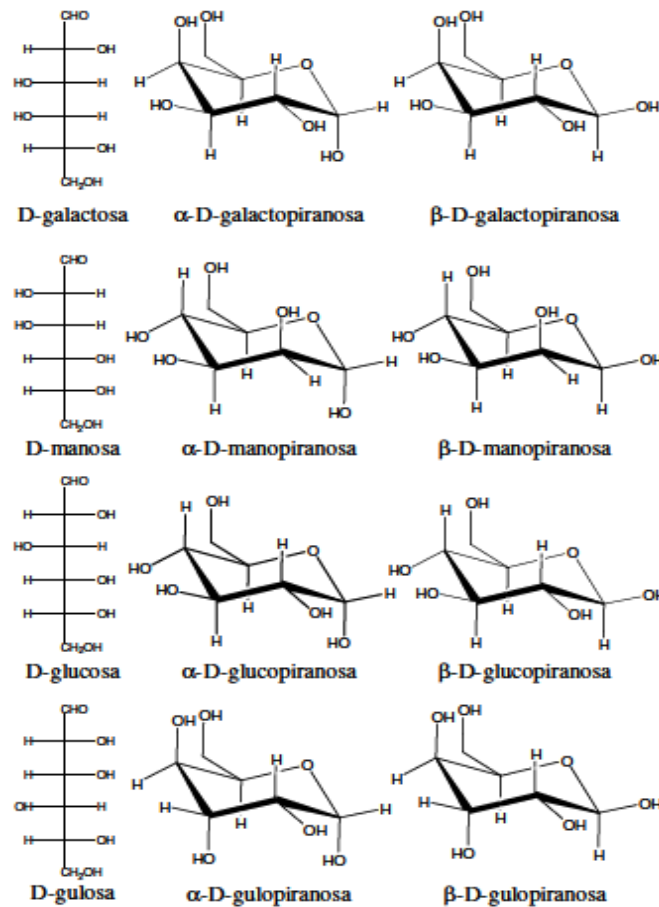
El área de biopolímeros es diversa y versátil en la clase de materiales que tienen aplicaciones potenciales en prácticamente todos los sectores de la economía. Por ejemplo, pueden ser utilizados como adhesivos, absorbentes, lubricantes, textiles, materiales estructurales de alta resistencia, en suelos, cosméticos, vehículos en la administración de fármacos, e incluso en dispositivos computacionales.

En la actualidad, muchos biopolímeros aún se encuentran en la etapa de desarrollo, pero las aplicaciones importantes están empezando a surgir en las áreas de envasado, la producción de alimentos y medicina. Algunos biopolímeros pueden reemplazar materiales derivados sintéticamente en aplicaciones tradicionales, mientras otros poseen propiedades únicas que podrían abrir un abanico de nuevas oportunidades comerciales (Elnashar M., 2011).

#### **4.2.1. Biopolímeros extraídos de la biomasa**

##### ***Polisacáridos***

Los polisacáridos son hidratos de carbono compuestos por unidades de monosacáridos (monómeros) unidos mediante enlaces glicosídicos. Pueden estar formados por uno o varios tipos de azúcar. Los monómeros (monosacáridos) que se encuentran con mayor frecuencia en los polisacáridos mostrados en la figura 1, son glucosa, galactosa, manosa e incluso, gulosa:



Nieto I., Santacruz I., Moreno R. (2014). Monosacáridos que se encuentran en los polisacáridos más importantes. [Figura 1]. Recuperado de [http://www.scielo.org.ve/scielo.php?pid=S0255-69522014000100002&script=sci\\_arttext](http://www.scielo.org.ve/scielo.php?pid=S0255-69522014000100002&script=sci_arttext)

Los polisacáridos no tienen carácter reductor, y se consideran coloides. Las moléculas de los polisacáridos pueden ser lineales o ramificadas. El grado de ramificación afecta las propiedades físicas, como solubilidad en agua, viscosidad, y comportamiento de gelificación (Belitz H., Grosch

W., 1997).

Los hidratos de carbono presentan numerosos grupos hidroxilo y en algunos casos presentan, además, grupos carboxilo, acetatos, o éster sulfúrico o fosfórico, o incluso están modificados, lo cual hace que presenten distintas propiedades, como las que se describen a continuación (Nieto I., Santacruz I., Moreno R., 2014):

- Los polisacáridos con grupos carboxilo (alginato, carboximetilcelulosa, etc.) son solubles en medios neutros y alcalinos. Las moléculas se encuentran estiradas por repulsión entre los iones carboxilato y, por la misma razón, no muestran interacciones intermoleculares. La viscosidad de sus disoluciones suele ser elevada, aunque depende del pH y del medio. A  $\text{pH} \leq 3$  se produce la formación de un gel o la precipitación por eliminación de la repulsión electrostática. La formación de geles a pH neutro se consigue mediante la adición de cationes divalentes.
- Cuando los polisacáridos presentan grupos ácidos fuertes (éster sulfúrico o fosfórico, como el carragenato, almidón fosfatado, etc.) son solubles y forman disoluciones de alta viscosidad, las cuales son estables también en medio fuertemente ácido.
- Los polisacáridos modificados presentan propiedades diferentes a sus predecesores (antes de modificar); asimismo, si se introducen grupos neutros o ácidos en polisacáridos lineales, se aumenta su solubilidad, así como la viscosidad y estabilidad (ejemplo: las propiedades de metil-, etil-, e hidroxipropilcelulosas igualan a las de la goma de garrofín, debido a que los grupos alquilo introducidos favorecen la hidratación). El enlace de polisacáridos a través de grupos hidroximetilo es flexible debido al grado extra de libertad del enlace, siendo más estable la conformación *trans*.

Sobre la extracción de los polisacáridos a partir de las materias primas se pueden presentar dos

casos (Linden G., Lorient D., 1996):

- El polisacárido es insoluble y ningún método, además de la disociación de la microestructura permite obtenerlo en forma de dispersión más o menos soluble y estable. Es el caso del almidón y la celulosa tras molienda fina de la materia prima se lleva a cabo un fraccionamiento centrífugo por vía seca o húmeda.
- El polisacárido es solubilizable en agua caliente o por incremento del pH, tras solubilización se puede precipitar el polisacárido disminuyendo la polaridad o el pH. Se opera para extraer así los hidrocoloides gelificantes (xantano por agua caliente, la pectina, y el alginato por extracción medio alcalino).

Otros tipos de biopolímeros extraídos de la biomasa son proteínas (compuestos orgánicos de alto peso molecular formados por aminoácidos unidos por enlaces peptídicos que realizan una amplia variedad de funciones biológicas) y *lípidos* (moléculas orgánicas compuestas principalmente por carbono, hidrógeno y oxígeno; aunque también pueden contener fósforo, azufre y nitrógeno, de carácter hidrófobo y soluble en solventes orgánicos que sirven de reserva energética para los organismos).

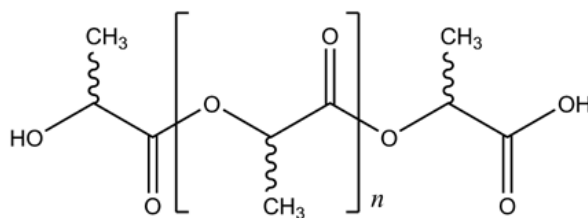
#### **4.2.2. Sintetizados a partir de biomonomeros**

##### **4.2.2.1. Polímeros de ácido láctico, poliésteres**

Los aceites vegetales pueden ser obtenidos de plantas y, en su mayoría, están compuestos por triglicéridos. Un triglicérido es un producto éster obtenido de una molécula de glicerol y tres moléculas de ácidos grasos (Montero L., 2011). Algunos tipos de polímeros preparados a partir de

aceites de triglicéridos son: poliésteres, poliuretanos, poliamidas, resinas acrílicas, resinas epoxi y poliéster amidas (Çayli, G., Küseföglu, S., 2008)

La polimerización del ácido láctico da como resultado el ácido poliláctico (ver estructura química indicada en la figura 2), un polímero termoplástico que posee isómeros D- y L- (mezcla racémica). La producción del ácido poliláctico (PLA) empieza con el almidón, y luego los microorganismos pertenecientes a los géneros: *Lactobacillus*, *Carnobacterium*, *Leuconostoc*, *Pediococcus*, *Streptococcus* lo transforman en una molécula más pequeña de ácido láctico o 2 hidroxipropiónico (monómero), la cual es la materia prima que se polimeriza formando el PLA (Domínguez & Vásquez, 1999):



Gotro J. (2012). Estructura química del PLA. [Figura 2]. Recuperado de <http://polymerinnovationblog.com/poly-lactic-acid-pla-is-gaining-traction-in-the-market/>

El PLA muestra un comportamiento en propiedades mecánicas, térmicas y de barrera comparable al de los polímeros sintéticos más utilizados como el poliestireno (PS) y el polietileno tereftalato (PET) (Siracusa et al., 2012), por lo cual es utilizado en embalaje de alimentos, y en aplicaciones biomédicas por su compatibilidad y biodegradabilidad (Valero et al., 2013).

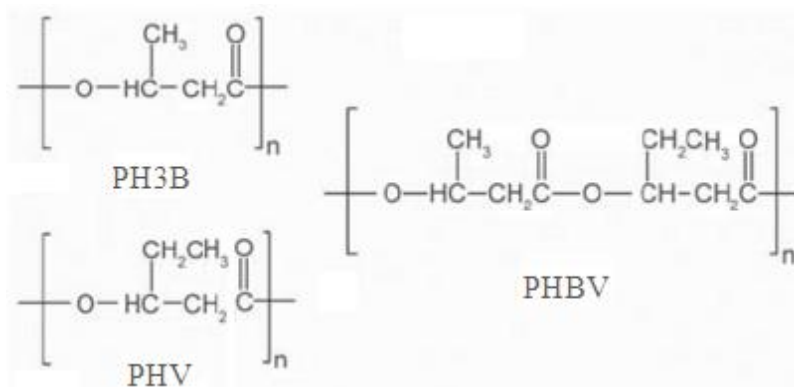
Respecto a los biopoliésteres pueden ser derivados de la fermentación de azúcares de las plantas. Materiales derivados del 1, 3 - propanodiol ofrecen una alternativa al nylon y polietileno tereftalato (PET) para la fabricación de fibras y tela (Pilla S., 2011).

### **4.2.3. Producidos a partir de microorganismos**

#### **4.2.3.1. Polihidroxicanoatos, y celulosa bacteriana**

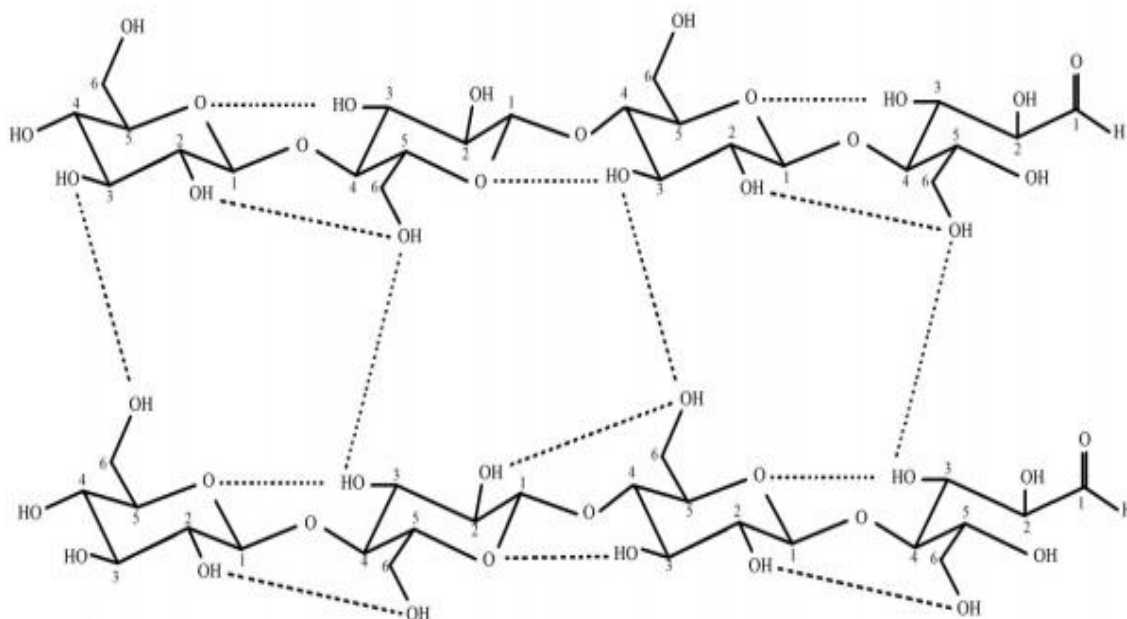
*Polihidroxicanoatos – PHA.* Los biopolímeros de tipo polihidroxicanoato son poliésteres sintetizados por ciertas bacterias que los acumulan como reservas de carbono y energía, en forma de gránulos intracitoplasmáticos, constituidos por unidades repetitivas de diversos hidroxiaácidos o mezclas de ellos, producidos mediante fermentación de materias primas renovables (Mutlu, H., Meier, M., 2010). Más de 150 monómeros diferentes se pueden combinar para dar materiales con diferentes propiedades. Estos plásticos pueden ser termoplásticos o elastoméricos con puntos de fusión que van desde 40 a 180° C (Pilla S., 2011). Los biopolímeros formados con PHA (ver estructura química indicada en la figura 3) son los bioplásticos más versátiles, completamente biodegradables y con propiedades similares a las de plásticos convencionales de origen no renovable (Du et al., 2001)

Desde el punto de vista industrial, se destacan el polihidroxi butirato - PHB (*utiliza fuentes sencillas de carbono como fructosa o glucosa y es biocompatible ya que permite ser implantado en el cuerpo humano, por lo que se ha empleado en aplicaciones biomédicas, y ha demostrado que es biodegradable en un sin fin de ambientes*), y el copolímero Poli 3(HB-co-HV) (Wang B., Sharma-Shivappa R., Olson J., Khan S., 2013).



Estructura química del PH3B, PHBV, PHV. (2015). [Figura 3]. Recuperado de <https://es.wikipedia.org/wiki/Polihidroxialcanoato>

La celulosa bacteriana (BC) producida por bacterias aerobias ha recibido amplia atención debido a sus propiedades físico-químicas únicas en comparación con la celulosa de las plantas. Investigaciones intensas en BC se centran principalmente en el proceso de biosíntesis de lograr la preparación de bajo costo y alta producción de celulosa. BC se ha utilizado como biomaterial para el campo médico, instrumento eléctrico, y como ingrediente alimenticio. Sin embargo, por las capacidades limitadas para satisfacer la demanda actual en biomateriales de alto rendimiento se han introducido materiales de refuerzo para mejorar las propiedades (Faezah E., Siti T., Norliza R., 2014).



Reginaldo A., Fesrucci B., WagnerC. (2007). Estructura química de los enlaces inter e intra de la celulosa bacteriana. [Figura 4]. Recuperado de [http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1677-04202007000100001](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1677-04202007000100001)

### 4.3. HIDROGELES

Un hidrogel (HG) es un polímero entrecruzado capaz de absorber grandes cantidades de agua sin disolverse. La cantidad máxima de agua en el equilibrio estará determinada por el equilibrio entre las fuerzas cohesivas de la red y las fuerzas osmóticas (Herman F., 2004).

Las propiedades físicas de estos sistemas dependen de numerosos factores: composición (polímeros, agentes entrecruzantes, otros excipientes), medio en el que se encuentran (pH, temperatura, fuerza iónica), otros factores como la luz (intensidad, longitud de onda). Es por ello que ajustando la proporción de los componentes (monómeros, agente entrecruzantes etc.) es posible ajustar la hidrofilia del sistema (Gehrke H., Lee P., 1990).



En la fabricación de hidrogeles se han empleado diversos polímeros naturales solubles en agua que incluyen los polinucleótidos, los polipéptidos y los polisacáridos. Los hidrogeles naturales se preparan por entrecruzamiento químico o físico de estos polímeros. El entrecruzamiento químico de polisacáridos (almidón, alginato, quitina, quitosano, celulosa, oligopéptidos y ácido hialurónico) y proteínas (albúmina y gelatina) conduce a una gran variedad de hidrogeles bien definidos (Kunzler F., 2002). Los hidrogeles se sintetizan típicamente mediante alguno de estos procedimientos generales: polimerización de monómeros hidrófilos con entrecruzamiento simultáneo o vía postpolimerización; y modificación del carácter hidrófilo de polímeros con propiedades potenciales como hidrogel (Güven O., Sen M., Karadağ E., Saraydın D., 1999)

La naturaleza hidrófila de los hidrogeles se debe a la presencia de grupos como hidroxilo (-OH), carboxilo (-COOH), amida (-CONH<sub>2</sub>) y sulfónico (-SO<sub>3</sub>H), a lo largo de las cadenas poliméricas (Soto D., Oliva H., 2011). La hidratación de los hidrogeles es una función de las características de la red (tal como grado de hinchamiento, coeficiente de difusión, densidad de la reticulación, tamaño de malla, etc.), que a su vez se combina con su estructura química (Dilek et al.; 2008).

Los hidrogeles son sistemas que poseen dos características fundamentales: son permeables a solutos de pequeño tamaño y debido a su consistencia y composición son biocompatibles produciendo mínima irritación mecánica cuando están en contacto con tejidos y células (Álvarez A., Otero F., Blanco J. sf.). Los hidrogeles poliméricos tienen múltiples aplicaciones, entre ellas su utilización en el desarrollo de materiales para regeneración de tejidos gracias a su alta biocompatibilidad y su uso frecuentemente como sistemas de liberación de fármacos (ver tabla 1) debido a su capacidad para retener líquidos y compuestos bioactivos (Reyes F., et al., 2012). Poder utilizar los hidrogeles como materiales que actúen como esponjas y puedan recoger selectivamente los metales presentes en aguas residuales ayudaría a contribuir a la recuperación paulatina de las

grandes masas de aguas servidas, esperando que éstas puedan ser, otra vez, aptas para el consumo humano (Dilek *et al.*; 2008).

| Producto                                | Manufacturado/Comercializado  | Composición   | Indicado para   | observaciones  |
|---|---|---|---|--|
| SQZ Gel™ oral controlled release system | Macromed (Sandy, UT, EE.UU.)  | Quitosan y polietilenglicol                                     | Hipertensión  | PH- sensible, tableta una vez al día de diltiazem hidrocloreuro.   |
| Hycore-V™ and Hycore-R™                 | CeNes Drug Delivery (Irvine, UK)  |   | Infecciones vaginal y rectal, respectivamente   | Liberación localizada de metronidazole   |
| Cervidil vaginal inset                  | Controlled therapeutics, UK; comercializado por Forest Pharmaceutical, (St. Louis, MO, EE.UU.)  | Oxido de polietileno y uretano                                  | Iniciación y/o continuación de la maduración cervical a término o cercano al término  | Producto contiene 10 mg de dinoprostona (PGE2) abd y exhibe razón de liberación in vivo de -0.3 mg h <sup>-1</sup>   |
| Moxaren™                                | CeNes Pharmaceuticals; comercializado por Schwartz Pharma (Monheim, Germany) and Amarin Corporation (London, UK) in UK and Eire, and Bioglan Pharma (Hitchin, UK) en el resto de Europa |   | Final de la etapa de dolor de cáncer  | Producto una vez diariamente de liberación lenta de morfina sulfato  |
| Smart Hidrogel™                         | MedLogic Global (Plymouth UK)   | Poli(acido acrílico) y poli (oxipropileno-co-oxietileno glicol) | Usado para el desarrollo de sistemas de liberación de drogas oftálmico, bucal, nasal, vaginal, transdermal, inyectable, implantable y pulmonar no-aerosol | Composición mucoadhesiva líquida que sufre transformación sol-gel a la temperatura corporal pueden ser moldeado para liberación de drogas sensible a estímulos |
| Aquamere™                               | Hydromer (Someville, NJ, EE.UU)   | Interpolímeros de PVP y copolímeros PVP injertados con uretano  | Liberación de drogas cuidado de la piel, tópico y oral  |  |
| Aquatix™ II                             | Hydromer  | Quitosan- PVP   | Gel adhesivo a la piel, apósito de quemaduras y heridas, implantes y matrices de liberación de drogas   |  |
| Hypan                                   |   |   |   |  |

|  |  |  |   |  |
|--|--|--|---|--|
|  | Hymedix International<br>(Dayton, NJ, EE.UU) | Derivados de<br>acrilato hidrofílico<br>con una única<br>estructura<br>multibloque | Usado en la<br>manufactura de<br>lentes de contacto<br>suaves y geles<br>húmedos para<br>heridas y apósitos |  |
|--|--|--|---|--|

Tabla 1. Productos comerciales basados en hidrogeles

(Fuente: Gupta P., Vermani K., Garg S., 2002)

#### 4.3.1. Principales reactivos para síntesis de hidrogeles

Los monómeros utilizados para preparar hidrogeles pueden dividirse en tres categorías (Novoa R., Diaz H., Katime I., 1995):

- Monómeros con sustituyentes laterales no ionizables, por ejemplo: N-metil acrilamida, N-vinil pirrolidona, metacrilato de 2-hidroxietilo, acrilamida.
- Monómeros con grupos funcionales ionizables, tales como ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido estirensulfónico, ácido vinilsulfónico, ácido itacónico, 2-vinilpiridina, etilenimina, monoitaconatos de ariloyalquilo.
- Monómeros cuyo grupo lateral consiste de dos grupos cargados y unidos a la cadena principal (sales internas o zwitteriones) como (N- (3-sulfopropil)-N-metacriloxietilN, N-dimetil amonio sulfobetaina)

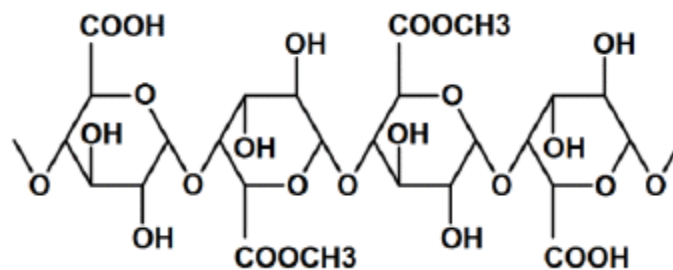
Dentro de los componentes comúnmente empleados en los hidrogeles se encuentran (Novoa R., Diaz H., Katime I., 1995):

- Entrecruzantes: dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de dietilenglicol, dimetacrilato de zhidroxitrimetileno, n,n metilenbisacrilamida.
- Monómero base: metacrilato de zhidroxietilo, acrilato de z-hidroxietilo, acrilamida, n-vínil-2-pirrolidona.

