



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y
MECÁNICA**

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

**TRABAJO DE TITULACIÓN, PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL
TÍTULO DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**TEMA: DESARROLLO DE BOLSAS BIODEGRADABLES PARA
AGROCULTIVO A PARTIR DE CÁSCARA DE BANANO DE RECHAZO
(*Musa balbisiana*) Y ESTUDIO DE LA LIBERACIÓN CONTROLADA DE
COMPUESTOS ACTIVOS EN EL SUELO**

AUTORA: JÁCOME FONSECA, MICHELLE DEL ROCÍO

DIRECTOR: Ph.D RODRÍGUEZ MAECKER, ROMAN NICOLAY

LATACUNGA

2019



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

CERTIFICACIÓN

Certifico que el trabajo de titulación, “**DESARROLLO DE BOLSAS BIODEGRADABLES PARA AGROCULTIVO A PARTIR DE CÁSCARA DE BANANO DE RECHAZO (*Musa balbisiana*) Y ESTUDIO DE LA LIBERACIÓN CONTROLADA DE COMPUESTOS ACTIVOS EN EL SUELO**” fue realizado por la señorita **Jácome Fonseca, Michelle del Rocío**, ha sido revisado en su totalidad, analizado por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto cumple con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar a para que lo sustente públicamente.



Latacunga, 5 de noviembre del 2019

Dr. Rer. Nat., Ph.D Rodríguez Maecker, Roman Nicolay

DIRECTOR

C.C.: 1712082120



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

AUTORÍA DE REPOSABILIDAD

Yo, **Jácome Fonseca, Michelle del Rocío**, declaro que el contenido, ideas y criterios del trabajo de titulación: **“DESARROLLO DE BOLSAS BIODEGRADABLES PARA AGROCULTIVO A PARTIR DE CÁSCARA DE BANANO DE RECHAZO (*Musa balbisiana*) Y ESTUDIO DE LA LIBERACIÓN CONTROLADA DE COMPUESTOS ACTIVOS EN EL SUELO”** es de mi autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas.

Consecuentemente el contenido de la investigación mencionada es veraz.

Latacunga, 5 de noviembre del 2019

A handwritten signature in blue ink, which appears to read 'Michelle del Rocío Jácome', is written over a faint, larger version of the same signature.

Jácome Fonseca, Michelle del Rocío

C.C: 1721597811



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA PETROQUÍMICA

AUTORIZACIÓN

Yo, **Jácome Fonseca, Michelle del Rocío** autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de titulación: **“DESARROLLO DE BOLSAS BIODEGRADABLES PARA AGROCULTIVO A PARTIR DE CÁSCARA DE BANANO DE RECHAZO (*Musa balbisiana*) Y ESTUDIO DE LA LIBERACIÓN CONTROLADA DE COMPUESTOS ACTIVOS EN EL SUELO”** en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi responsabilidad.

Latacunga, 5 de noviembre del 2019



Jácome Fonseca, Michelle del Rocío

C.C.: 1721597811

DEDICATORIA

“Mirando atrás, estoy lleno de gratitud,
mirando hacia adelante, me lleno de visión,
mirando hacia arriba, me lleno de fuerza,
mirando hacia dentro, descubro la paz”.

Proverbio Indígena.

A mi madre, Rocío Fonseca, por todo tu amor, confianza, entrega y apoyo incondicional. Gracias por encaminarme durante todas las etapas de mi vida, nunca dejarme sola y ser mi ejemplo a seguir.

A mi padre, Ezequiel Jácome, por todo el esfuerzo, amor y sacrificio. Gracias por ser mi ejemplo de valentía eres un guerrero, no lo hubiera logrado sin ti. Mi héroe, mi primer amor.

A mi hermana, Nina Jácome, por ser la luz en mi vida, gracias por tu carisma, tu locura, tu amor, tu apoyo, tus travesuras y por siempre sacarme una sonrisa, te amo con todo mi ser, eres el mejor regalo que la vida me pudo dar. Tienes todo para brillar.

A mis abuelitos, Marco y Carmen, por su apoyo, comprensión y amor incondicional a lo largo de todo el camino, nunca me falten.

A tí M080, mi compañera de vida, te dedico este triunfo porque a pesar de todo el dolor y las lágrimas me enseñaste como vivir juntas, porque desde tu inesperada y pronta llegada soy una mujer VALIENTE. A tí porque sacaste lo mejor de mí, porque me convertiste en una guerrera, pero más que nada porque gracias a tí tuve, tengo y tendré el coraje de amar, cantar, bailar, vivir, soñar y continuar.

AGRADECIMIENTO

Me van a faltar páginas para agradecer a Ezequiel, Rocío, Nina, Marco y Carmen, por nunca dudar de mí, por caminar conmigo en cada paso que doy, enseñarme que el amor es el arma más poderosa en el universo y amar mis raíces.

Asimismo gracias a toda mi familia, mis tíos, tías, prima y primos Fonseca's por su apoyo incondicional, risas y unión, gracias por estar siempre presentes. Familia es familia.

A mis mejores amigas Stephanie, Priscila, Sarahí y Fernanda por siempre estar en mi vida rompiendo las barreras de la distancia y tiempo, por su apoyo y amistad incondicional. Amigas como ustedes son un tesoro difícil de encontrar.

A mis profesores y amigos, PhD. Roman Rodríguez y MSc. David Luna gracias por compartir sus conocimientos y experiencias, tanto académicas como personales, pues han sido mi guía durante este trabajo y mi etapa universitaria. Asimismo a la PhD. Mirari Arancibia por su apertura y colaboración en el desarrollo de este trabajo.

A la Universidad Técnica Ambato a través del Proyecto de investigación “Desarrollo de películas biodegradables activas a partir de harina de plátano (Genero Musa) de rechazo y su aplicación Agroalimentaria”, bajo la coordinación de la Dra. Mirari Arancibia y aprobado por el Honorable Consejo Universitario mediante Resolución 1313-CU-P-2015.

A mis amigos y colegas, Daya, Katy y Dannes, GLICOLES, gracias por el apoyo mutuo desde el primer día, pero más que nada gracias por las risas, las aventuras, las locuras y por nunca pavimentarme la naturalidad.

Gracias a Charlotte English School por brindarme todas las herramientas posibles para romper las barreras del idioma y enseñarme que “Aprender otro idioma no es solamente aprender palabras diferentes para las mismas cosas, sino aprender otra manera de pensar acerca de las cosas”. Flora Lewis.

A María Eugenia Gómez, mi reumatóloga, por todo el apoyo médico y personal durante la etapa más difícil de mi vida, gracias por nunca negarme su atención médica y devolverme mis facultades con sus conocimientos, le estoy eternamente agradecida, me devolvió la vida.

Michelle.

ÍNDICE DE CONTENIDOS**CARÁTULA****CERTIFICACIÓNi****AUTORÍA DE REPOSABILIDAD.....ii****AUTORIZACIÓN iii****DEDICATORIAiv****AGRADECIMIENTOv****ÍNDICE DE CONTENIDOSvii****ÍNDICE DE TABLASxiv****ÍNDICE DE FIGURASxvi****INDICE DE ECUACIONES.....xix****ÍNDICE DE ABREVIATURASxx****RESUMENxxii****ABSTRACT xxiii****CAPÍTULO I****GENERALIDADES**

1.1 Introducción..... 1

1.2 Planteamiento del problema 3

1.3	Justificación e importancia	4
1.4	Objetivos.....	5
1.4.1	Objetivo General.....	5
1.4.2	Objetivos Específicos	6
1.5	Variables dependientes e independientes	6
1.5.1	Variables Dependientes	6
1.5.2	Variables Independientes.....	6
1.6	Hipótesis	7

CAPÍTULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1	Banano.	8
2.1.1	Origen.	8
2.1.2	Características.....	8
2.1.3	Taxonomía.	9
2.1.4	Composición química de harinas de banano verde (<i>Musa balbisiana</i>).	9
a.	Almidón.	10
2.1.5	Banano en Ecuador.....	11
2.1.6	Banano de rechazo en Ecuador.....	12

2.2	Polímeros.....	12
2.2.1	Polimerización.....	13
2.2.2	Tipos de polimerización.....	13
a.	Polimerización por adición.....	13
b.	Polimerización por condensación.....	13
2.2.3	Biopolímeros.....	14
2.2.4	Aplicaciones de biopolímeros.....	14
2.3	Componentes de biopolímeros.....	15
2.3.1	Matriz polimérica.....	15
a.	Polisacáridos.....	16
b.	Proteínas.....	16
c.	Lípidos.....	17
d.	Componentes mixtos.....	17
2.3.2	Plastificantes.....	18
2.3.3	Modificadores químicos.....	18
2.3.4	Reticulantes.....	19
2.4	Compuestos activos.....	19
2.4.1	Aceites esenciales.....	19
a.	Aceite esencial Orégano.....	19

b.	Aceite esencial Muña.....	20
c.	Aceite esencial Palo Santo.....	20
2.5	Envases activos.....	20
2.5.1	Incorporación de agentes antimicrobianos en matrices poliméricas.	21
2.6	Sistemas de liberación controlada.	21

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE DESARROLLO DEL PROYECTO

3.1	Equipos, materiales y reactivos.	22
3.1.1	Equipos.....	22
3.1.2	Materiales.....	23
3.1.3	Reactivos.	23
3.2	Recolección y Acondicionamiento de la materia prima.....	24
3.2.1	Recolección del banano verde de rechazo (<i>Musa balbisiana</i>).	24
3.2.2	Acondicionamiento del banano verde de rechazo (<i>Musa balbisiana</i>).....	24
3.3	Preparación de bolsas biodegradables.	25
3.3.1	Primera capa.....	25
3.3.2	Segunda capa.....	26
3.4	Propiedades fisicoquímicas.	28

3.4.1	Solubilidad en agua.	28
3.4.2	Permeabilidad al vapor de agua (PVA).	29
3.4.3	Contenido de humedad.	30
3.4.4	Espesor.....	31
3.5	Propiedades mecánicas.	31
3.5.1	Resistencia a la tracción y porcentaje de elongación.	31
3.6	Biodegradabilidad.....	33
3.7	Propiedades térmicas.	34
3.7.1	Calorimetría diferencial de barrido (DSC).	34
3.7.2	Análisis termogravimétrico (TGA).	34
3.8	Estudio de envejecimiento de las bolsas de agrocultivo.....	35
3.9	Siembra de tomate riñón (<i>Solanum lycopersicum</i>).....	36
3.10	Muestreo de suelo.....	38
3.11	Diseño experimental.	40
3.12	Difusión de compuestos activos en suelo.	41

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1	Rendimiento del banano verde de rechazo (<i>Musa balbisiana</i>).....	44
-----	-------------------------------------------------------------------------	----

4.2	Preparación de bolsas biodegradables.	44
4.2.1	Concentración de plastificante en la matriz polimérica.....	44
4.2.2	Concentración de compuestos activos en la matriz polimérica.	45
4.2.3	Películas biodegradables bicapa.	46
4.3	Propiedades fisicoquímicas.	48
4.3.1	Solubilidad en agua.	48
4.3.2	Permeabilidad al vapor de agua.....	49
4.3.3	Contenido de humedad.....	51
4.3.4	Espesor.....	52
4.4	Propiedades mecánicas.....	53
4.4.1	Resistencia a la tracción y porcentaje de elongación.	53
4.5	Biodegradabilidad.....	55
4.6	Propiedades térmicas.	57
4.6.1	Calorimetría diferencial de barrido (DSC).	57
4.6.2	Análisis termogravimétrico (TGA).	58
4.7	Envejecimiento de las bolsas biodegradables.....	60
4.8	Difusión de compuestos activos en suelo.....	64
4.8.1	Curvas de calibración.	64
4.8.2	Análisis estadístico.	64

4.8.3	Estudio de la liberación de compuestos activos.	72
-------	------------------------------------------------------	----

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

7.1	Conclusiones.....	77
-----	-------------------	----

7.2	Recomendaciones	80
-----	-----------------------	----

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82
-----------------------------------------	-----------

ANEXOS.....	91
--------------------	-----------

ANEXO A. Espectros FTIR de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial.

ANEXO B. Espectro topográfico de curvas de calibración.

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Descripción taxonómica del banano verde.....	9
Tabla 2 Composición química de harina de pulpa (HPBV) y harina de cáscara (HCBV).....	9
Tabla 3 Tipos de cadenas poliméricas.....	12
Tabla 4 Aplicaciones de biopolímeros.	14
Tabla 5 Codificación de factores y niveles para el diseño factorial multinivel.....	40
Tabla 6 Condiciones de operación del FlavourSpec.	42
Tabla 7. Rendimiento de banano verde de rechazo (Musa balbisiana).	44
Tabla 8 Concentración de plastificante pruebas preliminares.....	45
Tabla 9 Solubilidad en agua (% S) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).....	48
Tabla 10 Tabla ANOVA para solubilidad en agua por tratamiento.....	48
Tabla 11 Permeabilidad al vapor de agua (PVA) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).....	49
Tabla 12 Tabla ANOVA para permeabilidad al vapor de agua por tratamiento.....	50
Tabla 13 Humedad (% MC) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).	51
Tabla 14 Tabla ANOVA para humedad por tratamiento.	51
Tabla 15 Espesor de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).	52