- Monómeros modificadores de propiedades: ácido acrílico, ácido metacrílico, metacrilato de glicilo, metacrilato de z-hidroxiopilo, ácido itacónico; itaconatos de metilo, etilo, propilbutilo; acrilato de butilo.
- Iniciadores: se pueden encontrar:
  - a. Por radicales: 2,2 azobisisobutironitrilo, peróxido de benzoílo, MEK peróxido.
  - b. Iniciadores iónicos: organometálicos (n-butillitio)
  - c. Radiación gamma
  - d. Por redox: persulfato potásico/ bisulfito de sodio

#### 4.4. PECTINA Y SUSTANCIAS PECTICAS

Las pectinas son un grupo de heteropolisacaridos vegetales cuya estructura básica está integrada por moléculas de ácido D-galacturónico, unidas por enlaces glucosídicos  $\alpha$ -D-(1,4), en las cuales algunos de los carboxilos pueden estar esterificados con metilos (ver estructura química de la pectina figura 5); es decir las pectinas son ácidos pectínicos con diferentes grados de esterificación y pueden contener 1000 o más unidades de ácido galacturónico (Badui S., 2006).



Zegada V. (2006). Estructura química de la pectina. [Figura 5]. Recuperado de [http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2518-44312015000100007](http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2518-44312015000100007)

Según la cantidad de grupos metoxilos, las pectinas se clasifican en:

- Pectinas de alto grado de metilación (ATM): más del 50% de los grupos ácidos están metilados.
- Pectinas de bajo grado de metilación (BTM): menos del 50% de los grupos ácidos están metilados.

Estos dos tipos de pectinas gelifican bajo condiciones completamente distintas. Las pectinas ATM gelifican en condiciones de bajo pH (cerca de 3) y alta concentración de sólidos solubles (65%). Este gel se forma por la interacción pectina-agua-azúcar-ácido.

Las pectinas BTM gelifican en presencia de iones divalentes (calcio), los cuales actúan como puente entre los grupos carboxilos de cadenas adyacentes. A diferencia de los geles con pectinas ATM, estos se pueden formar incluso en ausencia de sólidos solubles y a pH neutro (Rembado F., Sceni P., 2009).

La formación de geles fuertes se lleva a cabo cuando la pectina entra en solución acuosa, sus grupos carboxilo se disocian parcialmente para formar iones carboxilo con carga negativa (R-COO<sup>-</sup>) provocando así el aumento de la carga negativa de las moléculas y la recíproca repulsión entre ellas favoreciendo la disociación de la pectina (Grünauer C., 2009).

Gracias a la formación de geles la pectina constituye un ingrediente muy importante en la industria de los alimentos por su capacidad de formar geles, por esta razón se emplea en la fabricación de gelatinas, helados, mermeladas y otros alimentos, manufactura de fármacos y en la elaboración de plásticos (Devia, 2003).

#### **4.4.1. Propiedades fisicoquímicas**

##### **4.4.1.1. Solubilidad**

La pectina es parcialmente soluble en agua a 25°C, formando grumos viscosos, por lo cual para una dilución más rápida se adicionan sales amortiguadoras, azúcar o alcohol (Lippincott W., Wilkins R., 2000), la pectina también es soluble en formamida, dimetilformamida y glicerina caliente e insoluble en solventes orgánicos, soluciones de detergentes cuaternarios, polímeros, y proteínas (Cubero N., A. Monferrer A., Villalta J., 2002).

#### **4.4.1.2. Viscosidad**

La pectina en agua forma soluciones viscosas dependiendo de su peso molecular, grado de esterificación, pH y concentración electrolítica de la solución. Las soluciones de pectina completamente esterificadas no cambian apreciablemente su viscosidad al variar el pH, pero al disminuir el grado de esterificación la capacidad de formar geles se vuelve dependiente del pH. El calcio y otros iones polivalentes aumentan la viscosidad de las soluciones de pectinas y algunas pectinas de baja metilación pueden gelificar si la concentración de calcio supera un cierto límite (Cubero N., A. Monferrer A., Villalta J., 2002).

#### **4.4.1.3. Acidez**

El pH de las soluciones de pectina varía de 2.8 a 3.4 en función del grado de esterificación; sin embargo, las pectinas son neutras en su estado natural y como polielectrolitos tienen una constante de disociación aparente de  $0.1$  a  $10 \times 10^{-4}$  a 19°C (Ortuño A., 1999).

*Acción de agentes químicos, físicos y bioquímicos:*

- Acción de los ácidos: en medio ácido, las pectinas sufren primero desmetoxilación o desesterificación, aceleran la separación de los metoxilos, si su efecto continúa se afectan los

enlaces glicosídicos 1 – 4 y se pueden romper, y a un pH fuertemente ácido, temperaturas altas y tiempos largos, se presenta la decarboxilación con formación de CO<sub>2</sub> y furfural (McCreedy R., Owens H., 1944); posteriormente, hidrólisis de los enlaces glicosídicos y ruptura de la cadena o depolimerización, la cual predomina con el aumento de la temperatura (Piza J., 1984). Los ácidos solubilizan la protopectina, por esta razón se emplea un medio controlado en los procesos de extracción de la pectina.

- Acción de las bases: los medios alcalinos también actúan sobre los grupos éster metílicos; estos pueden ser eliminados a bajas temperaturas sin que ocurra necesariamente la despolimerización. Esta propiedad es aprovechada en la producción comercial de pectinas de bajo metoxilo (Piza J., 1984). La adición de hidróxido de sodio permite obtener primero las sales ácidas, luego los pectinatos neutros y después ocurre el fenómeno de desmetoxilación o sea rompimiento de los ésteres metílicos (McCreedy R., Owens H., et al., 1952).
- Acción de las enzimas: otra degradación importante sufrida por las pectinas durante el desarrollo, maduración, transporte y deterioro mecánico de las frutas, se da por acción de enzimas pectinolíticas presentes en todas las frutas y hortalizas (Prajash H., Bittendender H., O'Doherty D., sf.). Sobre las pectinas pueden actuar la pectinmetilesterasa (PME) y la poligaractunosa (PG). La primera ataca a los grupos carboxilo esterificados con metanol, liberando los grupos ácidos y el metanol, y la poligaractunosa ataca las uniones de las unidades de ácido galacturónicos disminuyendo el peso molecular, cambiando así todas las propiedades que dependen de éstas características. Las enzimas pectinolíticas son producidas por hongos y bacterias, para fabricar industrialmente pectinas con características especiales (Contresas J., Banda-Reyes L., Montañez J., 2003).

#### **4.4.2. Sustancias pépticas**

Las sustancias pépticas incluyendo la protopectina, ácido peptínico y ácido péptico son constituyentes importantes de los tejidos vegetales y se encuentran principalmente en la pared celular primaria. Se pueden agrupar en una de las tres categorías dependiendo del número de grupos metil éster unidos al polímero. La protopectina se encuentra en la fruta inmadura, es un polímero de ácido galacturónico no metilado, insoluble en agua, pero se puede convertir en pectina dispersable en agua por calentamiento, aunque no puede formar geles. El ácido peptínico es una forma metilada de ácido galacturónico que se forma a partir de la protopectina cuando la fruta madura. Los ácidos peptínicos de elevado peso molecular se conocen como pectinas y se dispersan en agua formando geles. El ácido peptínico es un derivado de cadena corta del ácido peptínico que se forma en frutas excesivamente maduras y es incapaz de formar geles (Vaclavik A., 2003). Las pectinas son polisacáridos que pueden ser extraídos por el agua, los agentes quelantes del calcio, y los ácidos diluidos (Guy Linden D., 1996).

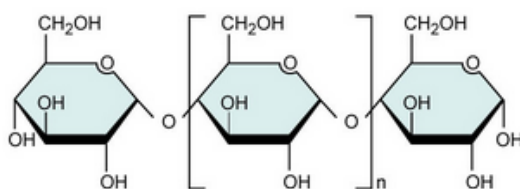
#### **4.5. ALMIDÓN**

El almidón es el principal hidrato de carbono de la alimentación humana, es la reserva nutricional en vegetales, se deposita en las células formando gránulos cuya forma y tamaño varían según el vegetal y origen. Está compuesto por dos glucanos diferentes amilosa y amilopectina. Ambos son polímeros de glucosa, pero difieren en su estructura y propiedades. Generalmente contiene alrededor del 20% de amilosa y el resto es amilopectina. (Blanco A., 2006).

La amilosa (ver estructura química figura 6) es esencialmente un polímero, en el cual las unidades de anhidro glucosas están presentes y unidas en mayor parte por enlaces glucosídicos  $\alpha$  (1-4) y un leve grado de ramificación en enlaces  $\alpha$  (1-6). (Tester et al., 2004). Este tipo de unión permite una

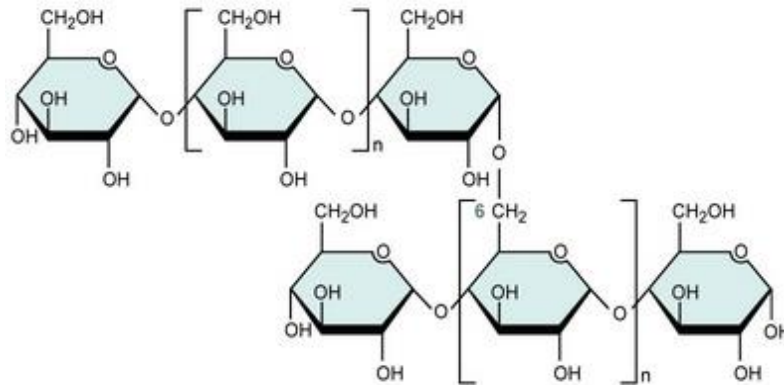


disposición helicoidal de la cadena enrollada alrededor de un eje central; los grupos hidróxidos de los monosacáridos se disponen hacia el exterior lo cual deja el interior de la hélice convertido en un ambiente hidrófobo. En agua las moléculas de amilosa tienden a asociarse y precipitar, razón por la cual no forman soluciones estables (Blanco A., 2006).



Gonzalez A., Raisman J. (2015). Estructura química de la amilosa. [Figura 6]. Recuperado de [https://online.science.psu.edu/chem005\\_wd/node/7882](https://online.science.psu.edu/chem005_wd/node/7882)

La amilopectina (ver estructura química figura 7) se diferencia de la amilosa en que contiene ramificaciones que le dan una forma molecular similar a la de un árbol; las ramas están unidas al tronco central (semejante a la amilosa) por enlaces  $\alpha$ -D-(1,6), localizadas cada 15-25 unidades lineales de glucosa. Su peso molecular es muy alto, ya que algunas fracciones llegan alcanzar hasta 200 millones de Daltones, aunque se han reportado pesos de entre 300000 y 500000 (Badui S., 2006). Cuando se calienta el almidón en agua la amilopectina forma soluciones de gran viscosidad. Los numerosos grupos hidroxilos en la superficie de la molécula atraen agua y se forma un gel estable (Blanco A., 2006).



Gonzalez A., Raisman J. (2015). Estructura química de la amilopectina. [Figura7]. Recuperado de [https://online.science.psu.edu/chem005\\_wd/node/7882](https://online.science.psu.edu/chem005_wd/node/7882)

#### 4.5.1. Propiedades fisicoquímicas

##### 4.5.1.1. Gelatinización

La gelatinización y la retrogradación son las dos principales reacciones a que se somete el almidón. El hecho de que una mezcla de almidón y sacarosa absorba menos agua que la calculada para el polímero refleja la interacción que existe y que hace que el almidón no desarrolle toda su capacidad de hidratación.

Algunas sales aceleran la velocidad de gelatinización, mientras otras la reducen. El almidón no tiene grupos ionizables como otros polímeros (carragenina, pectinas, proteínas, etc) y, por lo tanto, debería ser insensible a las sales y a los cambios de pH; sin embargo, se ve afectado cuando aniones como fosfatos, acetatos, cloruros, citratos, sulfatos, y tartratos, y cationes como sodio y calcio, se encuentran en concentraciones altas. (Badui S., 2006).

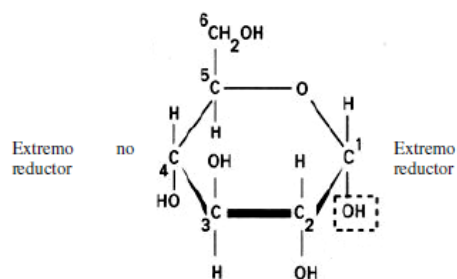
La gelatinización del almidón por calentamiento en medio acuoso es un fenómeno bien conocido, en este los gránulos pierden su semicristalinidad y se hinchan (Tian S., Rickard, J., Blanshard, J., 1991).

#### **4.5.1.2. Retrogradación**

Este fenómeno se define como la insolubilización y la precipitación espontánea, principalmente de las moléculas de amilosa, debido a que sus cadenas lineales se orientan de forma paralela y reaccionan entre sí por puentes de hidrogeno a través de sus múltiples hidroxilos; esto se lleva a cabo por diversas rutas, según la concentración y la temperatura del sistema (Badui S., 2006). La calorimetría y la difracción de rayos X se pueden utilizar para determinar la retrogradación debido a que hay un proceso de recristalización (Rodriguez E., et al., 2007).

#### **4.5.2. Reactividad química del almidón**

La reactividad del almidón está controlada principalmente por sus residuos de glucosa (ver proyección de Haworth de la glucosa figura 8) (Tomasik P., Schilling C., 2004). Las cadenas de amilosa contienen un grupo terminal  $-OH$  (C1) en el extremo reductor y un  $-OH$  (C4) en el extremo no reductor de la macromolécula. Así, cada residuo de glucosa de la amilosa posee dos grupos hidroxilo secundario, en los carbonos C2 y C3, y un grupo hidroxilo primario en el carbono C6 (Soto D., Oliva H., 2011)



Soto D., Oliva H. (2012). Proyección de Haworth de glucosa.

[Figura 8]. Recuperado de [http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0255-69522012000200002](http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522012000200002)

Bajo condiciones ácidas ocurre la ruptura aleatoria de enlaces, favoreciendo significativamente los enlaces terminales glucosídicos. La ruptura del enlace glucosídico (hidrólisis del almidón) incrementa el número de grupos  $-OH$  en C1, C4 y C6 (ver figura 8) libres, y conduce finalmente a la D-glucosa (Tomasik P., Schilling C., 2004).

La funcionalidad y propiedades del almidón (resistencia mecánica y la flexibilidad) relacionadas con el carácter de la región cristalina dependen de la relación entre la amilosa y la amilopectina, del grado de ramificación y de la distribución del peso molecular (Reis R., Cunha A., 2005).

#### 4.5.3. Evaluación de la microestructura del almidón

La evaluación de la microestructura se realiza mediante distintas técnicas que tratan de estimar el orden interno de los gránulos, a través de distintos parámetros o valores que son dependientes del ordenamiento molecular del almidón. Entre las técnicas más usadas se cuentan la calorimetría diferencial de barrido (DSC, por su nombre en inglés), que determina la temperatura a la cual suceden cambios de estado (cambio en orden interno) y el flujo de calor involucrado en dichos cambios (Chung H., Lim HS., Lim S., 2006); difracción de rayos X, la cual entrega espectros característicos (gráficas) para cada tipo de almidón en cuanto a su estructura interna (diferencias de fracción cristalina) (Farhat A., Blanshard M. Mitchell R., 2000); y el procesamiento y análisis

de imágenes (procesamiento y análisis computacional), con lo que se obtiene información numérica que describe cuantitativamente la forma de los gránulos, número, o cualquier otro parámetro extraíble de imágenes obtenidas por microscopía (Srikaeo K., Furst J. Ashton J. Hosken R., 2006).

#### **4.5.4. Aplicaciones industriales del almidón**

La aplicación del almidón como plástico biodegradable está restringida por su alta afinidad por el agua, su limitada procesabilidad y su baja solubilidad en los disolventes orgánicos comunes. Los almidones modificados física y químicamente, con propiedades mejoradas, son cada vez más importantes, no sólo por su bajo costo y numerosas aplicaciones industriales, sino principalmente por su biodegradabilidad. Un método efectivo para preparar hidrogeles a partir de polisacáridos, consiste en sintetizar redes híbridas entrecruzando las cadenas de polisacáridos con polímeros sintéticos (Soto D., Oliva H., 2011).

### **4.6. ÁCIDO POLIACRILICO**

El ácido poliacrílico se produce industrialmente por solución radical del monómero ácido acrílico en agua. La concentración del monómero es de 30%, ya que la polimerización es una reacción altamente exotérmica. Además, se prepara industrialmente por emulsión y polimerización por precipitación en benceno o a través de hidrólisis de sus derivados como ésteres, amidas y nitrilos. El ácido poliacrílico es soluble en agua, en particular en forma de sus sales (Schoen M., Schomäcker R., Bismarck A., 2004).

#### **4.6.1. Propiedades fisicoquímicas**

En aspecto y apariencia el ácido poliacrílico es higroscópico e incoloro. Por encima de 200 a 250 °C se descompone pasando a ser un polímero anhidro insoluble. Por encima de 350 ° C, se descomponen a dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e hidrocarburos (Schoen M., Schomäcker R., Bismarck A., 2004).

La solubilidad del ácido poliacrílico aumenta con la temperatura y la de las sales de los poliácidos depende en una manera compleja del valor de pH y los contraiones. Las sales alcalinas y de amonio son solubles en agua, ya que los cationes polivalentes forman en el agua geles hinchables. La viscosidad de las soluciones acuosas aumenta con la cantidad de polímero, a un valor constante (Krincheldorf R., Nuyken O., Swift G., 2005).

#### 4.6.2. Ácido acrílico

El ácido acrílico es el nombre común del ácido propenoico, es un líquido incoloro con olor acre, corrosivo, inflamable y de formula molecular (C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>COOH)<sub>n</sub> siendo uno de los ácidos carboxílicos monoinsaturados (Schoen M., Schomäcker R., Bismarck A., 2004).

En la tabla 2 se dan a conocer las propiedades fisicoquímicas.

| Propiedades                        | Ácido Acrílico |
|------------------------------------|----------------|
| Peso molecular (g/mol)             | 72.06          |
| Punto de fusión (°C)               | 13.5           |
| Punto de ebullición (°C) a 101 kPa | 141            |
| Vapor de presión (kPa) a 25°C      | 0.57           |
| Densidad (g/mL) a 25°C             | 1.045          |

|                                  |          |
|----------------------------------|----------|
| Calor de polimerización (kJ/mol) | 76.99    |
| Índice de refracción             | 1.4185   |
| Solubilidad en agua              | Miscible |

Tabla 2. Propiedades fisicoquímicas del ácido acrílico  
(Fuente: Krincheldorf R., Nuyken O., Swift G., 2005)

#### 4.6.2.1. Inestabilidad y peligro de reactividad

El ácido acrílico es estable cuando es almacenado y manejado bajo condiciones recomendadas. El ácido acrílico disponible comercialmente es estabilizado (inhibido) con éter monometil hidroquinona (MEHQ) que prolonga el tiempo de vida, ejemplo, el tiempo antes que ocurra polimerización espontánea. De cualquier manera, el tiempo de vida es reducido exponencialmente con el aumento de temperatura. Por esto, la exposición a altas temperaturas debe ser evitada. La polimerización del ácido acrílico puede ser muy violenta, desarrollando temperaturas y presiones considerables lanzando vapor caliente, en consecuencia, los polímeros pueden autoinflamarse. El peligro de explosión existe debido al aumento extremadamente rápido de presión. (BASF Corporation, sf.).

La presencia de oxígeno disuelto es necesaria para que el MEHQ pueda funcionar apropiadamente (Levy B., 1985), por esto el ácido acrílico nunca debe ser manejado o almacenado sobre una atmósfera libre de oxígeno.

#### 4.6.2.2. Hidrogeles de ácido acrílico

- ✓ Hidrogeles obtenidos a partir de acrilamida, ácido maleico, ácido acrílico y monoitaconato de octilo: síntesis, capacidad absorbente y variaciones de pH en soluciones de sulfato de cobre. (Rojas B., Ramírez M., et al., 2007).

Se sintetizaron los hidrogeles con los siguientes reactivos:

Acrilamida y ácido maleico.

Acido acrílico y ácido maleico.

Acido acrílico y octilester de ácido 2 metilenbutanodioico.

Persulfato de amonio como iniciador (concentración constante de 0,5% para todas las composiciones).

N, N' metilenbisacrilamida como agente entrecruzante (1-3% con respecto a la cantidad total de monómeros).

Agua destilada como disolvente.

#### *Procedimiento de síntesis de hidrogeles*

Los monómeros y el agente entrecruzante se disolvieron en agua destilada, dentro de un tubo de ensayo. Se agregó el iniciador agitando hasta total disolución y se colocó el tubo de ensayo en un baño de aceite a 60°C, donde permaneció por 7 horas hasta la formación de los geles. Finalizada la polimerización, el gel se extrajo del tubo de ensayo, se lavó con agua destilada y se cortó en forma de pastillas, las cuales se secaron a temperatura ambiente hasta que alcanzaron masa constante.