Tabla 16 Tabla ANOVA para espesor por tratamiento.....	53
Tabla 17 Resistencia a la tracción (MPa) y porcentaje de elongación (%) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).....	54
Tabla 18 Tabla ANOVA para resistencia a la tracción por tratamiento.....	54
Tabla 19 Tabla ANOVA para porcentaje de elongación por tratamiento.....	54
Tabla 20 Biodegradabilidad en suelo (D) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).....	55
Tabla 21 Análisis termogravimétrico de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).....	59
Tabla 22 Picos característicos de los espectros FTIR de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M).....	62
Tabla 23 Tabla ANOVA para el estudio de la liberación controlada de AEs en el suelo.....	65
Tabla 24 Punto óptimo para la mayor concentración de AE liberado.....	72
Tabla 25 Condiciones ambientales durante el estudio de liberación controlada de compuestos activos.....	72

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Partes de la planta de la familia Musaceae.	8
Figura 2 Estructura química de la amilosa.	10
Figura 3 Estructura química de la amilopectina.	11
Figura 4 Fuentes naturales formadoras de matrices poliméricas.	15
Figura 5 Cáscara (a) y pulpa (b) de banano verde de rechazo.	24
Figura 6 Harina de pulpa (a) y harina de cáscara (b).	25
Figura 7 Preparación de la solución filmogénica.	26
Figura 8 Películas biodegradables primera capa (a), segunda capa (b).	27
Figura 9 Selladora de calor constante tipo mordaza – THOR (a), termosellado lateral (b), termosellado inferior (c).	27
Figura 10 Bolsa de agrocultivo.	28
Figura 11 Solubilidad en agua (a), filtrado (b), secado (c).	28
Figura 12 Recipiente (sílica gel + película) (a), desecador (100% HR) (b).	29
Figura 13 Peso de la muestra (a), desecación (b), porcentaje de humedad (c).	31
Figura 14 Determinación del espesor.	31
Figura 15 Máquina universal de ensayos (a), ensayo de tracción (b), deformación final (c).	32
Figura 16 Ensayo enterrado de películas (a), Biodegradabilidad final (b).	33
Figura 17 Calorímetro diferencial de barrido – METTLER TOLEDO.	34
Figura 18 Analizador termogravimétrico – Perkin Elmer.	35
Figura 19 Espectrofotómetro infrarrojo FTIR – PerkinElmer.	36
Figura 20 Siembra de plántula (a), llenado de bolsa de agrocultivo (b).	37
Figura 21 Llenado de macetas con sustrato (a), Trasplante (b).	38

Figura 22 Barreno para muestreo de suelo.....	38
Figura 23 Posiciones para muestreo (semanal).....	39
Figura 24 Muestreo de macetas semanal.....	39
Figura 25 Analizador de compuestos volátiles – GAS.	41
Figura 26 Diagrama del sistema de flujo de gas del FlavourSpec.	42
Figura 27 Dilución de aceite esencial muña (a), orégano (b) y palo santo (c).	42
Figura 28 Espectro topográfico de la concentración de AE orégano en la película 4% v/v (a), 3% v/v (b), 2% v/v (c) y 0,5% v/v (d).	46
Figura 29 Película biodegradable bicapa.	47
Figura 30 Biodegradabilidad en suelo de las películas impregnadas con aceite esencial palo santo (celeste), orégano (rojo), muña (negro) y sin aceite esencial (verde).	56
Figura 31 Termogramas DSC de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (verde), orégano (naranja), muña (celeste) y sin aceite esencial (café).....	57
Figura 32 Termogramas de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (celeste), orégano (naranja), muña (verde) y sin aceite esencial (rojo).	58
Figura 33 Espectro FTIR de película biodegradable impregnadas con aceite esencial muña inicial primera capa (día 1).....	61
Figura 34 Curvas de calibración aceite esencial muña (rosado), orégano (rojo) y palo santo (celeste).....	64
Figura 35 Gráfica de probabilidad normal para la concentración de AE.....	68
Figura 36 Diagrama de Pareto estandarizada para la concentración de AE.....	68
Figura 37 Superficie de respuesta estimada (a) AEs Vs. distancia, AEs Vs. dirección (b),	

AEs Vs. tiempo de medición (c), distancia Vs. tiempo de medición (d), dirección Vs. tiempo de medición (e), dirección Vs. distancia (f).....	71
Figura 38 Liberación controlada de AE palo santo semana 1 (verde), semana 2 (rosado), semana 3 (amarillo) y semana 4 (azul).....	73
Figura 39 Liberación controlada de AE orégano semana 1 (verde), semana 2 (rosado), semana 3 (amarillo) y semana 4 (azul).....	74
Figura 40 Liberación controlada de AE muña semana 1 (verde), semana 2 (rosado), semana 3 (amarillo) y semana 4 (azul).....	75
Figura 41 Liberación controlada de AE muña (morado), orégano (rosado) y palo santo (verde) al interior de la bolsa de agrocultivo.....	76

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1 Rendimiento de harina de harina de banano verde de rechazo.....	25
Ecuación 2 Porcentaje de solubilidad.....	29
Ecuación 3 Permeabilidad al vapor de agua.....	30
Ecuación 4 Porcentaje de elongación.....	32
Ecuación 5 Resistencia a la tracción.....	32
Ecuación 6 Porcentaje de degradabilidad.....	33
Ecuación 7 Concentración de AE difundido (% v/v).....	67

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

%MC. Contenido de humedad.

%BD. Biodegradación.

%E. Porcentaje de elongación.

%S. Solubilidad en agua.

%T. Transmitancia.

AE. Aceite esencial.

AE M. Aceite esencial muña.

AE O. Aceite esencial orégano.

AE PS. Aceite esencial palo santo.

AEs. Aceites esenciales.

BVR. Banano verde de rechazo.

DSC. Calorimetría diferencial de barrido.

FTIR. Espectrofotometría infrarojo con transformada de Fourier.

GC. Cromatografía de gases.

GC-IMS. Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de movilidad iónica.

HBVR. Harina de banano verde de rechazo.

HCBVR. Harina de cáscara de banano verde de rechazo.

HPBVR. Harina de pulpa de banano verde de rechazo.

IMS. Espectrometría de movilidad iónica

P-AE M. Película con aceite esencial muña.

P-AE O. Película con aceite esencial orégano.

P-AE PS. Película con aceite esencial palo santo.

P-Blanco. Película sin aceite esencial o blanco.

PEBD. Polietileno de baja densidad.

Tg. Temperatura de transición vítrea.

TGA. Análisis termogravimétrico.

TS. Resistencia a la tracción.

VOCs. Compuestos orgánicos volátiles.

PVA. Permeabilidad al vapor de agua.