#### *Pruebas fisicoquímicas*

Caracterización del grado de hinchamiento (temperatura constante 25 y 37°C): se pesaron 0,10 g del xerogel (pastilla) en un vaso de precipitado que contenía 50 mL de agua destilada; a intervalos constantes de tiempo se extrajo la pastilla, se secó cuidadosamente su superficie con papel de filtro, se pesó y se volvió a colocar en el agua. Este proceso se repitió, sucesivamente, hasta que el hidrogel alcanzó el equilibrio



Absorción de iones cobre: se pesaron 0,10 g del xerogel (pastilla) en un vaso de precipitado que contenía 50 mL de una solución de sulfato de cobre preparada a 63,52 ppm, durante 20 horas, con agitación constante. Transcurrido el tiempo de agitación, se extrajo la pastilla de hidrogel y se midió la cantidad de iones cobre antes y después de colocar el hidrogel en la solución. La cantidad de iones cobre absorbidos fue determinada por espectroscopia de emisión a una longitud de onda de 213,598 nm, bajo una atmósfera de argón.

#### *Conclusiones de los autores*

Los polímeros hidrogeles de poli (acrilamida-co-ácido maleico), poli (ácido acrílico-co-ácido maleico) y poli (ácido acrílico-co-monoitaconato de octilo) presentaron un comportamiento similar durante el hinchamiento en agua, aumentando rápidamente su masa y volumen en los primeros momentos y manteniendo estos parámetros constantes a medida que se alcanza el equilibrio.

El grado de hinchamiento, o contenido de agua en el equilibrio, aumentó en forma creciente en los copolímeros al incrementar el contenido de ácido maleico. Un efecto contrario se encontró al aumentar la proporción del comonomero octiléster del ácido 2-metilenbutanodioico (MI-8). Además, al incrementar el porcentaje de agente entrecruzante, todos los hidrogeles exhiben una marcada reducción del hinchamiento en agua.

Una de las variables más importante que influye en la absorción de los iones cobre resultó ser la cantidad de agente entrecruzante. La absorción de iones cobre es mayor cuando se emplea un bajo porcentaje de agente entrecruzante. Además, a medida que se aumentó el contenido de ácido maleico en el hidrogel, este pareció capturar más cationes cobre.

Finalmente, los hidrogeles de poli (acrilamida-co-ácido maleico) demostraron ser termo hinchables ya que exhibieron un aumento en la absorción de agua al incrementarse la temperatura.

- ✓ Hidrogeles de acrilamida/ácido acrílico y de acrilamida/poli (ácido acrílico): estudio de su capacidad de remediación en efluentes industriales. (Rojas B., Ramírez M., et al., 2009).

Se sintetizaron los hidrogeles con los siguientes reactivos:

Persulfato de amonio, N,N'-metilenbisacrilamida (MBAAm), acrilamida y poli(ácido acrílico) (AAM/PAAC), variando la relación de alimentación de la acrilamida.

#### *Pruebas fisicoquímicas*

Se realizaron estudios de absorción de agua pura y en soluciones acuosas de sales metálicas de sulfato de cobre pentahidratado, sulfato de níquel hexahidratado y sulfato de magnesio hexahidratado, a concentraciones de 63 ppm para cobre y níquel y 103 ppm para el magnesio.

Se comprobó la incorporación efectiva de la AAm y del PAAC en la red a partir de la caracterización de los geles por FT-IR. Además, se sintetizaron y caracterizaron hidrogeles de poli (acrilamida-co-ácido acrílico) (AAM/AAC) a fin de compararlos con las redes semiinterpenetradas (semi-IPNs).

Se evaluaron las propiedades de absorción de los hidrogeles con las aguas residuales de la planta ensambladora de una empresa automotriz local, las cuales contenían gran cantidad de cationes.

#### *Conclusiones de los autores*

Los hidrogeles de AAM/PAAC en proporción 60/40 (1 ó 2%), demostraron tener las mejores propiedades de absorción en agua, en las soluciones metálicas y en el agua residual. El parámetro cinético de absorción  $k$  se modificó ligeramente con la variación en la relación de alimentación de la acrilamida y del agente entrecruzante, mientras que el valor de contenido de agua en el equilibrio  $w_{\infty}$  si presentó cambios apreciables.

Todos los hidrogeles de AAM/PAAC, en contacto con las aguas residuales, mostraron evidencias de una eficiente captación de metales, notándose una afinidad sobresaliente con el catión de  $Mg^{2+}$ .

Se puede concluir que en el sistema AAm/PAAc la absorción de los iones metálicos viene determinada por la concentración inicial de alimentación durante la síntesis de PAAc y el tipo de metal, siendo estos hidrogeles altamente selectivos.

Los hidrogeles sintetizados en proporción 60/40, AAm/PAAc, presentaron las mejores propiedades de absorción, tanto en agua como en soluciones metálicas ( $Mg^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ).

Los parámetros cinéticos arrojaron que la acrilamida favorece la rapidez de absorción ( $k$ ), mientras que la presencia del PAAc en el hidrogel, incrementa el contenido de agua en el equilibrio ( $w_{\infty}$ ).

Los hidrogeles de AAm/PAAc se sumergieron en muestras de aguas tomadas de una empresa automotriz, ubicada en la ciudad de Cumaná (estado Sucre, Venezuela). Los resultados obtenidos arrojaron evidencias de una eficiente captación de iones metálicos por parte de los polímeros, en especial de  $Mg^{2+}$ .

#### **4.7. BIODEGRADABILIDAD DE POLIMEROS**

La biodegradabilidad trata de procesos que describen la mineralización de las estructuras orgánicas por medio de microorganismos. Estos microorganismos convierten biomateriales como los bioplásticos en dióxido de carbono, metano, agua y biomasa (Rodríguez A., 2012).

Los procesos de biodegradación comprenden dos categorías: biodegradación primaria y secundaria o mineralización. Durante la biodegradación primaria se producen discretas alteraciones estructurales en la molécula original, lo que hace que esta pierda sus propiedades fisicoquímicas. Durante la degradación secundaria o total, la sustancia química es metabolizada por los microorganismos como fuente de carbono y energía, siendo completamente transformada en compuestos inorgánicos. La descomposición puede llevarse a cabo en presencia de oxígeno (aeróbica) o en su ausencia (anaeróbica) (Rodríguez A., 2012).

Para seleccionar un polímero como material biodegradable debe tenerse en cuenta tanto las propiedades mecánicas como el tiempo de degradación necesario para una aplicación en particular (Ruiz G., 2005). Entre los factores que influyen en la velocidad de degradación se encuentran: las condiciones del medio (temperatura, humedad, pH), características de polímero, y características de los microorganismos (variedad, fuente, actividad).

#### **4.7.1. Polímeros biodegradables**

La primera generación de polímeros biodegradables se desarrolló en los años ochenta del siglo XX con poliolefinas con almidón como aditivo, el cual hacía que el artículo se fragmentara en pequeños pedazos en un ambiente biodegradable. Estos materiales biodegradables no fueron aceptados y en 1990 los productores se vieron forzados a retirarlos del mercado (Bohlmann G., YukaY., 2000).

La segunda generación de polímeros totalmente biodegradables ha sido recientemente introducida en el mercado, sin embargo, su costo es mayor que el de los polímeros tradicionalmente utilizados, por ejemplo, en la fabricación de empaques. La industria ha estado trabajando en disminuir los costos incrementando la capacidad de producción y mejorando la tecnología de los procesos. Algunos polímeros biodegradables de esta generación son (Armellin E., 2002):

- Polilácticos
  
- Polihidroxyalcanoatos
  
- Policaprolactonas
  
- Polímeros basados en almidón

“En 1976 autores como Otey F., Westhoff R., y Russell C. descubren que mezclando el almidón con etilen- ácido acrílico (EAA), se obtenían plásticos con mejor resistencia al agua y mejores propiedades mecánicas. (Otey et al, 1997). En 1979, patenta el uso de EAA en la elaboración de plásticos biodegradables a base de almidón. (Otey y westhoff, 1979;1982)” (Katiushka A., 1996).

#### **4.7.2. Requerimientos energéticos de los microorganismos**

Los requerimientos energéticos son los nutrientes del medio de cultivo que necesitan los microorganismos para su crecimiento (Granados R., Villaverde M., 1997). Como fuentes de energía en un medio de cultivo se encuentran (Luna J., 2012):

- Fuente de hidrogeno: generalmente esta fuente de hidrogeno es un azúcar que funciona a la vez como fuente de carbono.
- Aceptores de hidrogeno: son indispensables para aquellos microorganismos que no ocupan el oxígeno en la respiración y para aquellos microorganismos fermentadores que no utilizan sus propios metabolitos como aceptores de hidrógeno.
- Fuente de nitrógeno: es esencial para todos los microorganismos. Algunos lo requieren como compuesto orgánico y otros pueden utilizar compuestos inorgánicos. Un pequeño grupo puede utilizar el nitrógeno atmosférico, por ejemplo, *Azobacter*.
- Sales minerales: aportan elementos tales como azufre, fosforo y algunos activadores enzimáticos presentes en las coenzimas de los citocromos y en las peroxidasas (oligoelementos). Todos los microorganismos necesitan aporte de sales minerales para su desarrollo.
- Factores de crecimiento: son compuestos orgánicos (aminoácidos y bases nitrogenadas) que una célula debe tener para su crecimiento, pero que ella misma no es capaz de sintetizar.

- Fuentes de carbono: existen muchos tipos de fuentes de carbono, ya que esto está ligado al metabolismo energético de la especie microbial. Por ejemplo, algunas bacterias son capaces de utilizar sustancias muy sencillas como ácido acético, alcohol, citrato sódico, etc. En otras ocasiones, la mayor parte de los casos, la fuente de carbono corresponde a azúcares en forma de mono o disacáridos, como glucosa, lactosa, maltosa, etc., incluso hay microorganismos que pueden utilizar azúcares más complejos para obtener energía, como es el caso del almidón. En general conocer el tipo de azúcar utilizado por cada bacteria es muy útil para su identificación bioquímica y consiguiente clasificación taxonómica (Granados R., Villaverde M., 1997.)

## 5. METODOLOGIA

Para el cumplimiento de los objetivos indicados se propone la siguiente metodología:

### 5.1. EXTRACCIÓN DE ALMIDÓN Y PECTINA DE LOS RESIDUOS DE LAS CASCARAS DE PLÁTANO VERDE.

#### 5.1.1. Extracción del almidón

Se utiliza la metodología propuesta por Bello Pérez (1999): “los frutos se pelan y cortan en cubos de 5 a 6 cm, se somete a lavado con una solución de sulfito de sodio seguido de maceración en una licuadora por 2 min a baja velocidad; el homogenizado se pasa a través de mallas 50 y 100  $\mu\text{m}$  hasta que el agua de lavado quede completamente limpia; el macerado se centrifuga a altas rpm durante 30 min, El almidón obtenido se seca en un horno de convección a 45°C por 48 h, para posteriormente molerlo en un mortero hasta malla 100 y se almacena a temperatura ambiente”. Ver figura 9 en resultados y discusión.

#### 5.1.2. Caracterización fisicoquímica del almidón obtenido

- Índice de absorción de agua, índice de solubilidad de agua, y poder de hinchamiento: (Anderson et al., 1969). Ver anexo figura 40.
- % Acidez: se determinó como porcentaje de ácido sulfúrico, según el método adaptado 942.05/90 de la A.O.A.C. Ver anexo figura 41.
- % Cenizas: (AOAC 942.05, 2000). Ver anexo figura 42.
- % Grasa: (AOAC 991.42-1998). Modificación del método estándar Soxhelt, al realizar la determinación con el Extractor de grasa cruda Velp Scientifica SER 148/6.
- % Humedad: (ISO 6496, 1999). Ver anexo figura 43.
- % Fibra cruda: (AOAC 962.09-1990). Determinación realizada en Extractor de fibra cruda

Velp Scientifica FIWE 6.

- pH: (potenciometría)
- Caracterización espectroscópica: (Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR). Equipo Perkin Elmer Spectrum Two – Rango de longitud de onda 8,300 – 350 cm<sup>-1</sup>)

## **5.2. EXTRACCIÓN DE LA PECTINA**

Tras el lavado de la cascara, el agua excedente del material se escurre y se procede a triturar en una licuadora, se coloca en un colador para lavarlo con agua destilada y seguidamente, se transfiere a una tela de liencillo donde se presiona para extraer la mayor cantidad de agua y luego se somete a un proceso de secado, pulverizado y envasado (Vasquez R., Ruesga L., Páez G., Marín M., 2008).

Es de gran importancia la inactivación de las enzimas pectinesterasas en el proceso de calentamiento de las cascara molidas ya que inducen la formación de metanol en la hidrólisis de grupos éster metílicos. Esto se logró mediante una temperatura de 95 a 98 °C durante 30 minutos.

### **5.2.1. Caracterización fisicoquímica de la pectina**

- % Humedad: (NTC-512). Ver anexo figura 44.
- % Cenizas: (NTC 518). Ver anexo figura 45.
- Peso equivalente y acidez libre: (Grunauer C., Cornejo F., 2009). Ver anexo figura 46.
- % Metoxilo, ácido galacturónico y grado de esterificación: (Royo, 1980). Ver anexo figura 47.
- pH: (potenciometría)
- Caracterización espectroscópica: (Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier



(FTIR). Equipo Perkin Elmer Spectrum Two – Rango de longitud de onda 8,300 – 350  $\text{cm}^{-1}$

### 5.3. OBTENCIÓN DE HIDROGELES POR COPOLIMERIZACIÓN DE ÁCIDO POLIACRÍLICO CON PECTINA Y ALMIDÓN

#### 5.3.1. Determinación de variables

- Selección de concentraciones de biopolímeros y ácido acrílico.
- Selección de temperaturas de trabajo considerando la temperatura de descomposición de cada reactivo.
- Establecimiento del tiempo de copolimerización en función los biopolímeros y el ácido acrílico.

#### 5.3.2. Obtención del hidrogel

De acuerdo a los ensayos preliminares evidenciados en resultados y discusión se establece el diagrama ilustrado en la figura 9, utilizando los reactivos especificados en la tabla 3.

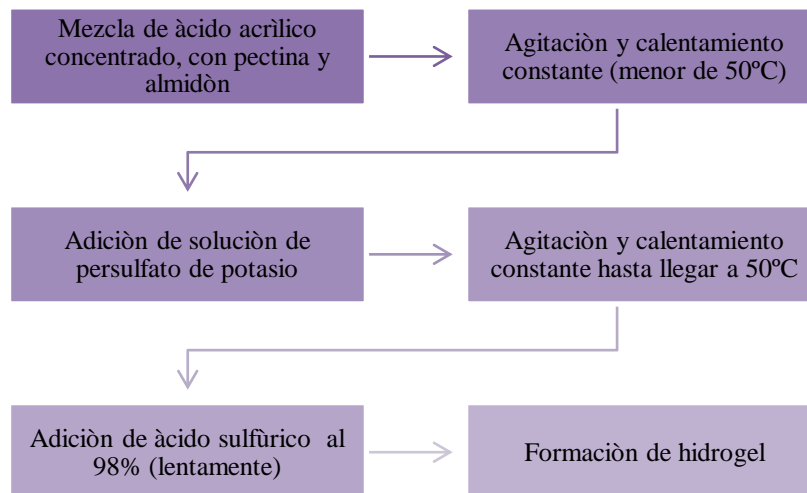


Figura 9. Diagrama de flujo del proceso de obtención del hidrogel

| Reactivos                              | Estructuras |
|--|-------------|
| Persulfato de potasio<br>(Catalizador) |             |
| Poli(ácido acrílico)                   |             |
| Almidón                                |             |
| Pectina                                |             |

Tabla 3. Reactivos utilizados para la copolimerización de hidrogel

Para la caracterización fisicoquímica del hidrogel obtenido se consideraron las siguientes pruebas: retención de agua, material soluble, pH, índice de refracción.

### 5.3.3. Caracterización fisicoquímica del hidrogel

- pH: (potenciometría)
- Aspecto y color
- % Humedad: (NTC-512). Ver anexo figura 48.
- Retención de líquidos
- Sensibilidad a disolventes

### 5.3.4. Caracterización espectroscópica del hidrogel

Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR). Equipo FT-IR Nicolet 380 – Rango de longitud de onda 8,300 – 350 cm<sup>-1</sup>. Su metodología fue la siguiente: un haz colimado,

proveniente de una fuente que emite en toda la región infrarroja, incide sobre un divisor de haz. El haz incidente se divide en dos haces perpendiculares de igual energía, uno de los cuales incide sobre el espejo móvil y el otro sobre el espejo fijo. Los haces son reflejados por ambos espejos y se recombinan al llegar al divisor de haz. Esto da lugar a una interferencia, la cual puede ser constructiva o destructiva dependiendo de la posición relativa del espejo móvil con respecto del espejo fijo. El haz resultante pasa a través de la muestra, en donde sucede una absorción selectiva de longitudes de onda y, finalmente, llega al detector.

### **5.3.5. Análisis termogravimétrico TGA**

Se toma como referencia la metodología ASTM E473-11, ASTM E1131-08 S, ASTM E1142-11. Equipo NETZSCH TG 209 F1.

### **5.3.6. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

Se toma como referencia la metodología ASTM D3418 – 15. Equipo NETZSCH DSC 214.

### **5.3.7. Propiedades mecánicas del hidrogel**

Se realizó la determinación de Fuerza de fractura utilizando muestras de hidrogel en forma de probetas de 3x3 cm en el equipo Chatillon TCD 200 (capacidad de 200 lb/F y velocidad 0,5 a 12,5 pulgada/minuto).

### **5.3.8. Pruebas de biodegradabilidad del hidrogel**

En la figura 10 se da a conocer la metodología utilizada en la comprobación de biodegradabilidad del hidrogel.

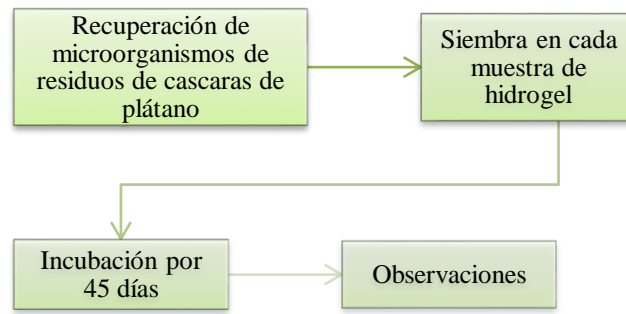


Figura 10. Diagrama de flujo del proceso de comprobación de biodegradabilidad del hidrogel.

## 6. RESULTADOS Y DISCUSION

### 6.1. Extracción de almidón y pectina de los residuos de las cascaras de plátano verde.

#### 6.1.1. Extracción del almidón

Se modifica la metodología propuesta por Bello L. (1999), realizando molienda de cascaras de plátano en un molino de maíz manual como se indica en la figura 11.

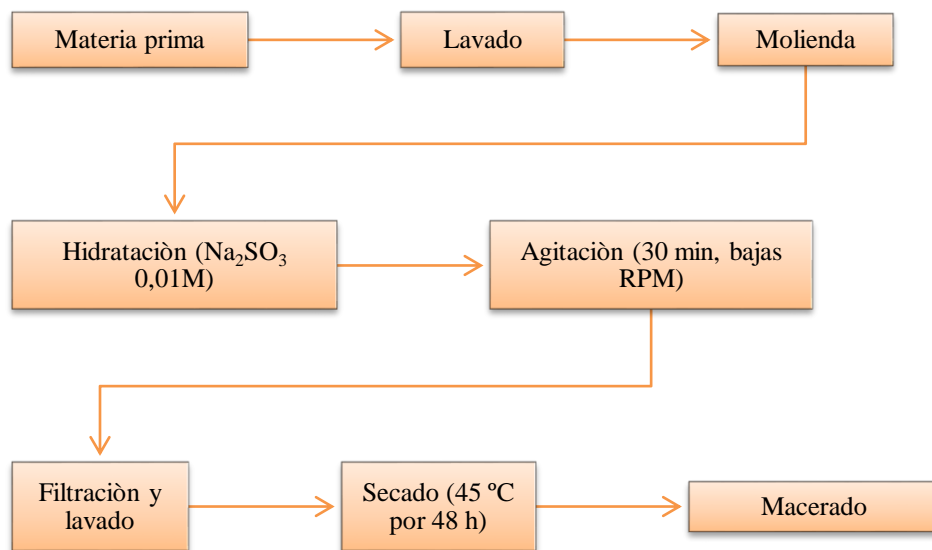


Figura 11. Diagrama de flujo del proceso de extracción del almidón.

A continuación, se presenta el porcentaje de almidón recuperado (ecuación 1):

$$\% \text{ Almidón recuperado} = \frac{\text{Peso del almidón seco (g)}}{\text{Peso de materia prima molida (g)}} * 100$$

$$\% \text{ Almidón recuperado} = \frac{57.41 \text{ g}}{306.32} * 100 = 18.74 \%$$

(Ecuación 1)



Figura 12. Muestra de almidón secado a 45°C



Figura 13. Muestra de almidón macerado como producto final

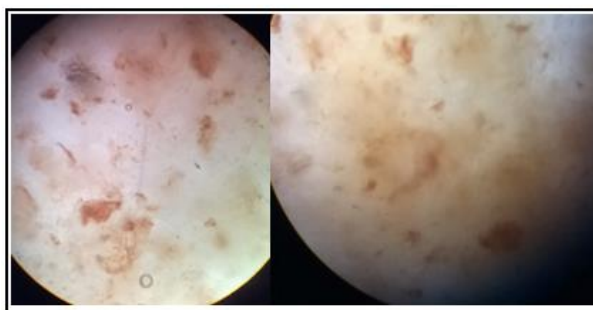


Figura 14. Granulos de almidón irregulares esferoides y alargados, superficie lisa.  
Microscopio ZEISS KF2 , lente objetivo 10X en seco.  
Diametros comprendidos entre 1-100 um um

En la figura 12 se visualiza la muestra de almidón obtenido del proceso de secado; la figura 13 evidencia almidón seco y macerado que será caracterizado y posteriormente utilizado en la preparación del hidrogel; en la figura 14 se muestran gránulos de almidón observados de la muestra

seca y macerada, en la cual se identifica la morfología de los amiloplastos.