RESUMEN

Se desarrollaron bolsas biodegradables para agrocultivo a partir de harina de banano verde de rechazo, impregnadas individualmente con aceite esencial de orégano, muña y palo santo, a fin de estudiar la liberación de compuestos activos en el suelo. Las bolsas de agrocultivo activas se elaboraron mediante la técnica de moldeo o “casting” en bicapa, utilizando glicerol al 1.5% (w/v) en la primera capa y aceite esencial al 4% (v/v) en la segunda capa. Las propiedades fisicoquímicas y mecánicas indican que la bolsa no se desintegra al contacto con agua, en el proceso de llenado con sustrato y riego periódico de la especie trasplantada; el estudio de biodegradabilidad reveló que se tiene un 100% de biodegradación durante dos meses, es decir, es un proceso que permite el manejo del cultivo sin problema. El estudio de liberación controlada de aceites esenciales se llevó a cabo mediante un diseño experimental factorial multinivel, donde las variables evaluadas para determinar la concentración de los aceites esenciales fueron: dirección, distancia y tiempo de muestreo. El análisis estadístico reveló que la tendencia de liberación de aceites esenciales desde la bolsa de agrocultivo es AE Orégano > AE Palo Santo > AE Muña, donde además existe una mayor concentración de compuesto activo a 0.5cm de distancia para cada uno de los aceites esenciales estudiados, debido a la difusión de los VOCs hacia el ambiente y la interacción con el sustrato. Finalmente, las bolsas activas para agrocultivo son sustitutos ideales de las bolsas tradicionales de polietileno de baja densidad.

PALABRAS CLAVE:

- **POLÍMEROS BIODEGRADABLES**
- **BANANO VERDE**
- **ACEITES ESENCIALES**
- **CROMATOGRAFÍA DE GASES**
- **ESPECTROMETRÍA DE MOVILIDAD IÓNICA**

ABSTRACT

Agrocultive biodegradable bags were developed from rejection green banana flour, individually impregnated with oregano, muña and palo santo essential oil, in order to study the release of active compounds in the soil. Agrocultive active bags were made using the bilayer molding or “casting” technique, using 1.5% glycerol (w/v) in the first layer and 4% (v/v) essential oil in the second layer. The physicochemical and mechanical properties indicate the bag does not disintegrate on contact with water, in the filling process with substrate and periodic irrigation of the transplanted species; the biodegradability study revealed that it has 100% biodegradation for two months, in other words, it is a process that allows crop management without problema. The study of controlled release of essential oils was carried out through a multilevel factorial experimental design, where the variables evaluated to determine the concentration of essential oils were: direction, distance and sampling time. Statistical analysis revealed that the trend of release of essential oils from the agricultural stock market is EO Oregano > EO Palo Santo > EO Muña, where also exist a higher concentration of active compound 0.5cm away for each of the essential oils studied, due to the diffusion of the VOCs towards the environment and the interaction with the substrate. Finally, agrocultive active bags are ideal substitutes for traditional low density polyethylene bags.

KEYWORDS:

- **BIODEGRABABLE POLYMERS**
- **GREEN BANANA**
- **ESSENTIAL OILS**
- **GAS CHROMATOGRAPHY (GC)**
- **ION MOBILITY SPECTROMETRY (IMS)**

CAPÍTULO I

GENERALIDADES

1.1 Introducción

En la actualidad, los polímeros tales como lana, celulosa, almidón, algodón, proteínas, caucho natural (látex o hule) comprenden un amplio espectro de aplicaciones y han estado presentes en la naturaleza desde sus comienzos. A partir de ellos se desarrolló gran variedad de objetos cotidianos como fibras, telas, neumáticos, papel celofán, entre otros; siendo así, la poliamida 11 o rilsan, fue el primer bioplástico de tipo técnico que se introdujo en el mercado, y a partir de los años 90 surgieron bioplásticos más conocidos como el ácido poliláctico (PLA), los polihidroxicanoatos (PHAs) y almidones plastificados, los mismo que se favorecieron de los rápidos avances en la química verde para el uso de biomasa (NaturePlast, 2018).

Pero no fue hasta el año 1935 que Michael Perrin desarrolló un proceso para la síntesis industrial del polietileno de baja densidad (PEBD), convirtiéndolo en el primer polietileno con aplicaciones industriales hasta la actualidad. Es así que el uso de bolsas de polietileno de baja densidad en la agricultura se ha convertido en un problema difícil de manejar, debido a que el material no posee la capacidad de biodegradarse y, considerando que su función es de 3 a 6 meses, trae como consecuencia que las mencionadas bolsas se conviertan en desechos contaminantes si no se manejan de manera adecuada (Palechor et al., 2016; Roca, 2005).

Estudios varios demuestran que la adición directa de aceites esenciales en una matriz polimérica da como resultado una reducción inmediata de la población bacteriana, característica que puede aprovecharse para minimizar el uso de plaguicidas sintéticos en cultivos agrícolas, sin embargo su aplicación en películas comestibles es limitada y en bolsas de agrocultivo no se ha reportado investigaciones hasta el momento. A nivel mundial se utilizan plaguicidas que provocan numerosos

problemas ambientales y de salud, que no fueron previstos durante su introducción en el mercado. Sin embargo, el uso de bioplaguicidas como aceites esenciales (AEs), en agricultura desde hace aproximadamente dos milenios, tienen una menor participación en el mercado debido a que presentan una ciertas de limitaciones como la disponibilidad de materia prima, producción a gran escala y estandarización química de los extractos botánicos (Tramón, 2014).

Los aceites esenciales son compuestos que tienen una importante actividad como plaguicidas, pero son escasas las investigaciones respecto a su uso como agentes nematocidas en agricultura. Un estudio in vitro de la actividad nematocida de aceites esenciales (orégano, tomillo, eucalipto y romero) mostró que ellos brindan mejores resultados a una concentración de 0,75%, donde los aceites esenciales de orégano y tomillo fueron significativamente mejores, logrando una mortalidad del 100% tras 8 horas de exposición para el orégano y 100% de mortalidad a las 24 horas para el tomillo, por lo cual ofrecen posibilidades alentadoras de llegar a ser una alternativa al uso de nematocidas químicos en la industria agrícola (Iler, 2017).

Finalmente, y haciendo referencia a estudios de liberación de aceites esenciales en agricultura, Seydim et al. (2006) evaluaron las propiedades antimicrobianas de las películas biodegradables que contenían de 1.0–4.0% de aceites esenciales (orégano, romero, ajo) y se introdujo las películas en cultivos bacterianos y se encontró que la película con aceite esencial de orégano fue la más efectiva contra estas bacterias a un nivel del 2% que las que contienen extractos de ajo y romero ($P < 0.05$). El uso de aceite esencial de romero incorporado en películas no exhibió ninguna actividad antimicrobiana, mientras que el efecto inhibitor de la película que contenía aceite esencial de ajo se observó solo a niveles de 3% y 4% ($P < 0.05$). Por otro lado, Tramón (2014) desarrolló un modelo para la transferencia de masa de principios activos volátiles desde matrices poliméricas, para simular la liberación controlada de principios activos (timol y mentol)

impregnados en polietileno de baja densidad, para lo cual se desarrolló un dispositivo de liberación de los compuestos activos, mediante un proceso de moldeo para la determinación gravimétrica de las cinéticas de liberación sostenida, donde se pudo determinar que el modelo tipo Gas Polvoriento, acoplado con la predicción del coeficiente de interdifusión mediante teoría de Volumen Libre, representa adecuadamente el comportamiento de liberación controlada, concluyendo que ambos principios activos tienen potencial para su aplicación en control de enfermedades y plagas en la agroindustria.