### 6.1.2. Cuantificación de almidón

En la tabla 4 se presentan las lecturas obtenidas en espectrofotómetro UV-VIS de las soluciones preparadas con patrón de almidón marca Merck y la muestra obtenida del plátano verde. En la figura 15 se evidencia la curva de calibración realizada con los datos de las lecturas obtenidas.

|         | Absorbancia (AU) | Patrón (0,1g/1000 ml) |
|---------|------------------|-----------------------|
| 1       | 0,007            | 0,1                   |
| 2       | 0,01             | 0,2                   |
| 3       | 0,018            | 0,3                   |
| 4       | 0,025            | 0,4                   |
| 5       | 0,03             | 0,5                   |
| 6       | 0,039            | 0,6                   |
| Blanco  | 0,001            | 0,9                   |
| Muestra | 0,078            | 1,2                   |

Tabla 4. Lecturas obtenidas a 490 nm, en espectrofotómetro UV-VIS Genesys 10S. Método colorimétrico fenol-sulfúrico

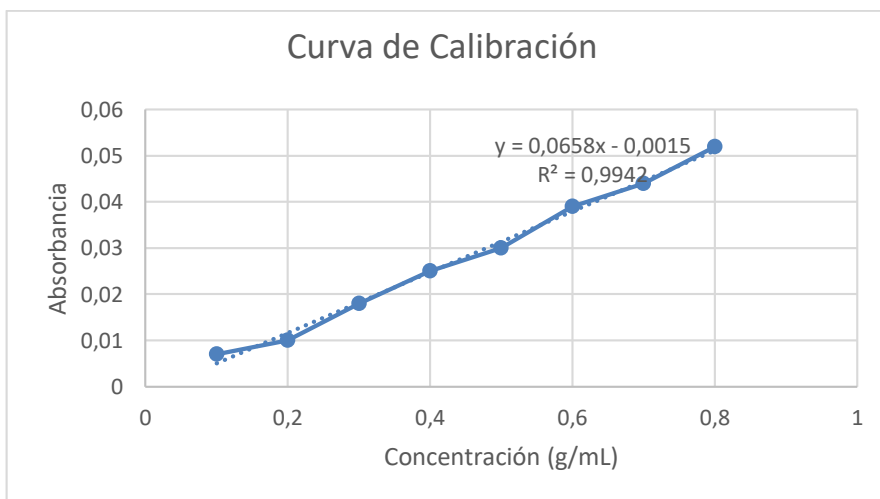


Figura 15. Curva de calibración utilizando reactivo patrón de almidón soluble marca Merck vs almidón obtenido de cascara de plátano.

$$\text{ppm} = \frac{0.078 + 0.0015}{0.0658} = 1.20 * 100 = 120.82 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ en peso} = 10000\text{ppm} = \frac{120.82}{10000} = 0.0120 \% \text{ p/p}$$

(Ecuación 2)

El resultado de cuantificación de almidón por medio del método fenol – sulfúrico (ecuación 2) mostro un valor estimado de la posible cantidad de almidón que se encontraba en la muestra, ya que el método es aplicado para la determinación de carbohidratos totales, equivalente al 0.0120 % p/p, resultado que se encuentra por debajo del rango de 0,1-2 como lo especifican fuentes bibliográficas por ejemplo para el almidón de yuca (Badui S., 2006).

### 6.1.3. Caracterización fisicoquímica del almidón

Los resultados de los parámetros fisicoquímicos realizados a la muestra de almidón obtenido se observan en la tabla 5.

| Numero de Ensayos   | Indice de absorcion de agua | Indice de solubilidad de agua | Poder de hinchamiento | Acidez (%) | Cenizas (%) | Grasa (%) | Humedad (%) | Fibra cruda (%) |
|---------------------|-----------------------------|-------------------------------|-----------------------|------------|-------------|-----------|-------------|-----------------|
| 1                   | 11,079                      | 8,88                          | 12,162                | 0,0067     | 0,59        | 0,0037    | 61,61       | 0,387           |
| 2                   | 11,083                      | 8,89                          | 12,164                | 0,0064     | 0,55        | 0,0036    | 61,68       | 0,364           |
| 3                   | 11,081                      | 8,88                          | 12,159                | 0,0065     | 0,54        | 0,0037    | 61,59       | 0,346           |
| Promedio            | 11,081                      | 8,883                         | 12,162                | 0,0065     | 0,56        | 0,00365   | 61,63       | 0,366           |
| Desviación estándar | 0,0020                      | 0,0058                        | 0,0025                | 0,0002     | 0,0265      | 0,00002   | 0,0473      | 0,0206          |
| Varianza            | 4,00E-06                    | 3,33E-05                      | 6,33E-06              | 2,33E-08   | 7,00E-04    | 2,33E-10  | 2,23E-03    | 4,22E-04        |

Tabla 5. Parámetros fisicoquímicos determinados en almidón de plátano. (Ver en anexos Tabla 17 datos estadísticos utilizando ANOVA)

Según la guía técnica de la FAO 2007 para producción y análisis de almidón de yuca, se establecen algunos valores de referencia sobre el almidón:

Índice de absorción: 0,82 g – 15,52 g



Índice de solubilidad en agua: 0,27 – 12,32

Poder de hinchamiento: 0,79 -15,45

Al comparar estos datos con los resultados experimentales para el almidón de plátano se evidencia que estos se encuentran entre los valores de referencia citados y además muestran una buena calidad del mismo, ya que bajos valores de poder de hinchamiento y absorción producen pastas delgadas y de poca estabilidad al enfriarse (Aristizabal J., Sanchèz T., 2007).

El porcentaje de grasa y acidez del almidón de plátano fue bajo en comparación a información bibliográfica de almidón de ñame blanco (%acidez 0,0030- %grasa 0,02), papa (%grasa 0,05), yuca (%grasa 0,20) etc.

El pH del almidón se midió en una solución al 1% p/v, el cual dio como resultado 6.7, valor muy similar al de almidones obtenidos de otras especies vegetales.

El porcentaje de almidón fue alto respecto a valores indicados en referencias bibliográficas de almidones de otras especies, que presentan valores del 11% al 19%.

El porcentaje de cenizas obtenido de 0,56% es comparable a valores indicados en referencias bibliográficas del 0,40% al 0,61% para almidones de papa y de plátano (*Musa Sapientum*).

El porcentaje de fibra de 0,36% del almidón obtenido da un valor similar al referenciado en fuentes bibliográficas del almidón de Makal de 0,35%.

Los valores anteriores correspondientes a los resultados de los parámetros fisicoquímicos se compararon con información de otros almidones ya que no se encuentra información específica de resultados de caracterización del almidón de plátano (*Musa Paradisiaca L.*)

Espectro infrarrojo:

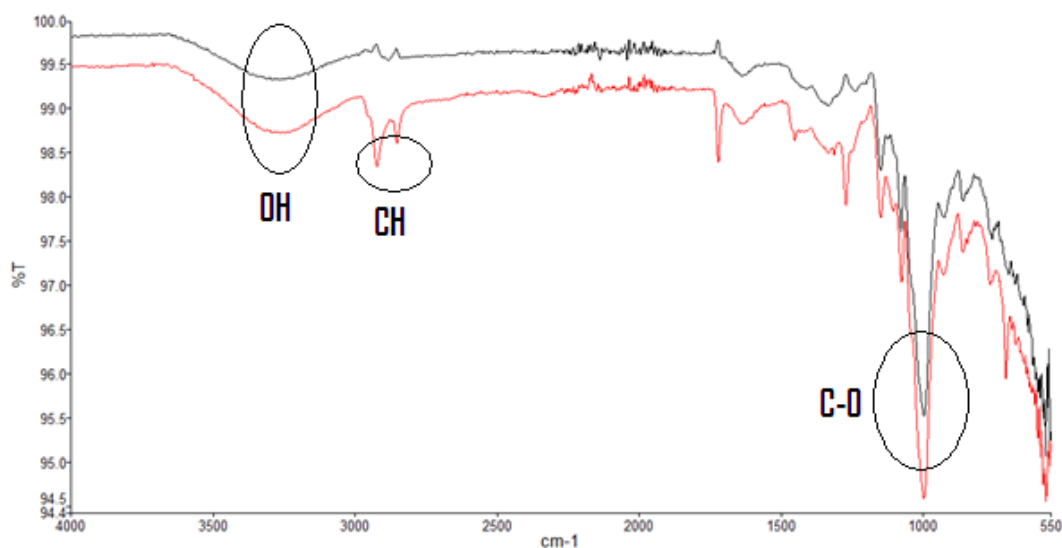


Figura 16. Espectro IR muestra de almidón vs patrón de almidón soluble marca Merck (Almidón obtenido representado de color rojo, patrón de color negro). Equipo Perkin Elmer Spectrum Two – Rango de longitud de onda 8,300 – 350  $\text{cm}^{-1}$

El espectro infrarrojo del almidón obtenido en gel (figura 16), evidencia la presencia de los grupos funcionales característicos del almidón comercial; entre los 3300-3500  $\text{cm}^{-1}$  se encuentra la banda correspondiente a los  $-\text{OH}$ , entre 2900-3000  $\text{cm}^{-1}$  el grupo CH, entre los 1700-1800  $\text{cm}^{-1}$ , y entre los 1000-1200  $\text{cm}^{-1}$  el grupo C-O.

#### 6.1.4. Extracción de pectina

En la figura 17 se observa un diagrama de flujo del proceso de extracción de la pectina en gel. Se modificó la metodología propuesta por Vasquez R., Ruesga L., Páez G., Marín M., (2008). (2008), realizando molienda de cáscaras de plátano en un molino de maíz (manual) con el propósito de optimizar el proceso, con esto se logró aumentar la cantidad de materia prima y su rendimiento en la extracción de la pectina; igualmente a su vez esto influyó en la operación de licuado de la cascara en comparación con la molienda trabajada en otras metodologías.

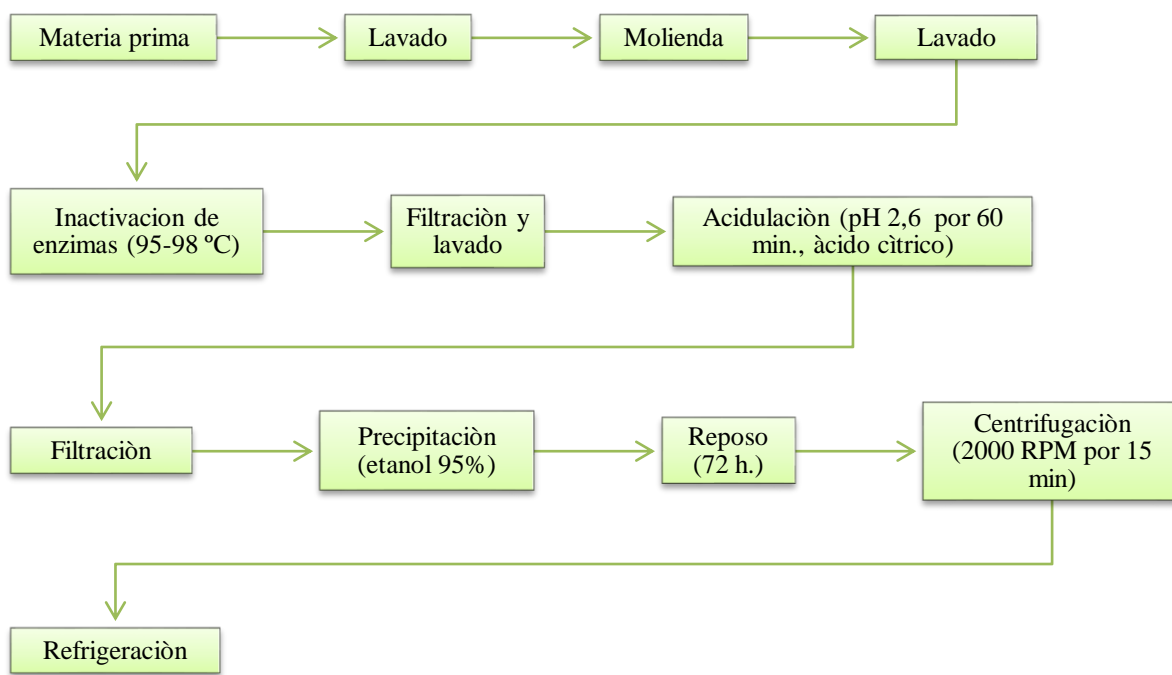


Figura 17. Diagrama de flujo del proceso de extracción de pectina en gel.

En la tabla 6 se observan los resultados de la cantidad de pectina en gel obtenida respecto a la cantidad de cascara de plátano molida, utilizando dos condiciones de extracción, de los cuales el pH y el tiempo de hidrólisis acida se modificó.

| Condiciones de extracción | Tiempo de Inactivación de enzimas pépticas (min) | Temperatura de inactivación (°C) | Tiempo de Hidrólisis acida (min) | Ácido /PH       | Temperatura de extracción (°C) | Etanol 96% filtrado | Cantidad cascara de plátano molida (g) | Cantidad pectina en gel obtenida (g) |
|---------------------------|--|----------------------------------|----------------------------------|-----------------|--------------------------------|---------------------|--|--------------------------------------|
| A                         | 30   | 95-98                            | 45                               | Ac. Cítrico/3,1 | 85                             | 80% filtrado        | 350,25                                 | 15                                   |
| B(1)                      | 30   | 95-98                            | 60                               | Ac. Cítrico/2,6 | 85                             | 80% filtrado        | 370                                    | 21,3                                 |
| B(2)                      | 30   | 95-98                            | 60                               | Ac. Cítrico/2,6 | 85                             | 80% filtrado        | 184,97                                 | 11,16                                |

Tabla 6. Condiciones de extracción de pectina en gel

Para determinar el porcentaje de pectina en gel (ecuación 3) se realiza la sumatoria de la cantidad

total de cascara de plátano molida utilizada en las dos condiciones de extracción, así como la cantidad de pectina obtenida en cada condición.

$$\% \text{ Pectina} = \frac{\text{Peso de pectina en gel (g)}}{\text{Peso de materia prima molida (g)}} * 100$$

$$\% \text{ Pectina} = \frac{47.46 \text{ g}}{905.22} * 100 = 5.24 \%$$

(Ecuación 3)

Como se observa en la tabla 6 a partir de la segunda extracción se disminuye el pH y se aumenta el tiempo de hidrólisis acida para mejorar el rendimiento de la cantidad en gel obtenida. Por lo tanto, el rango de trabajo ideal es pH entre 2 y 3.5.



Figura 18. Muestra de pectina precipitada con etanol al 95%

El etanol actúa como agente deshidratante, ya que permite la formación de una suspensión gelatinosa, que volverá a ser soluble en agua, en la figura 18 se observa la formación de pectina suspendida en el etanol.

El tiempo de precipitación de la pectina con etanol respecto a procedimientos descritos por Suarez D., Orozco D., (2014) y Grünauer C., (2009), se modificó ya que se dejó 72 horas en reposo. El incremento de tiempo aumento la cantidad de pectina obtenida. En la figura 19 se observa la

muestra de pectina en gel obtenida del proceso de centrifugado, al que se sometió la muestra indicada en la figura 16.



Figura 19. Muestra de pectina en gel obtenida al realizar el centrifugado

Aunque se hizo el método fenol- sulfúrico para cuantificar la cantidad de pectina obtenida en gel, la muestra dio un valor fuera de rango, posiblemente porque se obtuvo una cantidad más baja que la esperada para el rango de trabajo de la prueba. En la literatura se encuentra que la extracción de pectina seca presenta rendimientos cercanos a 17.4 %p/p.

### 6.1.5. Caracterización fisicoquímica pectina en gel

En la tabla 7 se muestran los resultados correspondientes a los diversos parámetros fisicoquímicos realizados a las muestras de pectina en gel que se obtuvieron de las tres extracciones.

| Condiciones de extracción | Número de ensayos   | Peso equivalente (mg pectina/meq NaOH) | Acidez libre (meq NaOH/g componente ácido) | Contenido de metoxilo (%) | Grado de esterificación (%) | Contenido de ácido galacturónico (%) | Humedad (%) | Cenizas (%) | pH  |
|---------------------------|---------------------|--|--|---------------------------|-----------------------------|--------------------------------------|-------------|-------------|-----|
| A                         | 1                   | 5123                                   | 0,20                                       | 1,018                     | 62,69                       | 9,21                                 | 82,27       | 0,46        | 3,0 |
|                           | 2                   | 5121                                   | 0,20                                       | 1,015                     | 62,21                       | 9,19                                 | 82,53       | 0,57        | 3,0 |
|                           | 3                   | 5122                                   | 0,20                                       | 1,017                     | 62,36                       | 9,21                                 | 81,96       | 0,5         | 3,0 |
|                           | Promedio            | 5122                                   | 0,20                                       | 1,016                     | 62,42                       | 9,20                                 | 82,25       | 0,51        | 3,0 |
|                           | Desviación estándar | 1,0000                                 | 0,0003                                     | 0,0012                    | 0,2436                      | 0,0138                               | 0,2854      | 0,0557      | 0,0 |
|                           | Varianza            | 1,0000                                 | 0,0000                                     | 0,0000                    | 0,0594                      | 0,0002                               | 0,0814      | 0,0031      | 0,0 |
| B(1)                      | 1                   | 23369                                  | 0,04                                       | 1,30                      | 90,76                       | 8,05                                 | 82,78       | 0,56        | 2,5 |
|                           | 2                   | 24632                                  | 0,05                                       | 1,33                      | 90,54                       | 8,09                                 | 82,15       | 0,53        | 2,5 |
|                           | 3                   | 21785                                  | 0,04                                       | 1,29                      | 90,62                       | 7,99                                 | 81,86       | 0,48        | 2,5 |
|                           | Promedio            | 23262                                  | 0,04                                       | 1,31                      | 90,64                       | 8,04                                 | 82,26       | 0,52        | 2,5 |
|                           | Desviación estándar | 1426,51                                | 0,01                                       | 0,02                      | 0,11                        | 0,05                                 | 0,47        | 0,04        | 0,0 |
|                           | Varianza            | 2034939                                | 0,0000                                     | 0,0004                    | 0,0124                      | 0,0024                               | 0,2212      | 0,0016      | 0,0 |

|          |                     |         |        |        |        |        |        |      |     |
|----------|---------------------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|------|-----|
| B(2)     | 1                   | 31552   | 0,05   | 1,32   | 90,15  | 8,30   | 82,56  | 0,52 | 2,5 |
|          | 2                   | 27336   | 0,06   | 1,29   | 90,23  | 8,17   | 81,91  | 0,56 | 2,5 |
|          | 3                   | 29745   | 0,08   | 1,31   | 90,31  | 8,24   | 81,84  | 0,47 | 2,5 |
|          | Promedio            | 29544   | 0,06   | 1,31   | 90,23  | 8,23   | 82,10  | 0,52 | 2,5 |
|          | Desviación estándar | 2115,15 | 0,02   | 0,01   | 0,08   | 0,07   | 0,40   | 0,05 | 0,0 |
| Varianza | 4473864             | 0,0003  | 0,0002 | 0,0064 | 0,0043 | 0,1576 | 0,0020 | 0,0  |     |

Tabla 7. Parámetros fisicoquímicos determinados de pectina en gel. (Ver en anexos Tabla 18 datos estadísticos utilizando ANOVA)

De los resultados de la tabla 7 podemos observar que en la primera extracción el peso equivalente de la muestra disminuyó al tener el pH menos ácido en la hidrólisis ácida.

Así mismo la pectina obtenida en gel presenta bajo porcentaje de cenizas, lo cual la haría susceptible de usar en diversos procesos de la industria de alimentos (Vasquez R., et. Al., 2008); sin embargo, el porcentaje de humedad es alto por la cantidad de agua que se presenta en gel.

El gel de la pectina obtenida de las diversas extracciones dio un porcentaje del 1% de metoxilo y mayor del 60% de grado de esterificación, lo que sugiere la presencia de otros grupos formando complejos con los carboxilos, como podría ser con el grupo etoxilo, lo cual es concordante con resultados de otros estudios (Vasquez R., et. Al., 2008).

Se resalta en la condición de extracción B y C un incremento del 30% en el porcentaje del grado de esterificación al aumentar el tiempo de hidrolisis y disminuir el pH.

➤ Viscosidad relativa y tiempo de gelificación: (Foda et al., 1983)

| Pectina   | Pectina (% P/V) | Temperatura (°C) | Aguja | RPM  |       |      |       |      |
|-----------|-----------------|------------------|-------|------|-------|------|-------|------|
|           |                 |                  |       | 10   | 20    | 30   | 50    | 100  |
| Comercial | 0,5             | 25               | 4     | 19   | 28,1  | 35   | 46,9  | 64,3 |
|           |                 |                  | 4     | 240  | 237,2 | 235  | 234,8 | EEEE |
|           | 1,5             | 25               | 7     | 0    | 90    | 110  | 158   | 165  |
|           |                 |                  | 4     | 1016 | 1163  | 1220 | 1280  | EEEE |
|           |                 |                  | 7     | 1148 | 1216  | 1308 | 1465  | 1539 |
| En gel    | 2,5             | 25               | 4     | 0    | 0     | 6,9  | 12,4  | 16,1 |

Tabla 8. Viscosidades (cP) de soluciones pectina en gel vs pectina cítrica comercial  
Lecturas tomadas en viscosímetro Brookfield AMETEK LVDVE115

En la tabla 8 se observa los resultados del valor de las viscosidades de las soluciones preparadas con la muestra de pectina obtenida en gel respecto a las preparadas con una muestra comercial de pectina cítrica, aunque no se logró adquirir una muestra comercial de pectina proveniente de la cáscara de plátano para realizar un comparativo bajo las mismas condiciones con la muestra obtenida en el presente trabajo.

Los resultados de la tabla 8 muestran variabilidad en las medidas ya que al aumentar el gradiente de velocidad aumenta la viscosidad de las muestras, así como al aumentar la concentración de pectina aumenta la viscosidad. En algunas lecturas tomadas se utilizaron dos agujas correspondientes a la 4 para lecturas de viscosidad bajas y aguja 7 para lecturas de viscosidad media.

Los resultados de viscosidades de la pectina en gel dieron muy bajos en comparación a la comercial; por lo cual se optó por realizar pruebas adicionando a la solución de 2.5 % P/V de pectina a diferentes concentraciones de azúcar en pH de 2-3 bajo agitación constante y temperatura de 82°C, simulando la preparación de una mermelada, tales condiciones establecidas de acuerdo a las propiedades fisicoquímicas de la pectina en la formación de geles.

| Muestra           | Tiempo      | Azúcar (% P/V) | Pectina (% P/V) | Aguja | RPM |       |       |       |      |
|-------------------|-------------|----------------|-----------------|-------|-----|-------|-------|-------|------|
|                   |             |                |                 |       | 10  | 20    | 30    | 50    | 100  |
| Pectina comercial | Inicial     | 33             | 2,5             | 4     | 233 | 237,3 | 238,1 | 239,3 | EEEE |
|                   | Final (24h) | 33             | 2,5             | 4     | 772 | 793   | EEEE  | EEEE  | EEEE |
|                   | Inicial     | 33             | 2,5             | 7     | 380 | 430   | 490   | 518   | 536  |
|                   | Final (24h) | 33             | 2,5             | 7     | 900 | 1010  | 1030  | 1043  | 1050 |
| Pectina en gel    | Inicial     | 33             | 2,5             | 4     | 0   | 0     | 7,1   | 12,7  | 16,5 |
|                   | Final (24h) | 33             | 2,5             | 4     | 0   | 0     | 7,3   | 13    | 16,8 |
|                   | Inicial     | 66             | 2,5             | 4     | 0   | 9,4   | 14,4  | 21,8  | 30,9 |
|                   | Final (24h) | 66             | 2,5             | 4     | 13  | 22,5  | 25    | 30,8  | 43,5 |

|        |             |     |     |   |      |      |      |      |      |
|--------|-------------|-----|-----|---|------|------|------|------|------|
|        | Inicial     | 99  | 2,5 | 4 | 66   | 71,3 | 75   | 80,3 | 95,1 |
|        | Final (24h) | 99  | 2,5 | 4 | 72,1 | 82,5 | 86,6 | 91,4 | 99,8 |
|        | Inicial     | 132 | 2,5 | 4 | 792  | EEEE | EEEE | EEEE | EEEE |
|        | Inicial     | 132 | 2,5 | 7 | 830  | 920  | 1000 | 1088 | 1136 |
|        | Final (24h) | 132 | 2,5 | 7 | 1028 | 1135 | 1235 | 1326 | 1468 |
| Azúcar | Inicial     | 33  | 0   | 4 | 0    | 0    | 0    | 9,4  | 15   |
|        | Final (24h) | 33  | 0   | 4 | 0    | 4,3  | 5,6  | 9,8  | 15,4 |
|        | Inicial     | 66  | 0   | 4 | 0    | 15   | 20   | 26,6 | 38,3 |
|        | Final (24h) | 66  | 0   | 4 | 0    | 15,6 | 20,5 | 27   | 38,7 |
|        | Inicial     | 99  | 0   | 4 | 60   | 66   | 70,6 | 75   | 88,1 |
|        | Final (24h) | 99  | 0   | 4 | 60,4 | 67   | 71,3 | 75,8 | 89   |

Tabla 9. Viscosidades (cP) de soluciones pectina en gel vs pectina cítrica comercial con variación en la concentración de azúcar.

Lecturas tomadas A 25°C en viscosímetro Brookfield AMETEK LVDVE115

Los resultados de la tabla 9 muestran que la concentración de azúcar necesaria para que los valores de viscosidad de las soluciones que contienen pectina en gel sean similares a las evaluadas con la pectina cítrica deben ser aproximadamente cuatro veces mayores respecto a esta última: ya que al adicionar el 132 % P/V de azúcar a la solución de pectina en gel, esta arroja lecturas de viscosidad similares a la solución de pectina cítrica con tan solo el 33 % P/V de azúcar.

Se realizaron las mediciones con aguja cuatro (4) para fluidos de menor viscosidad y la aguja 7 para fluidos más viscosos. La lectura de error (EEEE) da a conocer que el valor en cP se encuentra fuera del rango de lectura de la aguja, por lo cual se utilizó la aguja 7 en las muestras que mostraron error.

Disminuyendo la temperatura de 25°C a 15°C para la muestra de pectina comercial con el 33% de azúcar como de la pectina en gel con el 132% de azúcar, se evidencio el efecto de tixotropía que es la propiedad que muestra una forma estable en reposo y se torna fluida al realizar agitación.

De acuerdo con el grado de esterificación de la pectina en gel se corroboro que el tiempo de gelificación fue rápido (*10-15 minutos en pH ácido*) esto es congruente con lo visto en otros estudios. Geles de pectina. (s.f).



Espectro infrarrojo:

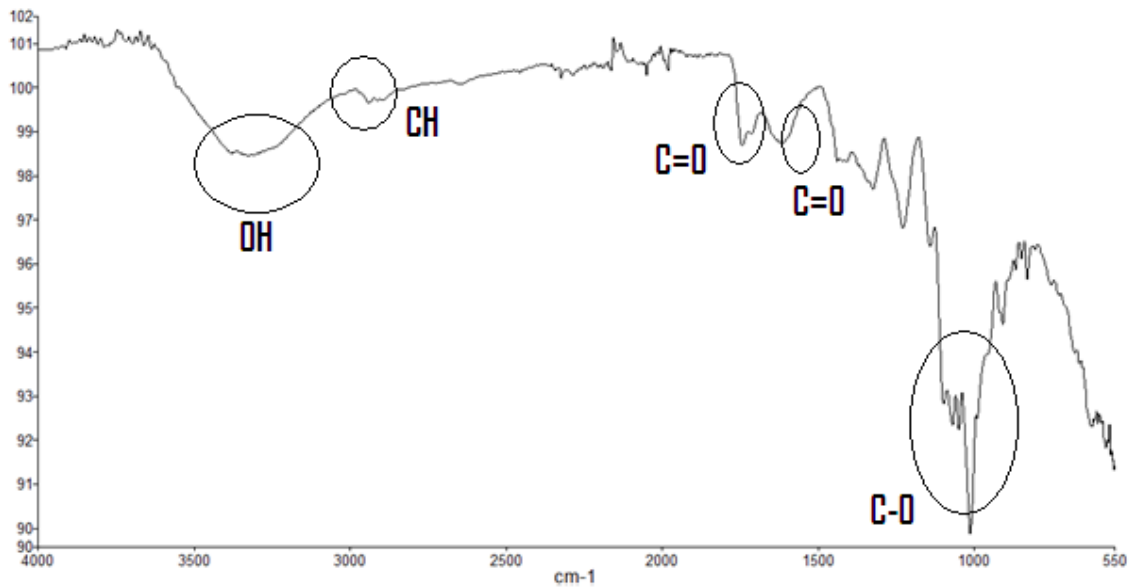


Figura 20. Espectro IR muestra de pectina comercial. Equipo Perkin Elmer Spectrum Two – Rango de longitud de onda 8,300 – 350 cm<sup>-1</sup>

En la figura 20 se evidencia la presencia de grupos funcionales característicos de una pectina cítrica comercial; entre los 3300-3500 cm<sup>-1</sup> se encuentra la banda correspondiente a los –OH, entre 2900-3000 cm<sup>-1</sup> el grupo CH, entre los 1700-1800 cm<sup>-1</sup>, el grupo C=O de los ésteres, entre los 1500-1700 cm<sup>-1</sup> el grupo C=O de los ácidos, entre los 1000-1200 cm<sup>-1</sup> el grupo C-O.

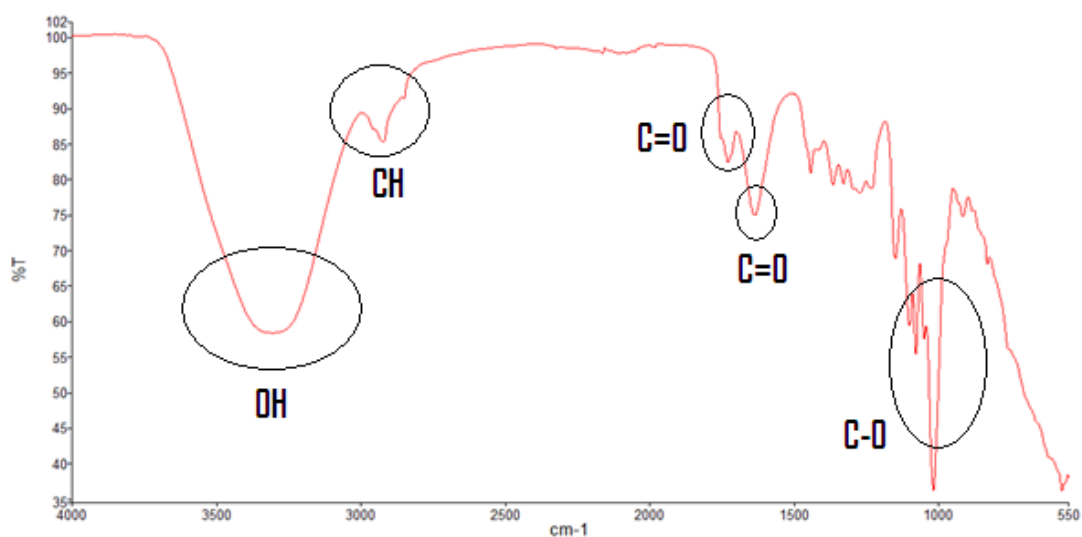


Figura 21. Espectro IR muestra de pectina en gel. Equipo Perkin Elmer Spectrum Two – Rango de longitud de onda 8,300 – 350  $\text{cm}^{-1}$

El espectro infrarrojo de la pectina obtenida en gel (figura 21), evidencia la presencia de los grupos funcionales característicos de una pectina comercial (figura 18); entre los 3300-3500  $\text{cm}^{-1}$  se encuentra la banda correspondiente a los  $-\text{OH}$ , entre 2900-3000  $\text{cm}^{-1}$  el grupo CH, entre los 1700-1800  $\text{cm}^{-1}$ , el grupo C=O de los ésteres, entre los 1500-1700  $\text{cm}^{-1}$  el grupo C=O de los ácidos, entre los 1000-1200  $\text{cm}^{-1}$  el grupo C-O.

Ambas muestras (figura 20 y 21) son similares lo cual se evidencia en sus bandas.

## 6.2. Obtención de hidrogel por copolimerización de ácido poliacrílico con pectina en gel y almidón.

### 6.2.1. Determinación de variables en ensayos preliminares y diseño experimental

Se realizó el diseño experimental considerando la temperatura de descomposición de cada reactivo y utilizando una cantidad representativa de estos, que permitiera visualmente reconocer algunas características como el aspecto, textura y color.

| Ensayo | T (°C) | Masa pectina (g) | Masa Almidón (g) | Ácido Acrílico 20% (mL) | Persulfato 1% (mL) | Ácido sulfúrico 98% (mL) | Tiempo (min) |
|--------|--------|------------------|------------------|-------------------------|--------------------|--------------------------|--------------|
| 1      | 55     | 0                | 1                | 10                      | 5                  | 1                        | 20           |
| 2      | 55     | 0                | 1                | 10                      | 5                  | 1                        | 30           |
| 3      | 55     | 0                | 2                | 5                       | 2,5                | 1                        | 20           |
| 4      | 55     | 0                | 2                | 5                       | 2,5                | 1                        | 30           |
| 5      | 55     | 0,5              | 1,5              | 5                       | 2,5                | 1                        | 20           |
| 6      | 55     | 0,5              | 1,5              | 5                       | 2,5                | 1                        | 30           |

Tabla 10. Variables de la copolimerización del hidrogel

Con los resultados de la tabla 10, se evidencio que el tiempo de 20 y 30 minutos de los 6 ensayos no tuvieron una diferencia significativa; en cambio la cantidad de ácido acrílico y persulfato influían en la síntesis, por ello a partir del ensayo tres se disminuyó el volumen de ácido acrílico y persulfato porque las muestras quedaban en solución y sin consistencia.



Figura 22. Ensayos obtenidos con las diversas variables de la tabla 10

En la figura 22 se observan fotografías de cada uno de los ensayos preliminares. Luego de evidenciar el aspecto de estos, se procedió a aumentar la concentración de ácido acrílico y disminuir el volumen empleado, para realizar posteriormente los ensayos 7 y 8 que se presentan en la tabla 11.



Figura 23. Hidrogel con almidón a temperatura de 55°C - 60 °C

En el proceso experimental también se encontró que al disminuir la temperatura el proceso da mejores resultados, de igual forma se observó que el ácido sulfúrico tiende a oxidar muy rápido el almidón como se muestra en la figura 23.

| Ensayo | T (°C) | Masa pectina (g) | Masa Almidón (g) | Ácido Acrílico 50% (mL) | Persulfato 1% (mL) | Ácido sulfúrico 98% (mL) | Tiempo (min) |
|--------|--------|------------------|------------------|-------------------------|--------------------|--------------------------|--------------|
| 7      | 50     | 0,6              | 0                | 1                       | 0,5                | 1                        | 30           |
| 8      | 50     | 0,6              | 0,4              | 1                       | 0,5                | 1                        | 30           |

Tabla 11. Variables de la copolimerización del hidrogel

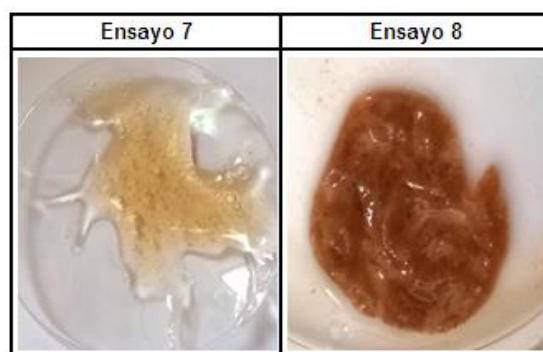


Figura 24. Ensayos obtenidos con las diversas variables indicadas en la tabla 11

El ensayo numero 7 presento aspecto pegajoso y blando, en comparación al ensayo numero 8; en la figura 24 se observan los productos obtenidos. Estos ensayos evidenciaron características más cercanas a las esperadas, mejor consistencia y no eran pegajosos, ni tan blandos; estos dos últimos ensayos dan origen al diseño experimental que se muestra en la tabla 12.

| Ensayo | T (°C) | Masa pectina (g) | Masa Almidón (g) | Ácido Acrílico concentrado | Persulfato 1% (mL) | Ácido sulfúrico 98% (mL) | Tiempo (min) |
|--------|--------|------------------|------------------|----------------------------|--------------------|--------------------------|--------------|
| 9      | 50     | 0,5              | 0                | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 10     | 50     | 0,5              | 0                | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 11     | 50     | 0,7              | 0                | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 12     | 50     | 0,7              | 0                | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 13     | 50     | 0                | 0,5              | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 14     | 50     | 0                | 0,5              | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 15     | 50     | 0                | 0,7              | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 16     | 50     | 0                | 0,7              | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 17     | 50     | 0,5              | 0,7              | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 18     | 50     | 0,5              | 0,7              | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 19     | 50     | 0,7              | 0,5              | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |
| 20     | 50     | 0,7              | 0,5              | 1                          | 0,5                | 1                        | 30           |

Tabla 12. Variables de la copolimerización del hidrogel

Las características observadas de los ensayos 9 al 12 (tabla 13) se presentan en la figura 25, en estos productos muestran consistencia homogénea y débil, fluidez, color ámbar y cambio en el aspecto al contacto con el agua.

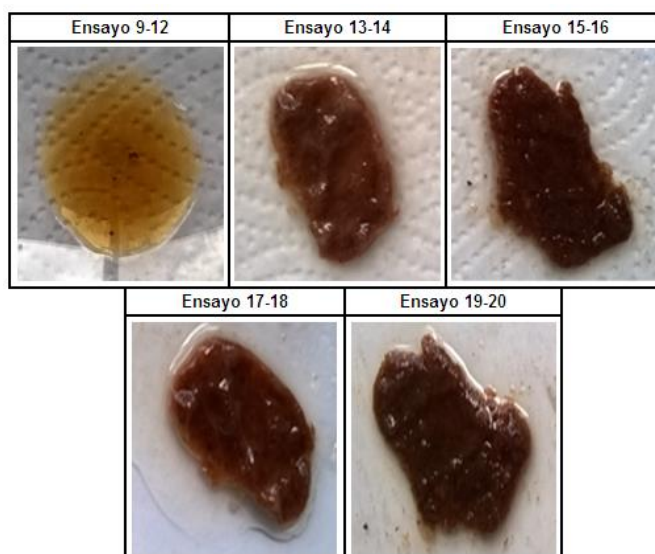


Figura 25. Ensayos obtenidos con las diversas variables indicadas en la tabla 12

Los hidrogeles obtenidos solo con pectina vistos en la figura 25 (ensayo 9-12) mostraron una consistencia suave al tacto y un poco espesa; en comparación a los realizados con almidón (ensayo 13-16, 19, 20) los cuales fueron de aspecto más granulosos, rígidos y resistentes, propiedades dadas principalmente por la amilosa.

Con los resultados observados en la figura 25 y las características de la tabla 13, se decide sintetizar el hidrogel como producto final utilizando tanto la pectina como el almidón siguiendo los parámetros de los ensayos 17 y 19 estableciendo la preparación con el ensayo 17.

En la tabla 13 se presentan las características de todos los ensayos realizados.

| Ensayo | Aspecto                                 | Color | Cambia al adicionar agua |
|--------|---|-------|--------------------------|
| 1      | Sin consistencia, queda solvente libre. | Ámbar | No                       |
| 2      | Sin consistencia, queda solvente libre. | Ámbar | No                       |

|    |  |        |    |
|----|--|--------|----|
| 3  | Consistencia pastosa, débil, los gránulos solubilizan parcialmente.                | Claro  | No |
| 4  | Consistencia pastosa, débil, los gránulos solubilizan parcialmente.                | Claro  | No |
| 5  | Consistencia homogénea, débil; pectina y almidón solubilizan en casi su totalidad. | Ámbar  | No |
| 6  | Consistencia homogénea, débil; pectina y almidón solubilizan en casi su totalidad. | Ámbar  | No |
| 7  | Consistencia homogénea, débil, presenta fluidez.                                   | Claro  | Si |
| 8  | Consistencia homogénea, se observa con características de plasticidad.             | Ámbar  | No |
| 9  | Consistencia homogénea, débil, presenta fluidez                                    | Miel   | Si |
| 10 | Consistencia homogénea, débil, presenta fluidez                                    | Miel   | Si |
| 11 | Consistencia homogénea, débil, presenta fluidez                                    | Miel   | Si |
| 12 | Consistencia homogénea, débil, presenta fluidez                                    | Miel   | Si |
| 13 | Consistencia homogénea, granulosa, no presenta fluidez                             | Ámbar  | No |
| 14 | Consistencia homogénea, granulosa, no presenta fluidez                             | Ámbar  | No |
| 15 | Consistencia homogénea, granulosa, no presenta fluidez                             | Oscuro | No |
| 16 | Consistencia homogénea, granulosa, no presenta fluidez                             | Oscuro | No |
| 17 | Consistencia homogénea, se observa con características de plasticidad.             | Ámbar  | No |
| 18 | Consistencia homogénea, se observa con características de plasticidad.             | Ámbar  | No |
| 19 | Consistencia homogénea, granulosa, se observa con características de plasticidad.  | Oscuro | No |
| 20 | Consistencia homogénea, granulosa, se observa con características de plasticidad.  | Oscuro | No |

Tabla 13. Características de los ensayos realizados en la obtención del hidrogel



Figura 26. Aspecto plastificante y lechoso de hidrogel copolimerizado con pectina al adicionarle agua

La figura 26 muestra cómo cambia el aspecto de las muestras que contienen pectina al tener contacto o adicionarle agua (ensayo 7, 9-12), muestran un aspecto plastificante cambiando el color ámbar a lechoso.

### **6.2.2. Obtención del hidrogel**

A partir de los resultados obtenidos en el diseño experimental, se seleccionó como referencia los ensayos 17 y 19, estableciendo lo siguiente:

La concentración de persulfato de potasio utilizada varía entre el 1% y 5% dependiendo de las cantidades de los reactivos. (Se adiciona la mitad del volumen referente al ácido acrílico).

La cantidad de ácido sulfúrico también varía entre 0.5 mL a 1 mL respecto a la cantidad de reactivos, ya que puede ocasionar oxidación a las muestras que contienen almidón, como se evidencio en la determinación de variables en los ensayos preliminares.

### **6.2.3. Caracterización fisicoquímica del hidrogel**

El valor de pH obtenido del hidrogel es de 1, lo cual lo presenta como un producto ácido.



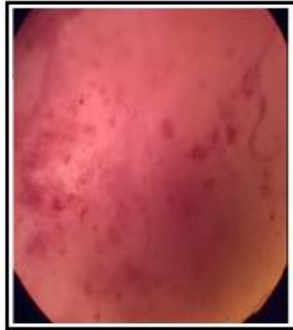


Figura 27 . Muestra del hidrogel obtenido con almidón y pectina.  
Microscopio ZEISS KF2 , lente objetivo 10X en seco.  
Diametros comprendidos entre 1-100 um

En la figura 27 se observan los granulos de almidón irregulares y superficies rugosas.