1.2 Planteamiento del problema

Aun cuando en el Ecuador no hay registros estadísticos referentes al uso de plástico agrícola, PEBD, es indispensable para el mejoramiento de condiciones ambientales en viveros, favoreciendo el desarrollo e incrementando la productividad de los cultivos. De esta manera los agroplásticos se han convertido en eslabones esenciales de la cadena productiva, generando millones de toneladas de desechos plásticos cada año.

La agroindustria ecuatoriana genera una enorme masa de subproducto: sólidos, líquidos y gaseosos, algunos de los cuales son arrojados a vertederos a cielo abierto, convirtiéndose en focos de contaminación por su elevado contenido de materia orgánica (Cury et al., 2017; Peñafiel et al., 2015).

Una gran variedad de cultivos agrícolas presentan susceptibilidad al ataque de plagas, como los nemátodos que causan pérdidas anuales entre 11 y 14% en cultivos de importancia económica como leguminosas, granos, banano, yuca, coco, remolacha azucarera, caña de azúcar, papa, hortalizas y varios frutales, equivalentes a 80 billones de dólares por año. En Ecuador el uso de nematicidas ha incrementado constantemente, aun cuando su uso presenta sus limitaciones,

peligros e implicaciones sanitarias y medioambientales, las importaciones de estos productos han cuadruplicado su cantidad (Armendariz et al., 2015; Guzmán et al., 2012).

Por todo lo anteriormente mencionado es de suma importancia buscar alternativas que económicas y amigables con el medio ambiente, como es el aprovechamiento de las propiedades nematocidas de aceites esenciales por medio de la difusión en el suelo desde bolsas de agrocultivo biodegradables.

1.3 Justificación e importancia

La contaminación generada por los desperdicios plásticos y desechos agroindustriales constituye en la actualidad uno de los mayores problemas que más afecta al medio ambiente y la salud poblacional. Por consiguiente, el desarrollo de plásticos eco-amigables a partir de materias primas de origen renovable es esencial para satisfacer las necesidades de la población y cumplir con una alta degradabilidad, respetando así el Principio #10 de la Química Verde: “Diseñar productos fácilmente degradables al final de su vida útil”. Los productos químicos han de ser diseñados de tal manera que al culminar su función no persistan en el ambiente y puedan degradarse a derivados inertes o biodegradables (Pájaro, 2011).

Las pérdidas económicas en el Ecuador correspondientes al banano de rechazo pueden recuperarse aprovechándolo como harina con un alto contenido de almidón funcional, para la producción de polímeros biodegradables cuyas aplicaciones pueden ir desde bolsas para recolectar desperdicios hasta bolsas de agrocultivo amigables con el medioambiente, con la capacidad de descomponerse en abono y fertilizante. Además, la incorporación de compuestos activos en la matriz polimérica podría constituir una solución innovadora frente a la contaminación química del suelo, puesto que actúa como plaguicida ecológico al permitir la liberación de aceites esenciales.

Pero, ¿Por qué desarrollar un polímero biodegradable procedente de banano verde de rechazo impregnado con aceites esenciales? El uso de productos categorizados bajo la denominación de rechazo, que no tienen una retribución económica significativa y que no provienen de productos considerados de primera necesidad y de consumo masivo, contribuyen a la reducción de la contaminación generada por los desperdicios plásticos y desechos agroindustriales, al convertirse en productos útiles y con mayor valor agregado que generan ingresos económicos en la industria. Así mismo la presencia de aceites esenciales, provenientes de especies locales, en la matriz polimérica le confieren propiedades plaguicidas a las bolsas de agrocultivo, cumpliendo de esta manera con los requerimientos, especificaciones y necesidades del sector agrícola, que al ser usado en pequeñas concentraciones no representan un riesgo para el ser humano ni su entorno (Iler, 2017).

A pesar de las ventajas mencionadas anteriormente y hasta nuestro grado de conocimiento no se dispone de información referente al presente tema de investigación, es por ello que en el presente trabajo se utilizará la técnica de cromatografía de gases acoplada a espectrometría de movilidad iónica (GC-IMS) como una alternativa versátil para la detección sensible y selectiva de compuestos, para evaluar la difusión de los compuestos activos en el suelo, como una alternativa viable en la reducción del uso de bolsas de polietileno de baja densidad y la protección de cultivos de tomate riñón, frente al ataque de patógenos (Kanu & Hill, 2008).

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo General

Desarrollar bolsas biodegradables para agrocultivo a partir de cáscara de banano de rechazo (*Musa balbisiana*) y estudiar la liberación controlada de compuestos activos en el suelo.

1.4.2 Objetivos Específicos

- Acondicionar los residuos de banano de rechazo para su utilización como materia prima en el desarrollo de bolsas de agrocultivo biodegradables.
- Elaborar bolsas biodegradables en bicapa impregnadas individualmente con aceite esencial de orégano, muña y palo santo.
- Determinar las propiedades fisicoquímicas, mecánicas y biodegradabilidad de las películas biodegradables impregnadas con aceite esencial con base a normativa vigente.
- Evaluar el envejecimiento de las bolsas de agrocultivo biodegradables enterradas en suelo mediante espectrofotometría infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).
- Estudiar la liberación de los aceites esenciales de las bolsas de agrocultivo biodegradables en el suelo mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de movilidad iónica (GC-IMS).

1.5 Variables dependientes e independientes

1.5.1 Variables Dependientes

- Concentración en el suelo de aceite esencial de orégano.
- Concentración en el suelo de aceite esencial de muña.
- Concentración en el suelo de aceite esencial de palo santo.

1.5.2 Variables Independientes

- Dirección o ángulo de muestreo (°).
- Distancia de muestreo (cm).
- Tiempo de cada medición (semana).

1.6 Hipótesis

Las bolsas biodegradables para agrocultivo desarrolladas a partir de residuos de banano de rechazo impregnadas con aceite esencial pueden ser utilizadas como un material bioactivo.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

2.1 Banano.

2.1.1 Origen.

El banano se cultiva principalmente en áreas subtropicales y se sugiere que el origen de la especie es el Sudeste Asiático, ya que el origen exacto no se encuentra totalmente establecido. El enciclopedista romano Plinio, fue uno de los primeros escritores que describió la especie, donde relata que los sabios filosofaban a la sombra del banano y en muchas ocasiones no comían otra cosa que el fruto de dicha planta, es así que en el siglo XVIII, el botánico Linneo le dio el nombre de *Musa sapientum* (Musa de los sabios) (Solís, 2007).