Figura 28. Muestra de hidrogel copolimerizado con almidón y pectina vs ácido poli(acrílico).

Las diferencias en el color y aspecto de los productos correspondientes al hidrogel obtenido se muestran en la figura 28 con almidón y pectina (izquierda), y ácido acrílico polimerizado (derecha). El hidrogel es oscuro y de consistencia rígida en comparación al ácido poli(acrílico) que es viscoso y pegajoso.

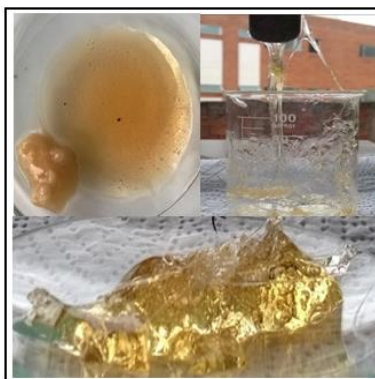


Figura 29. Muestra de ácido poli(acrílico).

En la figura 29 se visualiza la muestra de ácido poli(acrílico) siendo manipulada y en estado de reposo, la cual presento un color claro con traslucidez y consistencia pegajosa en comparación al hidrogel obtenido con almidón y pectina observado en la figura 28 (izquierda).

Los resultados del porcentaje de humedad se muestran en la tabla 14:

| Número de ensayos   | Humedad (%)          |                                |                      |
|---------------------|----------------------|--------------------------------|----------------------|
|                     | Hidrogel con pectina | Hidrogel con pectina y almidón | Hidrogel con almidón |
| 1                   | 11,35                | 13,33                          | 15,26                |
| 2                   | 11,1                 | 13,52                          | 15,47                |
| 3                   | 11,48                | 13,46                          | 15,56                |
| Promedio            | 11,31                | 13,44                          | 15,43                |
| Desviación estándar | 0,19                 | 0,10                           | 0,15                 |
| Varianza            | 0,04                 | 0,01                           | 0,02                 |

Tabla 14. Porcentajes de humedad de muestras del hidrogel copolimerizado. (Ver en anexos Tabla 19 datos estadísticos utilizando ANOVA)

Las muestras de hidrogel reportaron valores muy similares en el porcentaje de humedad mostrando una desviación estándar mínima y baja variación entre los resultados. Respecto a su aspecto presentaron variación dimensional ya que el tamaño de las muestras se redujo. Este parámetro

permitió corroborar las características del diseño seleccionado al utilizar el ácido acrílico concentrado y no en solución.

Los resultados del porcentaje de retención de líquidos se muestran en la tabla 15:

| Solvente               | Hidrogel con pectina |                  | Hidrogel con pectina y almidón |                  | Hidrogel con almidón |                  |
|------------------------|----------------------|------------------|--------------------------------|------------------|----------------------|------------------|
|                        | % hinchamiento       | % deshidratación | % hinchamiento                 | % deshidratación | % hinchamiento       | % deshidratación |
| Agua destilada         | 0                    | 8,5              | 0                              | 7,1              | 4,8                  | 0                |
| Etanol 70%             | > 100                | 0                | >100                           | 0                | 91,5                 | 0                |
| Cloruro de sodio al 1% | 90,63                | 0                | 8.6                            | 0                | 0                    | 10,78            |
| Sacarosa al 1%         | 65,42                | 0                | 0                              | 12,89            | 0                    | 6,01             |

Tabla 15. Porcentajes de hinchamiento y deshidratación de muestras de hidrogel sumergidas durante 96 horas en diversos solventes a 25°C. Ver anexo Figura 49- 51.

El hidrogel con pectina demostró mayores valores en el hinchamiento con los diferentes solventes exceptuando el agua destilada, posiblemente por las propiedades de la pectina al tener alto grado de esterificación y bajo porcentaje de metoxilo, lo cual le confiere afinidad con azúcares y sales monovalentes tomando agua del medio, y formando puentes de hidrogeno como se observó con el etanol.

Los productos de hidrogel que contenían almidón presentaron deshidratación tanto en agua destilada como en la solución de sacarosa posiblemente por la interacción de las fuerzas de atracción del agua asociada y libre del hidrogel respecto al medio.

El etanol como solvente presento los mejores resultados de hinchamiento en las muestras de hidrogel por su polaridad y solubilidad en unión con los grupos carboxilo del copolímero, es decir que las muestras presentaron propiedad de organogel.

Para la realización de las pruebas microbiológicas el pH del hidrogel debió ser regulado, en este caso aumentando el pH. Cuando se realizaron varios lavados y se sumergieron las muestras de hidrogel en hidróxido de amonio e hidróxido de sodio (sensibilidad a disolventes, se evidencio que el primer reactivo hidrato el hidrogel y su aspecto cambio a estructura gelatinosa (Figura 29); en cambio el hidróxido de sodio disolvió las muestras.



Figura 30. Muestra de hidrogel después de tres horas en contacto con hidróxido de amonio

Los resultados obtenidos responden a estímulos del medio como los hidrogeles inteligentes ya que algunos grupos funcionales que contienen ácidos como los carboxílicos aumentan su ionización al aumentar el pH, con lo cual se incrementa el número de cargas de la red polimérica, provocando un incremento de las repulsiones electrostáticas entre las cadenas, aumento en la hidrofiliidad de la red y de esta manera mayor hinchamiento del material. (Sáez V., et. Al., 2003).

#### 6.2.4. Caracterización espectroscópica del hidrogel

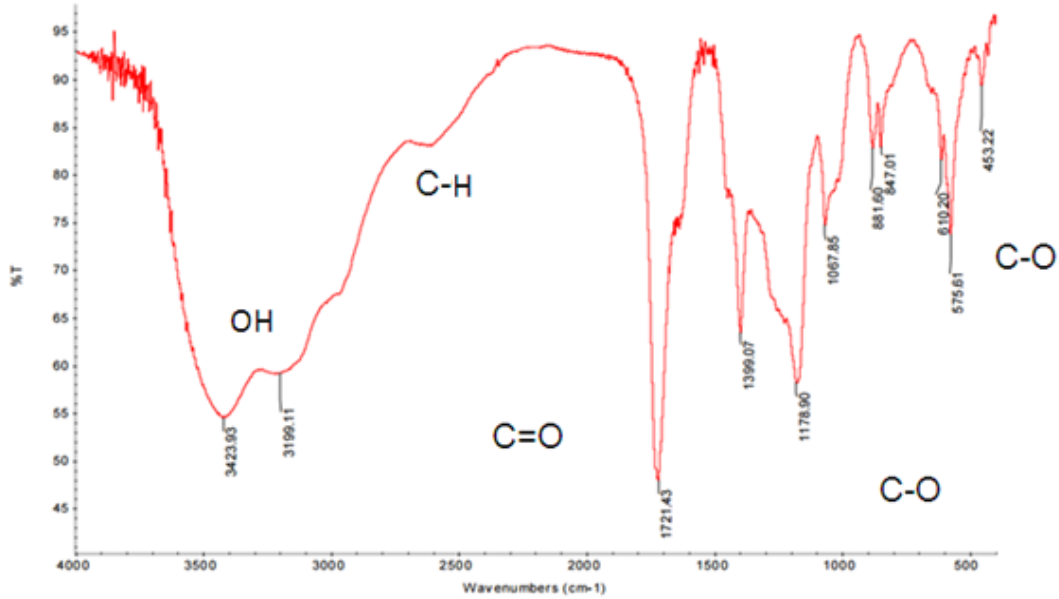


Figura 31.

Espectro IR muestra de hidrogel con pectina. Equipo FT-IR Nicolet 380 – Rango de longitud de onda 8,300 – 350  $\text{cm}^{-1}$

El espectro infrarrojo de los productos de hidrogel obtenidos (figura 30 y 31) evidencia la presencia de los siguientes grupos funcionales: entre los 3300-3500  $\text{cm}^{-1}$  se encuentra la banda correspondiente a los -OH, entre 2900-3000  $\text{cm}^{-1}$  el grupo  $\text{CH}_2$ , entre los 1500-1700  $\text{cm}^{-1}$  el grupo C=O de los ácidos, entre los 1450-1885  $\text{cm}^{-1}$  el grupo CH, entre los 1000-1200  $\text{cm}^{-1}$  el grupo C-O. Grupos anteriormente identificados en el presente trabajo en los espectros correspondientes a la muestra de almidón obtenido y pectina en gel, aunque se visualiza un cambio en la flexión de la banda correspondiente a los -OH por la copolimerización con ácido poli(acrílico), principalmente notoria respecto al espectro infrarrojo de la muestra de almidón (figura 16).

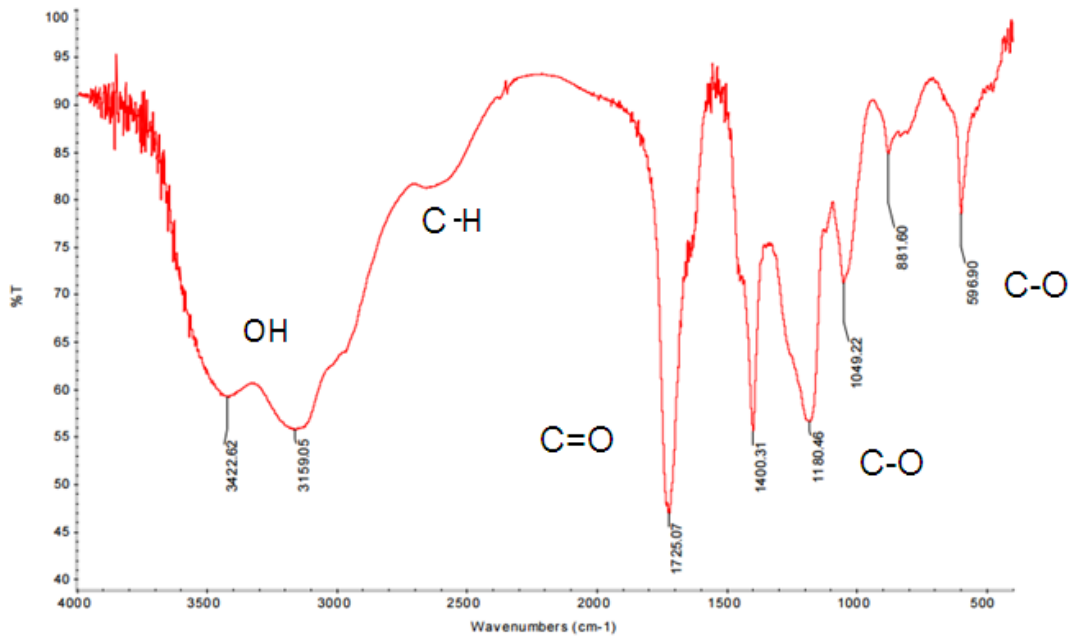


Figura 32. Espectro IR muestra de hidrogel con almidón y pectina. Equipo FT-IR Nicolet 380 – Rango de longitud de onda 8,300 – 350  $\text{cm}^{-1}$

## 6.2.5. Determinación de estabilidad térmica del hidrogel

### 6.2.5.1. Análisis termogravimétrico (TGA)

En el análisis termogravimétrico se utilizó toda la rampa de temperatura disponible, la línea verde de la figura 33 y 34 presenta el comportamiento de los productos frente al cambio de temperatura.

En el primer termograma se evidencia un pico a 180°C mientras que en el segundo está a 250°C visualizándose dos pendientes distintas por medio de la línea verde, en la primera grafica la línea es menos pronunciada así que se podría decir que hay una variación en la resistencia al calor frente a la segunda grafica donde la pendiente es distinta.

A continuación, se evidencian los cambios y la pérdida de masa:

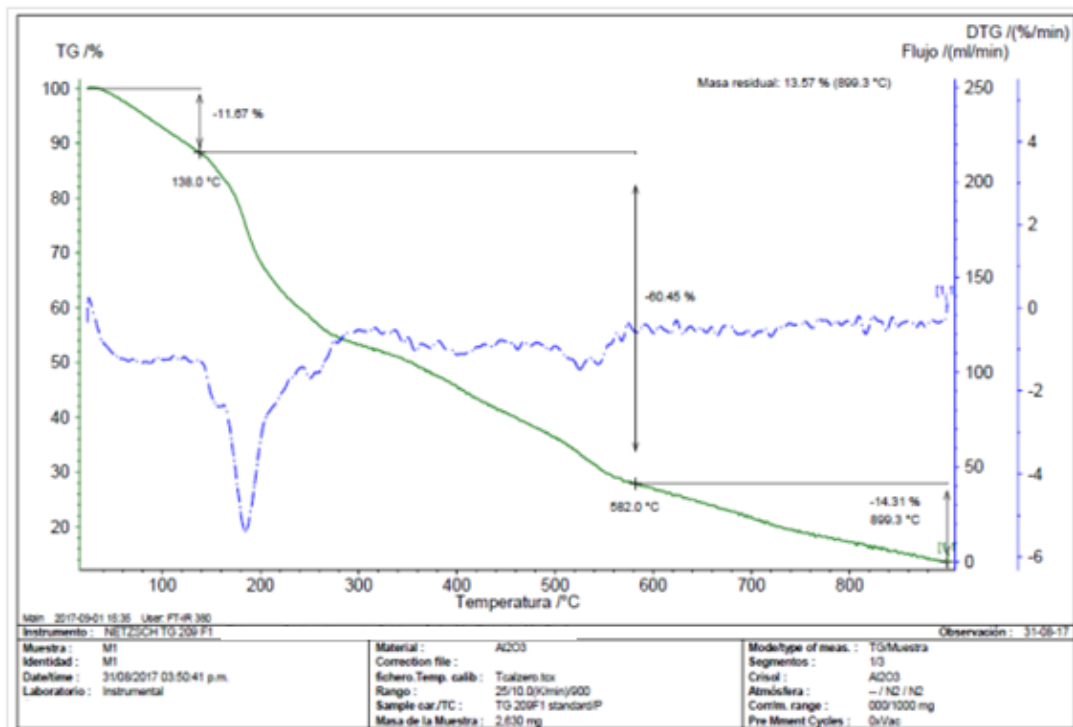


Figura 33. Termograma (TGA) correspondiente a la muestra de hidrogel con pectina, curva típica de descomposición multietapa. Equipo NETZSCH TG 209 F1.

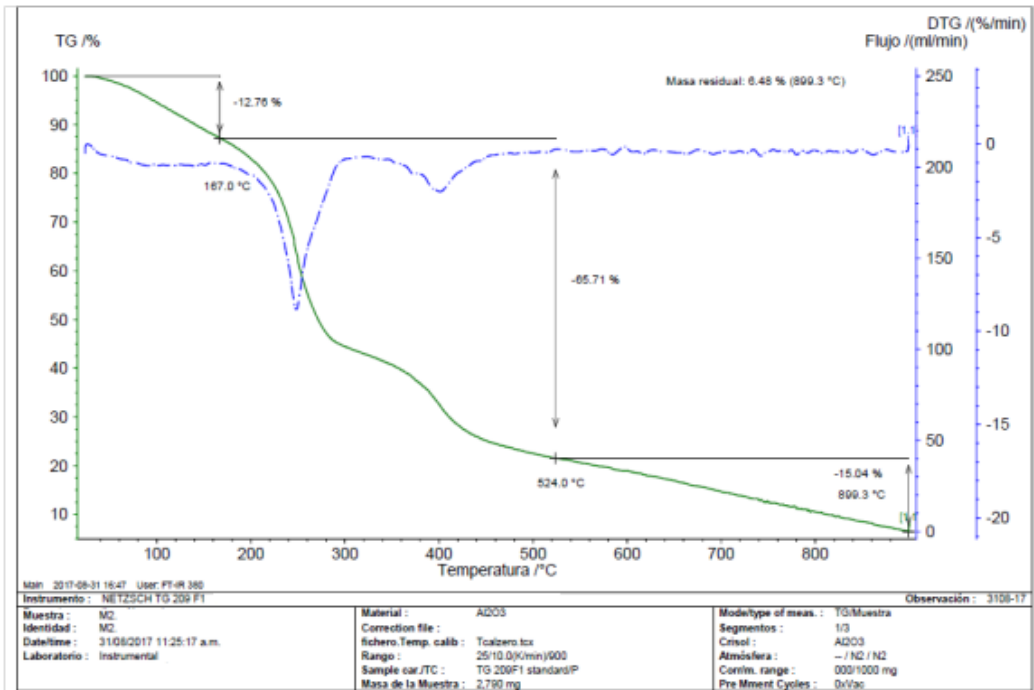


Figura 34. Termograma (TGA) correspondiente a la muestra de hidrogel con pectina y almidón, curva típica de descomposición multietapa. Equipo NETZSCH TG 209 F1.

La pérdida porcentual de masa (ecuación 4) se estimó de la siguiente manera:

$$\Delta m = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100 \quad (\text{Ecuación 4})$$

Donde:

$\Delta m$  = cambio porcentual de masa, %.

$m_i$  = masa inicial de muestra, mg.

$m_f$  = masa final de muestra o residuo, mg.

Aplicando la ecuación (4) a los datos que se muestran en los termogramas se obtiene:

Hidrogel con pectina

$$\Delta m = \frac{2.630 - 0.357}{2.630} \times 100 = 86.4\%$$



Hidrogel con pectina y almidón

$$\Delta m = \frac{2.790 - 0.181}{2.790} \times 100 = 93.52\%$$

De estos resultado se encuentra que la perdida total es de 86.43% para la muestra de hidrogel obtenido con pectina y de 93.52% para la muestra de hidrogel con pectina y almidón.

La determinacion del residuo (ecuacion 5) se realizo de la siguiente manera:

$$R = \frac{mf}{mi} \times 100 \quad (\text{Ecuación 5})$$

Aplicando la ecuación (5) a los datos que se muestran en el termograma se obtiene:

Hidrogel con pectina

$$R = \frac{0.357}{2.630} \times 100 = 13.57\%$$

Hidrogel con pectina y almidón

$$R = \frac{0.181}{2.790} \times 100 = 6.48\%$$

Se identificaron otros cambios de masa relacionados con el cambio de la pendiente en las curvas, observandose varias perdidas. La primera perdida se detecta para las dos muestras de hidrogel cerca de los 100°C, esta generalmente se relaciona con la perdida de agua. La primera perdida se determino de la siguiente manera:

Hidrogel con pectina

$$\Delta ma = \frac{0.307}{2.630} \times 100 = 11.67\%$$

Hidrogel con pectina y almidón

$$\Delta ma = \frac{0.356}{2.790} \times 100 = 12.76\%$$

La segunda pérdida de las muestras de hidrogel ocurre entre 200°C hasta casi 600°C. Se estima el porcentaje de la misma manera que en el caso anterior, cuantificando toda la pérdida acumulada:

Hidrogel con pectina

$$\Delta mb = \frac{1.590}{2.630} \times 100 = 60.45\%$$

Hidrogel con pectina y almidón

$$\Delta mb = \frac{1.833}{2.790} \times 100 = 65.71\%$$

La última pérdida se distingue entre los 600°C aproximadamente hasta los 900°C.

Hidrogel con pectina

$$\Delta mc = \frac{0.376}{2.630} \times 100 = 14.31\%$$

Hidrogel con pectina y almidón

$$\Delta mc = \frac{0.420}{2.790} \times 100 = 15.04\%$$

### 6.2.6. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En los siguientes gráficos de calorimetría se visualizan las etapas de transición térmica o deshidratación correspondientes a los productos de hidrogel con pectina, y de hidrogel con pectina y almidón (figura 35 y 36) que presentaron una reacción exotérmica.

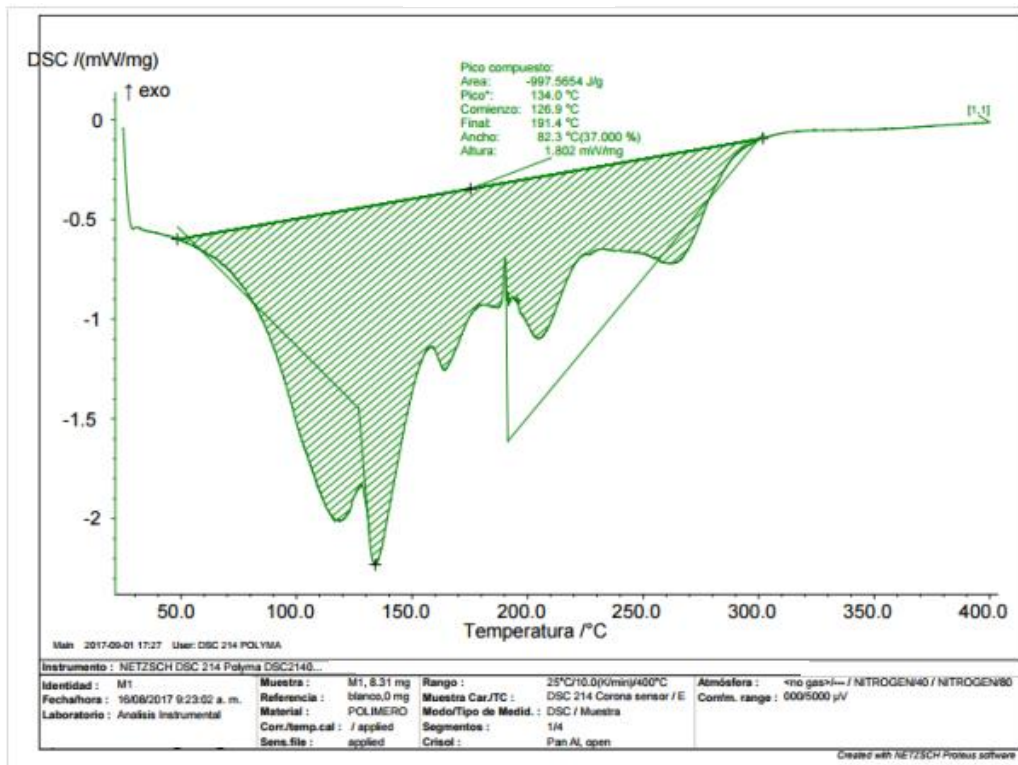


Figura 35. Gráfico DSC correspondiente a la muestra de hidrogel con pectina, indicando la fusión de los picos metaestable. Equipo NETZSCH DSC 214.

En el gráfico de la figura 35 se observa un perfil que muestra en el primer pico la fase de deshidratación del hidrogel por el contenido de humedad que presenta y a medida que aumenta la temperatura la posible degradación térmica del producto.

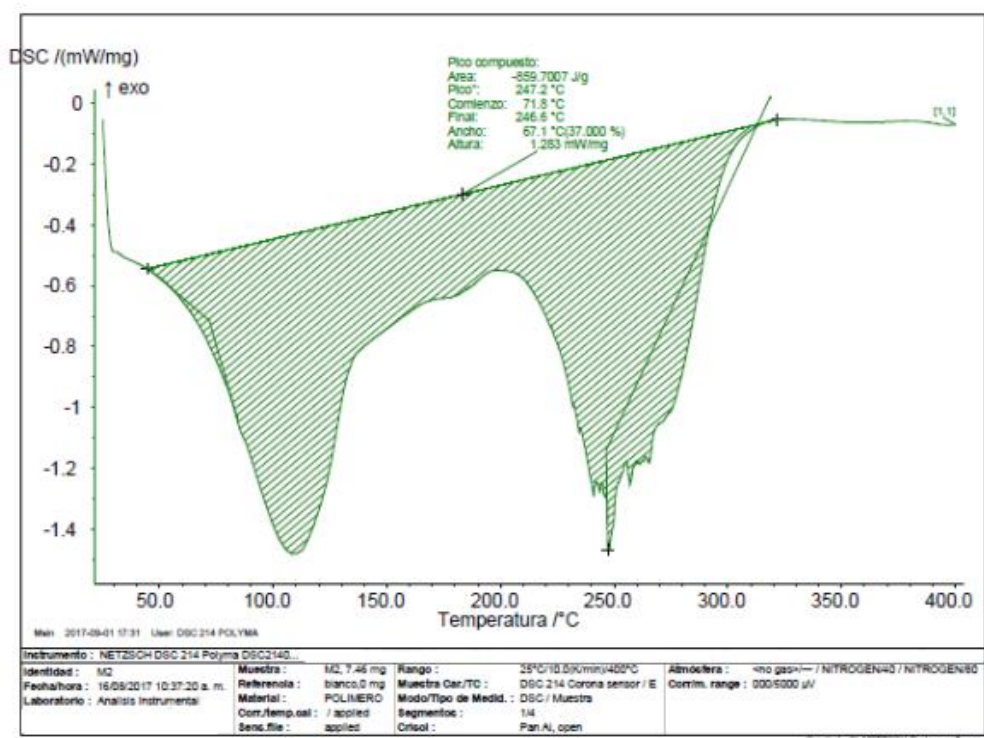


Figura 36. Grafico DSC correspondiente a la muestra de hidrogel con pectina y almidón, indicando la fusión de los picos de forma estable. Equipo NETZSCH DSC 214.

En el gráfico de la figura 36 se observa un perfil que muestra en el primer pico la fase de deshidratación del hidrogel por el contenido de humedad que presenta y en el segundo pico se infiere la degradación de la estructura del polímero de almidón (amilosa y amilopectina).

### 6.2.7. Propiedades mecánicas del hidrogel

| Número de ensayos   | Prueba de fractura (KgF) |                                |                      |                    |
|---------------------|--------------------------|--------------------------------|----------------------|--------------------|
|                     | Hidrogel con pectina     | Hidrogel con pectina y almidón | Hidrogel con almidón | Ácido poliacrílico |
| 1                   | 0,31                     | 0,45                           | 0,5                  | 0,27               |
| 2                   | 0,33                     | 0,45                           | 0,49                 | 0,27               |
| 3                   | 0,31                     | 0,45                           | 0,5                  | 0,26               |
| Promedio            | 0,32                     | 0,45                           | 0,50                 | 0,27               |
| Desviación estándar | 0,012                    | 0,00                           | 0,006                | 0,006              |

Tabla 16. Medidas de fractura (KgF). Obtenidas en equipo Chatillon TCD 200. (Ver en anexos Tabla 20 datos estadísticos utilizando ANOVA)

En la tabla 16 se evidencia los resultados de la prueba de fractura realizada a los productos de hidrogel con pectina, hidrogel con pectina y almidón, e hidrogel con almidón.

Las lecturas indican que el producto con mayor resistencia mecánica es el hidrogel que contenía almidón, resultado que se relaciona con los termogramas TGA Y DSC ya que el correspondiente al que contenía solamente pectina presento menor pérdida de masa para el TGA y menor cantidad de picos pronunciados en el DSC.

Respecto al tipo de material por los resultados obtenidos en las diversas pruebas realizadas como el no fundirse al calor, hincharse en disolventes, y estructura amorfa se podría inferir que presenta las propiedades de un elastómero, además de características como material absorbente.

### 6.2.8. Prueba de biodegradabilidad del hidrogel

Para realizar las pruebas de biodegradabilidad se comenzó con la recuperación de microorganismos obtenidos de los residuos de cascaras de plátano generados durante 8 días, los cuales se adicionaron en medio de cultivo (no selectivo) preparado con Broth Nutrient.

Se realizaron pruebas durante 8 días enfrentando el polímero con los microorganismos recuperados, observando el mantenimiento de las bacterias en el mismo; por lo cual se decidió utilizar un consorcio de bacterias artificiales (*Bacillus Subtilis*, *Salmonella SP*, *Staphylococcus*) con las muestras del hidrogel (ver figura 37) para verificar la presunta biodegradabilidad de las mismas durante un periodo de 45 días en incubación.

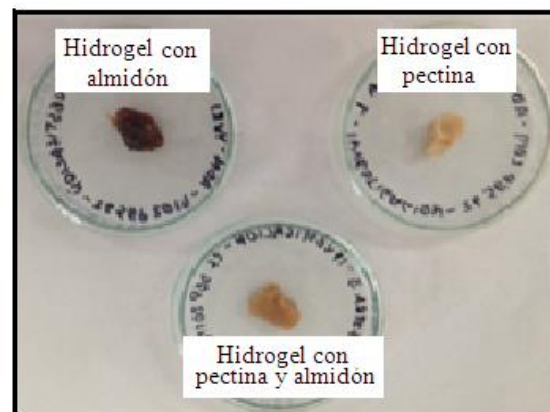


Figura 37. Muestras del hidrogel sometidos a presunta biodegradabilidad.

Se compararon los resultados en el mismo medio al recuperar los microorganismos transcurridos los 45 días (ver figura 38), y al realizar la tinción de Gram para las bacterias Gram positivas y Gram negativas.

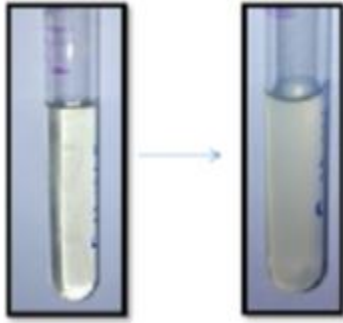


Figura 38. Recuperación de microorganismos

En la imagen 39 se resalta la muestra del hidrogel con almidón en el cual se reconoce que puede ser utilizado como fuente de carbono y medio de soporte para bacterias, así como las demás muestras sometidas a la presunta biodegradabilidad.



Figura 39. Hidrogel de almidón trascurridos 45 días de incubación.

## CONCLUSIONES

- Se encontró que las mejores condiciones para obtener hidrogeles son: utilizar el ácido acrílico concentrado y mantener la temperatura menor a 50°C.
- Se logró inferir que en la obtención del hidrogel se dio una reacción en cadena o por adición según revisión bibliográfica; así mismo es posible que la vía de reacción involucre grupos hidroxilo del ácido poliacrílico con algunos grupos hidroxilo primarios en el carbono 6 de las moléculas de amilosa y amilopectina en el almidón, como del ácido poligalacturónico de la molécula de pectina.
- Se comprobó la biodegradabilidad del hidrogel demostrando ser fuente de carbono y medio de soporte.
- Se caracterizó física y químicamente los productos de hidrogel por medio de pruebas como el pH, humedad, retención de líquidos, sensibilidad a disolventes, entre otras; mostrando resultados como los arrojados por las pruebas de retención de líquidos y sensibilidad a disolventes que dan una perspectiva hacia el futuro de su posible uso industrial como absorbentes de contaminantes líquidos y la reutilización de solventes en caso de derrames; una temática interesante para continuar investigando con propiedades de polímeros inteligentes.
- Las propiedades fisicoquímicas de los biopolímeros extraídos de la cascara y la pulpa de plátano dieron resultados muy similares a trabajos realizados anteriormente, presentando valores de buena calidad con referencia a guías técnicas, demostrando su utilidad en industrias como la alimenticia.



## 7. RECOMENDACIONES

- Se sugiere para posteriores investigaciones realizar pruebas de sensibilidad a diversos disolventes para indagar otros porcentajes de absorción e hinchamiento con el producto obtenido.
- En la polimerización del ácido acrílico con los biopolímeros se evidencio la importancia de utilizar el reactivo puro y no en solución ya que afecta directamente las características físicas como la textura y consistencia en la obtención del hidrogel.
- Para las pruebas de biodegradabilidad se aconseja aumentar el pH de las muestras de hidrogel a pH neutro ya que se obtiene en pH ácido y se dificulta como sustrato para los microorganismos; además de realizar la respectiva caracterización de los microorganismos.
- Es importante explorar otras sustancias que permitan la síntesis de hidrogeles, particularmente aquellas que tengan un bajo costo.
- En la extracción de la pectina se reconoce la importancia en la disminución del pH y el aumento del tiempo del hidrólisis acida para el rendimiento en la obtención de la pectina en gel; así como la cantidad de materia prima molida de la cascara de plátano ya que en el presente trabajo dio un rendimiento de 5.24%, valor similar a otros anteriormente realizados, aunque variando la técnica de molienda por picado en licuadora.
- Para posteriores trabajos se debe aplicar un método de cuantificación estandarizado para la determinación de pectina y de otros azúcares que puedan encontrarse en el gel obtenido.

## 8. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

Álvarez A., Otero F., Blanco J. (sf). Elaboración de hidrogeles de ácido poliacrílico. Estudios preliminares de hinchamiento. Tecnología farmacéutica 105. España: Universidad de Santiago de Compostela. (1-3)

Anderson R. [et al.]. (1969). Gelatinization of corn grifts by roll and extrusion cooking. Cereal Science Today, Vol. 14. (4-12).

Armellín E. (2002). Síntesis y caracterización de nuevos Poliésteramidas: Estudio de sus propiedades – Tesis doctoral Ingeniería Química – Barcelona. Universidad Politécnica de Cataluña. (9-11).

Arredondo A., Londoño E. (2009). Hidrogeles. Potenciales biomateriales para la liberación controlada de medicamentos. Medellín: Universidad CES.(89)

Aurore G., Parfait B., Fahrasman L. (2009). Banana, raw materials for making processed food products. Trends in Food Science & Technology, 20. (78 – 91).

Badui S. (2006). Hidratos de carbono, pectinas. Química de alimentos. Pearson. México: Universidad Iberoamericana. (92-95).

BASF Corporation. (sf). Ácido Acrílico, resumen de seguridad y manejo. Recuperado de, <http://product-finder.basf.com/group/corporate/product-finder/de/literature-document:/Sales+Products+ACRYLIC+ACID+GLACIAL-Product+Specification--Acrylic+Acid-English.pdf>.

Belitz H., Grosch W. (1997). Carbohidratos. Química de los alimentos. (2a ed.). Zaragoza: Acribia S.A. (125-129)

Bello A., Agama E., Sánchez L., Paredes O. (1999). Isolation and partial characterization of banana starches. J. Agric. Food Chemistry, 47. (854-857).

Betancur D., Chel L. Hernández E. (1997). Acetylation and characterization of Canavalia ensiformis starch. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 45. (378-382).

Blanco A. (2006). Hidratos de carbono, almidón. Química biológica. El ateneo. Buenos Aires. (426-428)

Bohlmann G., Yuka Y. (2000). Biodegradable Polymers. (366-367)

Cabrera A., Madrigal L., Vásquez J. (2007). Extracción y caracterización química de almidón de plátano y banano de las variedades FHIA-01, 20, 21 y 23. México: Universidad de Colima. (309-312)

Callister W. (2000). Capítulo 15, Polímeros: características, aplicaciones y procesos de conformado. Introducción a la ciencia e ingeniería de materiales. Reverte S.A. Barcelona. (562-563).

Camacho M., Vega J., Campos A. (2011). Uso de nanomateriales en polímeros para la obtención de bioempaques en aplicaciones alimentarias. Revista sociedad química de Perú. (295).

Carbonell E., Costell E., Durán L. (1990). Determinación del Contenido de Pectinas en Productos Vegetales. Revista de agroquímica y Tecnología de Alimentos, 30(1). (1-9).

Çayli G., Küseföglü S. (2008). Biobased polyisocyanates from plant oil triglycerides: J Appl Polym Sci., 109 (5). (2948-2955).

Chatzidoukas C., Penloglou G., Kiparissides C. (2013). dynamic model for the production of (PHB) in azohydromonas lata cultures, Biochem Eng J. (71, 72-80).

Chawla P., Bajaj I., Survase S., Singhal R. (2009). Microbial Cellulose: Fermentative Production and Applications Food Technology Biotechnology, 47 (2). (107-124).

Chung H., Lim HS., Lim S. (2006). Effect of partial gelatinization and retrogradation on the enzymatic digestion of waxy rice starch, J Cereal, 43. (353-359).

Contreas J., Banda-Reyes L., Montañez J., (2003). Extracción Enzimática de Pectina de Mango. Departamento de Investigación en Alimentos. México: Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Coahuila. (1-2)

Cubero N., A. Monferrer A., Villalta J. (2002). Aditivos alimentarios. Colección Tecnología de Alimentos, Mundi-Prensa. (142-146).

Devia J. (2003). Proceso para producir pectinas cítricas, 129(39). Colombia: Universidad EAFIT. (21-29).

Díaz D. (2006). Los geles: una maravilla de la Ciencia al servicio de la Sociedad. Revista Dialnet-Universidad de La Rioja. (4).

Dilek S., Duran S., Torun M. (2008). Removal of cationic dyes by poly(acrylamide-co-acrylic acid) hydrogels in aqueous solutions. Radiation Physics and Chemistry, 77. (447-452).

Domínguez J., Vázquez M. (1999). Effect of the Operational Conditions on The L-Lactic acid production by Rhizopus oryzae. Ciencia y Tecnología Alimentaria 2(3). (113-118).

Du G., Chen J., Yu J., Lun S. (2001). Continuous production of poly-3-hydroxybutyrate by Ralstonia eutropha in a two-stage culture system. Journal of Biotechnology. (88, 59-65).

Duffo G., Carranza R., Farina S. (2009). Nada es para siempre, química de la degradación de los materiales. Argentina: Instituto Nacional de Educación tecnológica. (17-25)

Durango et al. (2009), Filmes y revestimientos comestibles como empaques activos biodegradables en la conservación de alimentos Vol. 9 N° 1. Biotecnología en el sector Agropecuario y Agroindustrial. (122-128).

Enríquez M., Velasco R., Ortiz V. (2012). Composición y procesamiento de películas biodegradables basadas en almidón Vol.10 N° 1. Popayán: Universidad del Cauca. (188-189)

Faezah E., Siti T., Norliza R. (2014). Overview of Bacterial Cellulose Production and Application. 2nd International Conference on Agricultural and Food Engineering. Vol. 2. (113–119).

Farhat A., Blanshard M. Mitchell R. (2000). The retrogradation of waxy maize starch extrudates: effects of storage temperature and water content. *Biopolymers*, 53. (411-422).

Flores Y. (2013). Capítulo 7, Propensiones de Interés Industrial. Biotecnología alimentaria 211619. Bogotá: Universidad Nacional Abierta y a Distancia. (162-163).

Foda, Y., Abd A., Ahmed A. (1983). Rheological characteristics of pectin and sodium carboxymethyl cellulose. *Food eng.*, 35(4). (133-139).

Fried J. (2003). Commercially important polymers. *Polymer science and technology*. (2a ed.). Prentice Hall. Estados Unidos. (195).

Funabashi M., Ninomiya F., Kunioka M. (2013). Thermophilic anaerobic biodegradation test and analysis of eubacteria involved in anaerobic biodegradation of four specified biodegradable polyesters. *Polymer Degradation and Stability*, 98. (1182-1187)

Gayathry G., Gopalswamy G. (2014). Production and Characterization of Microbial Cellulosic Fibre From *Acetobacter Xylinum* *Indian Journal of Fibre and Textile Research*, 39. (93–96).

Gehrke H., Lee P. (1990). Specialized Drug Delivery Systems. Capítulo 8. Hydrogels for Drug Delivery Systems. Marcel Dekker. (333- 392).

Gonzales D. (2012). Eje cafetero volvería a exportar plátano. *Diario La República*. Recuperado de [http://www.larepublica.co/agronegocios/eje-cafetero-volver%20a-exportar-pl%C3%A1tano\\_17034](http://www.larepublica.co/agronegocios/eje-cafetero-volver%20a-exportar-pl%C3%A1tano_17034)

Gonzales O. (2013). Aprovechamiento de residuos agroindustriales para la producción de alimentos funcionales: una aproximación desde la nutrición animal. (1a ed.). Antioquia: Corporación Universitaria Lasallista. (31)

Granados R., Villaverde M. (1997). *Microbiología. Ciencias de la salud* Madrid: Paraninfo. Madrid. (16-17)

Grünauer C. (2009). Influencia del Secado sobre la Captación de Agua de Pectina Extraída a partir del Citrus x Aurantifolia Swingle. Revista tecnológica Spol. Vol. 20. Ecuador: Escuela Superior Politécnica del Litoral. (1-6)

Gupta P., Vermani K., Garg S. (2002). Hydrogels: from controlled release to pH-responsive drug delivery. Drug discovery today. (569)

Güven O., Sen M., Karadağ E., Saraydın D. (1999). Phys. Chem., 56. (381-386).

Guy Linden D. (1996). Polisacáridos. Bioquímica agroindustrial. Zaragoza: Acribia S.A. (59)

Instituto Americano de Petróleos. (2001). Manual de fluidos de perforación. Energy API. (208)

Isabel M., Santacruz I., Moreno R. (2014). Consolidación de materiales cerámicos por gelificación de polisacáridos Vol.34 N° 1. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales Caracas. (4-8)

Jiménez A., Fabra M., Talens P., Chiralt A., (2012) Edible and Biodegradable starch films: A review. Food Bioprocess Technol. (1-4)

Katime A. (2014). Hidrogeles inteligentes. España: Universidad del país Vasco. (18)

Kayisu, K., Hood L., Vansoes P. (1981). Characterization of starch and fiber of banana fruit. J. Food Science, 46. (1885-1890).

Krincheldorf R., Nuyken O., Swift G. (2005). Polymers and their derivatives. Handbook of polymer Synthesis: second edition. Marcel Dekker. New York. (279).

Kunzler F. (2002). Hydrogels. Encyclopedia of Polymer Science and Technology 2. John Wiley & Sons, Inc. (691-722)

Lii Y., Chang S., Young L. (1982). Investigation of the physical and chemical properties of banana starches. Journal of Food Science, 47. (1493-1497).

Lim L., Auras R., Rubino M. (2008). Processing technologies for poly(lactic acid), Progress in Polymer Science 33 (8). (820-852).

Lippincott W., Wilkins R. (2000). The science and practice of pharmacy. 20th ed., USA. (1456).

López V. (2011). Desarrollo, caracterización y aplicación de envases biodegradables a partir de almidón. (1a ed.). La Plata: Universidad Nacional de La Plata

Luengo J., Garcia B., Sandoval A., Naharro G., Olivera E. (2003) Bioplastics from microorganisms. Curr. Op. Microbiol. (251-260)

Luna J. (2012). Manual de prácticas de laboratorio microbiología general y aplicada. (24-25)

- Martínez, G., Sánchez, M. y Madruga, E. (1997). Polímetros superabsorbentes N° 491, 73. Revista de plásticos modernos ciencia y tecnología de polímetros. (437- 445).
- Monsoor, M., Kalapathy U., Proctor. A. (2001). Determination of polygalacturonic acid content in pectin extracts by diffuse reflectance Fourier transform infrared spectroscopy. Food chemicals, 12(6). (389-396).
- Montero L., Meier, A. (2011). Plant oils: The perfect renewable resource for polymer science. European Polymer Journal. (837-852).
- Mutlu H., Meier M. (2010). Castor oil as a renewable resource for the chemical industry. European J. Lipid Sci. Technol. (112: 10-32)
- Newell J. (2009). Capítulo 5, Polímeros. Ciencia de materiales, aplicaciones e ingeniería. México: Alfaomega. (163-164).
- Novoa R., Diaz H., Katime I. (1995). Hidrogeles derivados del Ácido itaconico. Universidad del país Vasco-Bilbao, España. (106)
- Ortuño A. (1999). Introducción a la Química Industrial. Reverté. España. (486-487).
- Owens, Mccready, Shepherd, Shults. (1952). Methods used western regional restarcb laboratory for extraction and analysis of pectic materials. AIC-340, Western, Regional Reseach Laboratory. California. (2-5)
- Paredes O. (1994). Amaranth Biology, Chemistry, and Technology. CRC. Press. Irupuato (107-124).
- Pilla S. (2011). Biobased materials in food packaging applications. Handbook of bioplastics and biocomposites engineering applications. Wiley. (82-83).
- Piza J. (1984). Estudio preliminar de la obtención y caracterización de pectinas a partir de residuos de naranjas de la variedad criolla del cantón de acosta. (8).
- Prajash H., Bittendender H., O'Doherty D. (sf). Farm and Forestry Production and Marketing Profile for CACAO (Theobroma cacao). (23).
- Reis R., Cunha A. (2005). Encyclopedia of Materials: Science and Technology.
- Rembado F., Sceni P. (2009). Los hidratos de carbono. La química en los alimentos. Argentina: Instituto Nacional de Educación Tecnológica. (46-52).
- Reyes F., [et al.]. (2012). Comportamiento reológico de geles biodegradables para aplicaciones en medicina regenerativa Vol. 20, núm. 1. Sociedad Ibérica de Biomecánica y Biomateriales (SIBB). (7-19).