2.1.2 Características.

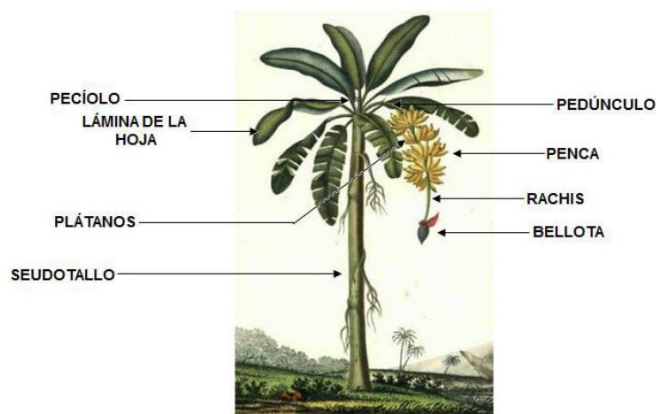


Figura 1. Partes de la planta de la familia Musaceae.

Fuente: (Blasco & Gómez, 2014).

Las partes que constituyen la planta de banano se ilustran en la Figura 1. El pseudotallo del banano mide entre 2-5 m, y su altura puede alcanzar 8 m incluyendo las hojas, así como también los frutos constituyen bayas falsas sin semilla de forma cilíndrica distribuidos racimos de 30-70 unidades que miden 20-40 cm de largo y 4-7 cm de diámetro (Blasco & Gómez, 2014; Cruz, 2017).

2.1.3 Taxonomía.

Tabla 1

Descripción taxonómica del banano verde.

Reino	Plantae
División	Magnoliophyta
Clase	Liliopsida
Orden	Zingiberales
Familia	Musaceae
Género	Musa L.
Especie	Musa balbisiana

Fuente: (Cruz, 2017).

2.1.4 Composición química de harinas de banano verde (*Musa balbisiana*).

La harina de banano verde de rechazo (HBVR) constituye una fuente rica en carbohidratos como el almidón, tanto en la cáscara como en la pulpa, el cual es mayor al final del proceso de maduración del banano verde (Montoya & Quintero, 2014). La composición química de la harina de pulpa (HPBV) y harina de cáscara de banano verde de rechazo (HCBV) se detallan en la Tabla 2.

Tabla 2

Composición química de harina de pulpa (HPBV) y harina de cáscara (HCBV).

Composición química (g/100g)	Harinas	
	HPBV	HCBV
Humedad	3,17 ± 0,13	2,21 ± 0,11
Cenizas	2,54 ± 0,12	2,33 ± 0,01
Proteína	4,60 ± 1,23	7,52 ± 1,13
Grasas	0,48 ± 0,02	9,04 ± 0,42
Carbohidratos	84,4 ± 1,26	70,0 ± 167
Fibra	4,77 ± 0,01	8,89 ± 0,01

Fuente: (Castelo et al., 2017).

2.1.4.1 Almidón.

Químicamente, es un polisacárido semicristalino compuesto por D-glucopiranosas unidas entre sí mediante enlaces glucosídicos, contiene alrededor del 20% de una fracción soluble en agua llamada amilosa, y el 80% de una insoluble, conocida como amilopectina. Ambas fracciones parecen corresponder a dos carbohidratos diferentes, de peso molecular elevado y fórmula $(C_6H_{10}O_5)_n$ (Morrison & Boyd, 1998; Tovar, 2008).

2.1.4.1.1 Amilosa.

La amilosa es un polímero lineal formado por D-glucopiranosas unidas entre sí por enlaces α -(1-4) que representan un 99% de su estructura; también se ha comprobado la presencia de ciertas ramificaciones unidas por enlaces α -(1-6). Dichas ramificaciones se encuentran de manera espaciada e infrecuente, lo que permite observar su comportamiento esencialmente lineal como se indica en la Figura 2 (Tovar, 2008).

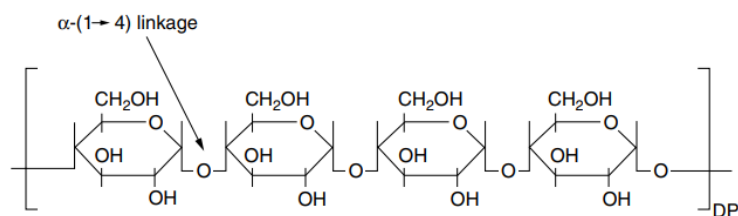


Figura 2. Estructura química de la amilosa.

Fuente: (Liu, 2005).

2.1.4.1.2 Amilopectina.

La amilopectina es un polímero semicristalino y altamente ramificado, formado por unidades de D-glucopiranosas unidas mediante enlaces α -(1-4) que representan un 92 a 96%; con puntos de ramificación unidos mediante enlaces α -(1-6) que representan un 5 a 6% de su estructura, como se indica en la Figura 3. Dichas ramificaciones se localizan aproximadamente cada 15 o 25 unidades

D-glucopiranosas, aunque el rango puede excederse a 19 o 31 unidades dependiendo del contenido de amilosa en el almidón (Tovar, 2008).

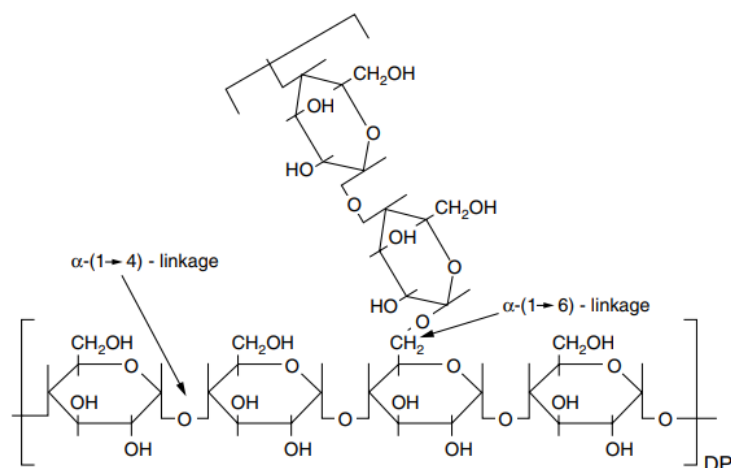


Figura 3. Estructura química de la amilopectina.

Fuente: (Liu, 2005).

2.1.5 Banano en Ecuador.

En Ecuador se cultiva banano de alta calidad, motivo por el cual es considerado uno de los principales productores y exportadores de banano en el mundo. El banano ecuatoriano cumple con los estándares de mercados muy exigentes como la Unión Europea y los Estados Unidos, así como los requisitos de certificación para asegurar el cumplimiento de las normas sociales y ambientales (Cruz, 2017).