Rodriguez A., (2012). Biodegradabilidad de materiales bioplásticos Ciencia y Tecnología de alimentos Vol. 22 No. 3. (69-72)

Rodriguez E., Sandoval A., Fernandez A. (2007). Evaluación de la retrogradación del almidón en harina de yuca precocida. Revista colombiana de química Vol. 36 No. 1. Colombia: Universidad Nacional de Colombia. (90-93)

Rojas B., Aguilera R., Prin J., Cequea H., Cumana J., Rosales E., Ramírez M. (2004). Estudio de la germinación de semillas de tomate en suelos áridos extraídos de la Península de Araya (Venezuela) al utilizar polímeros de tipo hidrogeles. Revista Iberoamericana de Polímeros. (5: 17-27).

Ruiz G. (2005). Polímeros biodegradables a partir de almidón de yuca. Universidad EAFIT. (34-35)

Schoen M., Schomäcker R., Bismarck A. (2004). Charakterisierung von Polyacrylsäure Palladiumverbundsystemen und ihre Anwendung im Membranreaktor. Deutschland: Universität Berlin. (17).

Siracusa V., Blanco I., Romani S., Tylewicz U., Rocculi P., Dalla M. (2012). Poly (lactic acid)-modified films for food packaging application: physical, mechanical, and barrier behavior. Journal of Applied Polymer Science. (125, E390–E401).

Soto D., Oliva H. (2011). Métodos para preparar hidrogeles químicos y físicos basados en almidón: una revisión. Revista latinoamericana de metalurgia y materiales. Venezuela: Universidad del Zulia. (1-3)

Srikaeo K., Furst J. Ashton J. Hosken R. (2006). Microestructural changes of starch in cooked wheat grains as affected by cooking temperatures and times, Food Sci Technol-Leb, 39. (528-533).

Stone L., Lorenz K. (1984). The Starch of Amaranths Physicochemical Properties and Functional Characteristics. Starch/Starke, 36 (7). (232-237).

Tester R., Karkalas J., Qi X. (2004). Starch structure and digestibility enzyme-substrate relationship Vol. 60. World's Poultry Science Journal. (186-195).

Tomasik P., Schilling C. (2004). Chemical Modification of Starch, Advances in Carbohydrate Chemistry and Biochemistry, 59. (175-403).

Ul-Islam M., Khan T., Park J. (2012). Water Holding and Release Properties of Bacterial Cellulose Obtained by in Situ and ex Situ Modification. Carbohydrate Polymers, 88 (2). (596–603).

Vaclavik A. (2003). Nutrition. Essentials of Food Science. Springer. (49-55)

Valero M., Ortegon Y., Uscategui Y. (2013). Biopolímeros: avances y perspectivas. Dyna. (181: 171-180).

Vasquez R., Ruesga L., Páez G., Marín M., 2008. Extracción de pectina a partir de la cáscara de plátano (Musa AAB, subgrupo plátano) clon Hartón. Revista científica de la facultad. agronomía, (luz). Venezuela: Universidad del Zulia. (7-10, 20-23)

Villarroel H. (2009). Estudio de los polímeros hidrogeles sintetizados a partir de acrilamida con el biopolímero poli(3-hidroxi-butirato) y el ácido acrílico. Cumana. (2).

Wang B., Sharma-Shivappa R., Olson J., Khan S. (2013). Production of (PHB) by *Alcaligenes latus* using sugarbeet juice, *Industrial Crops and Products*, 43. (802-811).

Wu. (2010). Un material que se estira como los músculos. MIT technology review. (1-2)



## 9. ANEXOS

### 10.1. Metodologías caracterización fisicoquímica del almidón

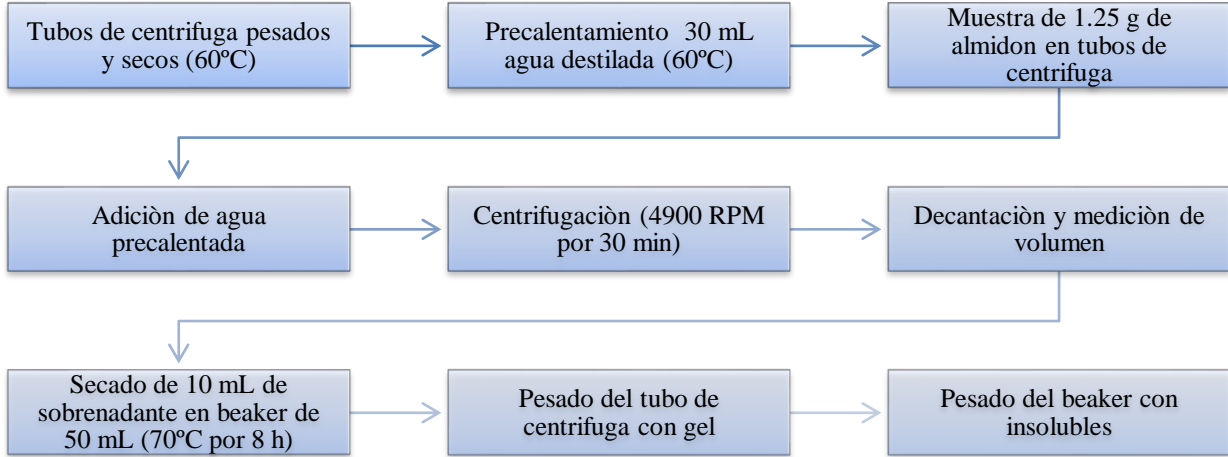


Figura 40. Diagrama de flujo del proceso para la determinación de índice de absorción de agua, índice de solubilidad de agua, y poder de hinchamiento (Anderson et al., 1969).

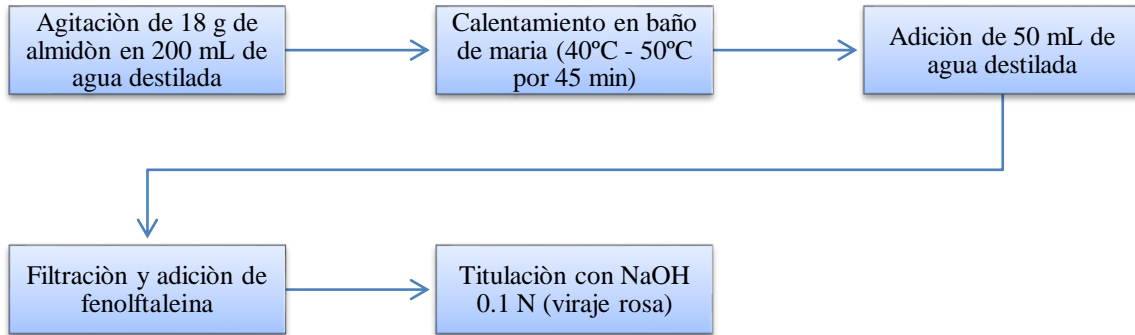


Figura 41. Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de acidez (942.05/90 de la A.O.A.C.)

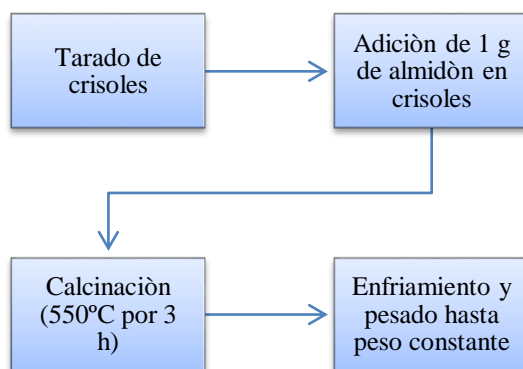


Figura 42. Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de cenizas (AOAC 942.05, 2000)

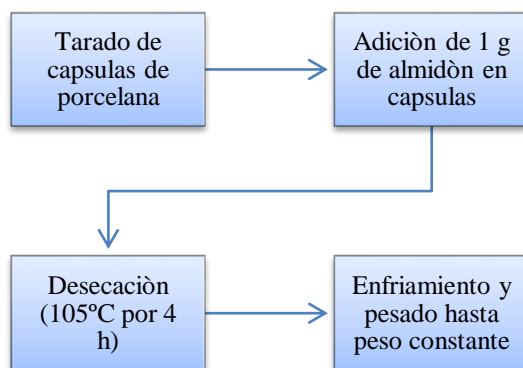


Figura 43. Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de humedad (ISO 6496, 1999)

## 10.2. Datos estadísticos ANOVA

| Origen de las variaciones | Suma de cuadrados | Grados de libertad | Promedio de los cuadrados | F           | Probabilidad | Valor crítico para F |
|---------------------------|-------------------|--------------------|---------------------------|-------------|--------------|----------------------|
| Entre grupos              | 615,5916662       | 7                  | 87,9416666                | 449248,2411 | 3,98741E-41  | 2,6571966            |
| Dentro de los grupos      | 0,003132047       | 16                 | 0,000195753               |             |              |                      |
| Total                     | 615,5947983       | 23                 |                           |             |              |                      |

Tabla 17. Aplicación ANOVA en parámetros fisicoquímicos determinados en almidón de plátano

## 10.2. Metodologías caracterización fisicoquímica de gel en pectina

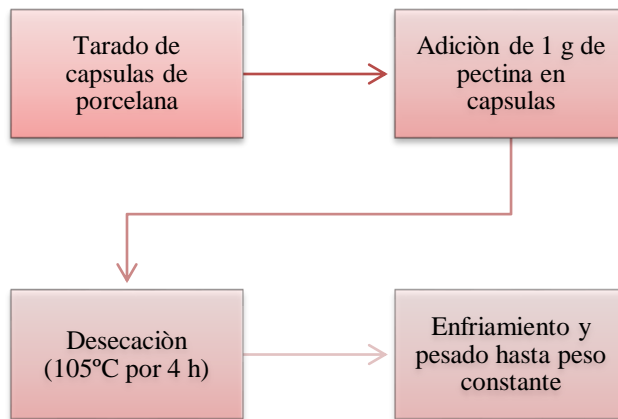


Figura 44. Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de humedad (NTC-512)

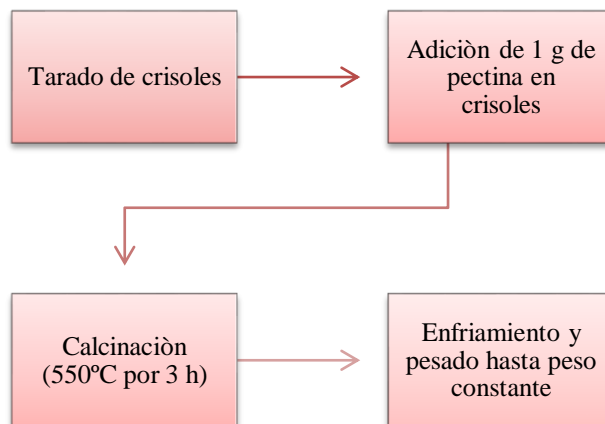


Figura 45. Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de cenizas (NTC-518)

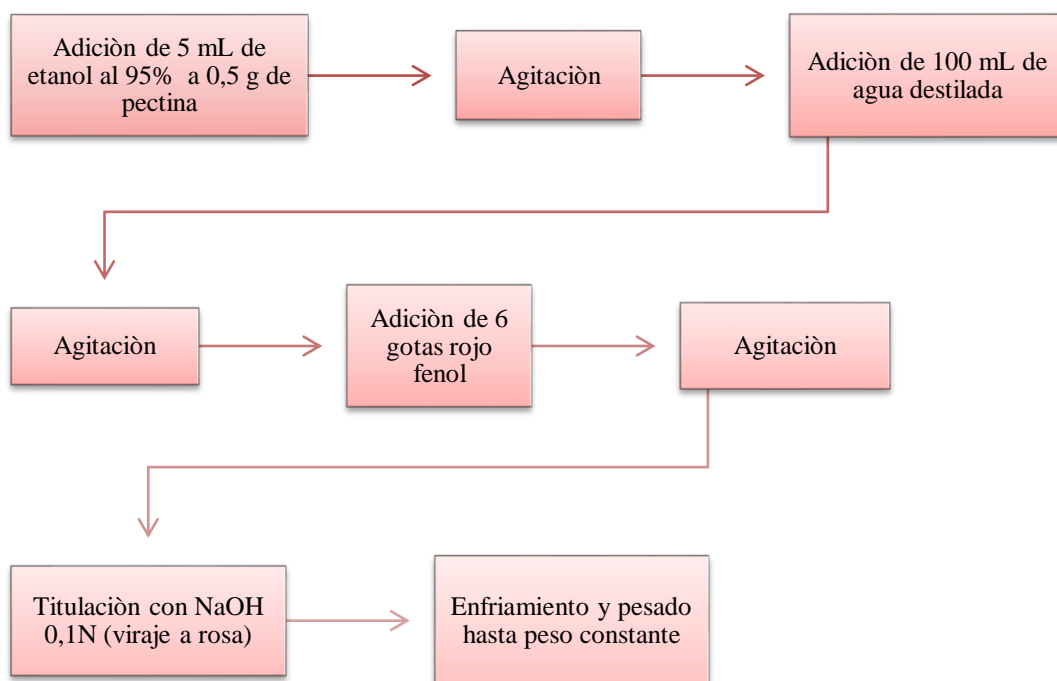


Figura 46. Diagrama de flujo del proceso para la determinación del peso equivalente (PE) y acidez libre (AL). Owens, H.; Miers, J. y Maclay, W. (1948).

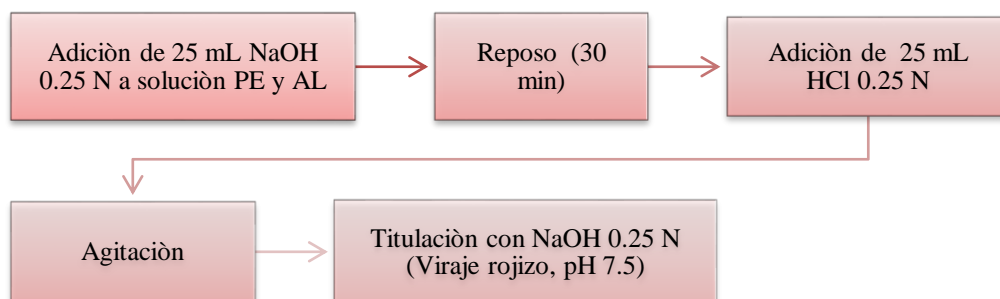


Figura 47. Diagrama de flujo del proceso para la determinación de porcentaje de metoxilo (ME), grado de esterificación (GE), y porcentaje de ácido anhidro galacturónico (AAG). Owens, H.; Miers, J. y Maclay, W. (1948).

### 10.2.1. Datos estadísticos ANOVA

|  | Origen de las variaciones | Suma de cuadrados | Grados de libertad | Promedio de los cuadrados | F        | Probabilidad | Valor crítico para F |
|--|---------------------------|-------------------|--------------------|---------------------------|----------|--------------|----------------------|
| Peso equivalente (mg pectina/meq NaOH)     | Entre grupos              | 964977678         | 2                  | 482488838,78              | 222,39   | 2,35821E-06  | 5,14                 |
|  | Dentro de los grupos      | 13017609          | 6                  | 2169601,44                |          |              |                      |
|  | Total                     | 977995286         | 8                  |                           |          |              |                      |
| Acidez libre (meq NaOH/g componente ácido) | Entre grupos              | 0,041             | 2                  | 0,02045                   | 196,54   | 3,39818E-06  | 5,14                 |
|  | Dentro de los grupos      | 0,001             | 6                  | 0,00010                   |          |              |                      |
|  | Total                     | 0,042             | 8                  |                           |          |              |                      |
| Contenido de metoxilo (%)                  | Entre grupos              | 0,169             | 2                  | 0,08440                   | 418,50   | 3,60555E-07  | 5,14                 |
|  | Dentro de los grupos      | 0,001             | 6                  | 0,00020                   |          |              |                      |
|  | Total                     | 0,170             | 8                  |                           |          |              |                      |
| Grado de esterificación (%)                | Entre grupos              | 1570,063          | 2                  | 785,03167                 | 30132,07 | 9,86614E-13  | 5,14                 |
|  | Dentro de los grupos      | 0,156             | 6                  | 0,02605                   |          |              |                      |
|  | Total                     | 1570,220          | 8                  |                           |          |              |                      |
| Contenido de ácido galacturónico (%)       | Entre grupos              | 2,321             | 2                  | 1,16069                   | 505,53   | 2,05313E-07  | 5,14                 |
|  | Dentro de los grupos      | 0,014             | 6                  | 0,00230                   |          |              |                      |
|  | Total                     | 2,335             | 8                  |                           |          |              |                      |
| Humedad (%)                                | Entre grupos              | 0,048             | 2                  | 0,02410                   | 0,16     | 0,858045902  | 5,14                 |
|  | Dentro de los grupos      | 0,921             | 6                  | 0,15343                   |          |              |                      |
|  | Total                     | 0,969             | 8                  |                           |          |              |                      |
| Cenizas (%)                                | Entre grupos              | 0,000             | 2                  | 0,00013                   | 0,06     | 0,943141983  | 5,14                 |
|  | Dentro de los grupos      | 0,014             | 6                  | 0,00226                   |          |              |                      |
|  | Total                     | 0,014             | 8                  |                           |          |              |                      |
| pH   | Entre grupos              | 0,5               | 2                  | 0,25                      | 65535    | #¡NUM!       | 5,14                 |
|  | Dentro de los grupos      | 0                 | 6                  | 0                         |          |              |                      |
|  | Total                     | 0,5               | 8                  |                           |          |              |                      |

Tabla 18. Aplicación ANOVA en parámetros fisicoquímicos determinados en pectina en gel

### 10.3. Metodologías caracterización fisicoquímica del hidrogel

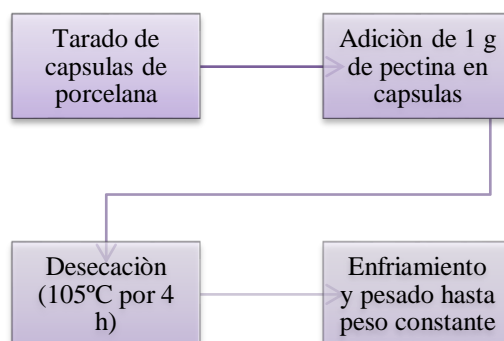


Figura 48. Diagrama de flujo del proceso para la determinación del porcentaje de humedad (NTC-512)

### 10.3.1. Datos estadísticos ANOVA

| <i>Origen de las variaciones</i> | <i>Suma de cuadrados</i> | <i>Grados de libertad</i> | <i>Promedio de los cuadrados</i> | <i>F</i> | <i>Probabilidad</i> | <i>Valor crítico para F</i> |
|----------------------------------|--------------------------|---------------------------|----------------------------------|----------|---------------------|-----------------------------|
| Entre grupos                     | 25,47                    | 2,00                      | 12,74                            | 542,44   | 0,00000017          | 5,14                        |
| Dentro de los grupos             | 0,14                     | 6,00                      | 0,02                             |          |                     |                             |
| Total                            | 25,61                    | 8,00                      |                                  |          |                     |                             |

Tabla 19. Aplicación ANOVA en porcentajes de humedad del hidrogel copolimerizado variando el biopolimero.

### 10.3.2. Determinación de porcentaje de retención de líquidos



Figura 49. Muestras de hidrogel sumergidas en agua destilada, correspondiente a la tabla 15



Figura 50. Muestras de hidrogel sumergidas en etanol al 70%, correspondiente a la tabla 15

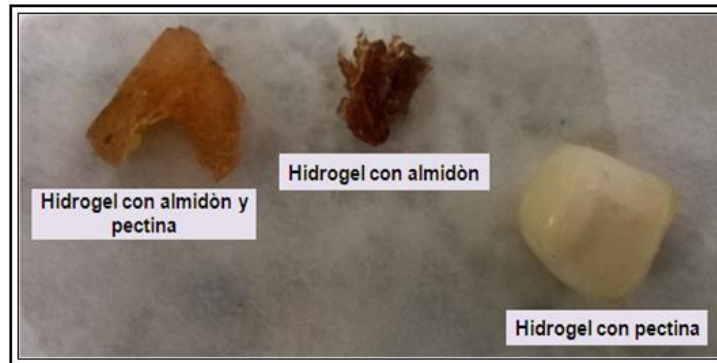


Figura 51. Muestras de hidrogel sumergidas en solución de cloruro de sodio al 1% correspondiente a la tabla 15

### 10.3.3. Propiedades mecánicas del hidrogel

| <i>Origen de las variaciones</i> | <i>Suma de cuadrados</i> | <i>Grados de libertad</i> | <i>Promedio de los cuadrados</i> | <i>F</i> | <i>Probabilidad</i> | <i>Valor crítico para F</i> |
|----------------------------------|--------------------------|---------------------------|----------------------------------|----------|---------------------|-----------------------------|
| Entre grupos                     | 0,106025                 | 3                         | 0,035                            | 706,833  | 4,90E-10            | 4,066                       |
| Dentro de los grupos             | 0,0004                   | 8                         | 5E-05                            |          |                     |                             |
| Total                            | 0,106425                 | 11                        |                                  |          |                     |                             |

Tabla 20. Aplicación ANOVA en Medidas de fractura (KgF).