Según el registro del Ministerio de Agricultura, Ganadería y Pesca (MAGAP), Ecuador tiene alrededor de 162.236 hectáreas sembradas de banano y cuenta con 4.473 productores, adicionalmente la exportación bananera representa el 2% del producto interno bruto (PIB) general y aproximadamente el 35% del PIB agrícola (Ministerio de Comercio Exterior, 2017).

2.1.6 Banano de rechazo en Ecuador.


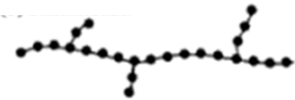
Los daños en el banano son atribuidos principalmente al maltrato de racimos, racimos llenos o explosivos que presentan rajaduras al mínimo contacto, racimos con uno o dos dedos con coloración amarilla, dedos que no cumplen con la longitud o calibre, presencia de hongos y enfermedades, índice de madurez diferente al solicitado (Arias, 2015).

Durante las últimas décadas la demanda de banano ha incrementado notablemente, las exportaciones de banano en Ecuador en el periodo 2010-2014, presentaron una tasa de crecimiento anual del 5,83% en volumen, mientras que el banano de rechazo o residuo representó 7.05 ton/ha/año, lo cual en cuestiones económicas corresponde a \$881,15 por hectárea por año (Lalaleo, 2017).

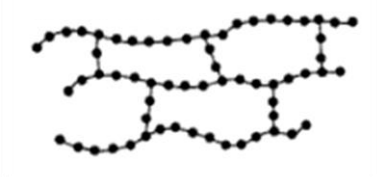

2.2 Polímeros.

Los polímeros son macromoléculas que resultan de la combinación de un gran número de moléculas pequeñas llamadas monómeros (Ege, Farrás, García, & Urpí, 1997). Los diferentes tipos de cadenas poliméricas se indican en la Tabla 3.

Tabla 3
Tipos de cadenas poliméricas.

Estructura	Representación	Característica
Lineal		<ul style="list-style-type: none"> • Secuencial, no necesariamente recta.
Ramificada		<ul style="list-style-type: none"> • Ramificaciones conectadas a la cadena principal. • Densidad menor que polímeros de estructura lineal. • Mejores propiedades mecánicas.

Continúa 

Entrelazada		<ul style="list-style-type: none">• Estructura tridimensional.• Termoestables.• Mejores propiedades mecánicas.
Red		<ul style="list-style-type: none">• Redes espaciales (tridimensionales) con tres o más enlaces covalentes activos.

Fuente: (Kalpakjian, Schmid, & Sánchez, 2002).

2.2.1 Polimerización.

La polimerización es una reacción química en la cual los monómeros forman enlaces entre sí para dar paso a una molécula más grande, de tipo lineal o ramificada, denominada polímero (López, 2004).

2.2.2 Tipos de polimerización.

2.2.2.1 Polimerización por adición.

En la polimerización por adición se requiere que las moléculas de partida tengan dobles enlaces que se puedan abrir, dando lugar a cuatro lugares de unión y favoreciendo la expansión de la molécula, esta reacción continúa a medida que se van añadiendo monómeros a la cadena principal y finaliza cuando no quedan monómeros o cadenas cortas disponibles (Salán, 2005).

2.2.2.2 Polimerización por condensación.

La polimerización por condensación es un proceso de unión de dos monómeros o cadenas cortas en el que suele obtenerse un subproducto formado por una molécula pequeña como por ejemplo el agua (Salán, 2005).

2.2.3 Biopolímeros.

Los biopolímeros son compuestos de alto peso molecular de origen natural, capaces de ser degradados en el medio ambiente, en otras palabras reducen significativamente el impacto al medio ambiente, principalmente en el consumo energético y generación de residuos después de su uso (Ooi, Ismail, & Teoh, 2018).

2.2.4 Aplicaciones de biopolímeros.

El desarrollo e implementación de nuevos materiales de carácter “eco-amigable” es de vital importancia la protección del medio ambiente, en la Tabla 4 se detalla los avances en diversas áreas de aplicación de biopolímeros.

Tabla 4

Aplicaciones de biopolímeros.

Área de aplicación	Avances
Medicina	<ul style="list-style-type: none"> • Prótesis • Injertos e implantes • Dispositivos de administración de medicamentos • Lentes de contacto
Agricultura	<ul style="list-style-type: none"> • Bolsas para agrocultivos • Hidrogeles • Cubierta de invernaderos • Plásticos fotoselectivos para control de plagas • Semilleros
Tratamiento de aguas	<ul style="list-style-type: none"> • Coagulantes • Floculantes
Envases alimentarios	<ul style="list-style-type: none"> • Films comestibles y antimicrobianos • Envases y Embalajes • Artículos de menaje

Continúa



Aditivos alimentarios

- Alginatos, estabilizadores (helados).
- Colágeno, para aumentar el entrecruzamiento de un polímero y conferirle una mayor resistencia
- Almidón, agente gelatinizante, estabilizante y espesante, además de la fabricación de películas comestibles

Fuente: Elaboración propia.

2.3 Componentes de biopolímeros.

2.3.1 Matriz polimérica.

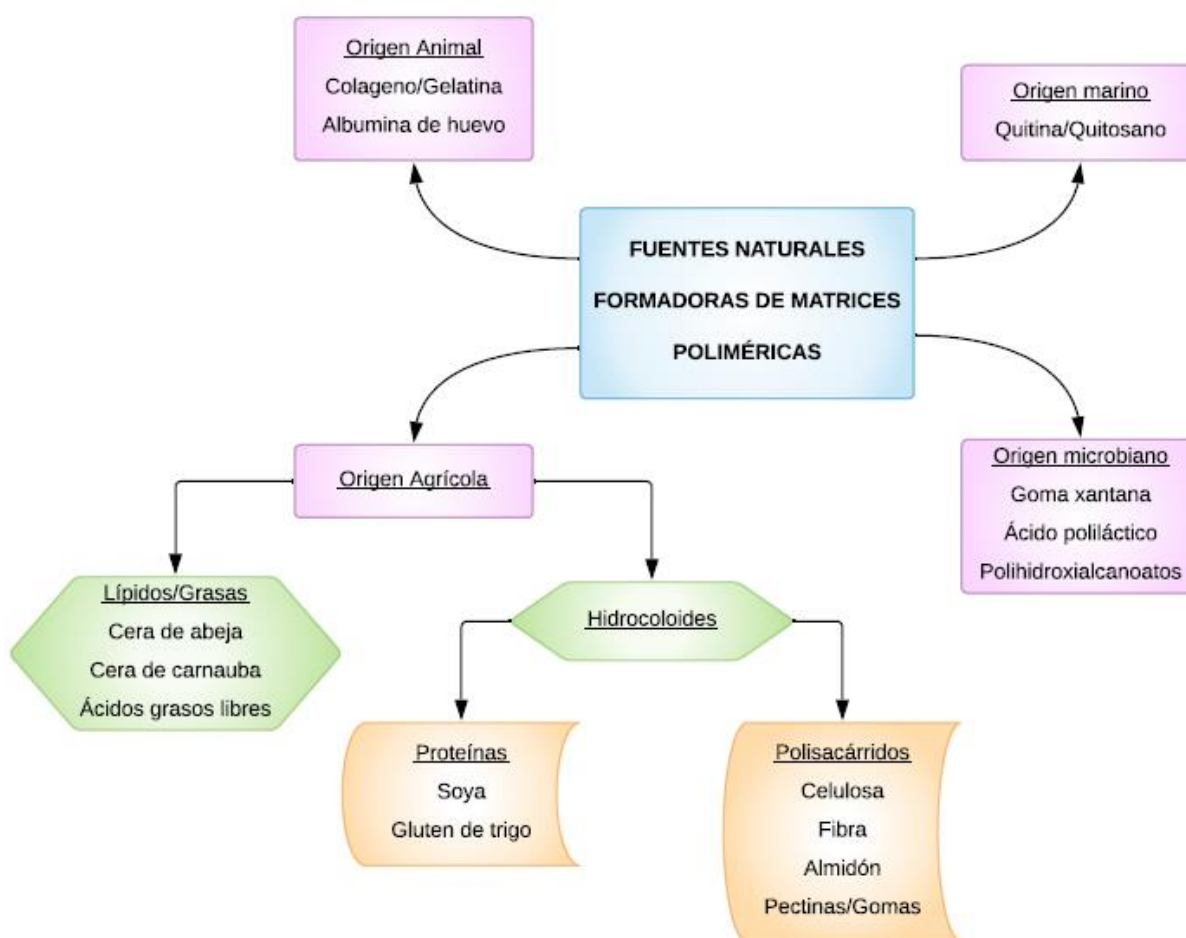


Figura 4. Fuentes naturales formadoras de matrices poliméricas.

Fuente: (Morales, 2014).

El tipo de materia prima puede clasificarse dependiendo del origen de los precursores de la matriz como se indica en la Figura 4.

La matriz polimérica está formada por biomoléculas capaces de formar una red entre cadenas con suficiente cohesión y transferencia de cargas entre ellas. En el caso particular del grado de cohesión entre moléculas depende de factores como la estructura química, proceso de elaboración, factores físicos como temperatura y presión, además de la incorporación de aditivos y plastificantes (Morales, 2014).

2.3.1.1 Polisacáridos.

Los polisacáridos son polímeros de cadena larga y elevada masa molecular, cuya viscosidad aumenta al dispersarse en agua por su carácter hidrofílico, entre los polisacáridos más utilizados para el desarrollo de películas están la celulosa, almidón, pectina, extractos de algas marinas, gomas de exudado, gomas de fermentación microbiana y quitosano (Bourtoom, 2008; Morales, 2014).

En cuanto a las propiedades de los polisacáridos se puede mencionar propiedades funcionales que pueden aprovecharse en el campo biomédico, cosmético y farmacéutico, propiedades fisicoquímicas como la capacidad de formar sistemas tipo hidrogeles, propiedades biológicas como la mucoadhesividad y en particular propiedades filmogénicas que tienen relevancia en ingeniería y diseño de materiales (Goycoolea, Alonso, & Remuñán, 2009).

2.3.1.2 Proteínas.

Las proteínas son macromoléculas biológicas con limitado o nulo carácter hidrofílico, adicionalmente son polímeros lineales de aminoácidos, compuestas por carbono, oxígeno, hidrógeno, nitrógeno y azufre en menor proporción, cuya estructura tridimensional está determinada por la secuencia de los aminoácidos. Entre las proteínas más utilizadas para el desarrollo de películas están varios tipos de agentes formadores como gelatina, caseína, gluten de

trigo, proteína de lactosuero, colágeno, albumina de huevo, proteína de maíz, proteína de soja, proteína de frijol y maní; las mismas que presentan mejores propiedades mecánicas debido a su estabilidad estructural (Bourtoom, 2008; Herrera, Ramos, Roca, & Viana, 2014).

2.3.1.3 Lípidos.

Los lípidos son compuestos de carácter no poliméricos con carácter hidrofóbico, entre los lípidos más utilizados para el desarrollo de películas está la cera de abeja, parafinas, aceites vegetales, ácido oleico y recientemente aceites esenciales. Indiscutiblemente la presencia de lípidos soportados en una matriz, generalmente un polisacárido, proporcionan una mejor resistencia mecánica, así como también una disminución de la permeabilidad al vapor de agua, motivo por el cual la función principal de un recubrimiento lipídico es bloquear el transporte de humedad debido a su polaridad relativamente baja (Bourtoom, 2008).

2.3.1.4 Componentes mixtos.

Una matriz polimérica tipo componentes mixtos consiste en una mezcla de polisacáridos, proteínas y/o lípidos en la misma matriz, el propósito de realizar estas mezclas es equilibrar las deficiencias de las características funcionales de cada fuente formadora por separado, adicionalmente se busca mejorar la permeabilidad al vapor de agua y propiedades mecánicas según lo exija la necesidad de una aplicación específica a desempeñar (Bourtoom, 2008).

Las películas desarrolladas con componentes mixtos pueden ser de dos tipos: tipo laminado bicapa y tipo emulsiones o conglomerados.

- **Laminados o bicapa.**

Una película puede desarrollarse como monocapa o bicapa, donde una capa está formada por un hidrocoloide y la otra un lípido inmerso en una matriz polimérica, a fin de

controlar de manera apropiada la transferencia de agua (Krochta, Baldwin, & Nisperos, 1994).

- **Emulsiones o conglomerados.**

Se trata de mezclas heterogéneas donde componente un lípido y un componente hidrocoloide se encuentran intercalados a lo largo de la película, presenta buenas propiedades mecánicas aunque son deficientes en cuanto a la transferencia de humedad (Krochta et al., 1994).

2.3.2 Plastificantes.

El plastificante es una sustancia normalmente líquida y de viscosidad mayor a la del agua que se adiciona a la mezcla con el fin de mejorar varias propiedades mediante la reducción de las fuerzas intermoleculares, entre los plastificantes más comunes se encuentra el agua, alcoholes, aldehídos, cetonas, ácidos orgánicos, aminas, ésteres, amidas y mezclas entre estos. Es necesario recalcar que a medida que aumenta el plastificante en la matriz polimérica, la elongación y la deformación se incrementan mientras que el esfuerzo de ruptura, humedad, permeabilidad al vapor de agua y solubilidad disminuyen. Hay que mencionar, además que es preferible utilizar plastificantes cuya presión de vapor sea baja para evitar que éste se volatilice al finalizar el proceso de extrusión o de calentamiento (Enríquez, Velasco, & Ortiz, 2012).

2.3.3 Modificadores químicos.

Los modificadores químicos están directamente relacionados con las reacciones de los grupos hidroxilo del polímero. Dicho lo anterior, la introducción de un grupo éster en el polisacárido permitirá modificar la naturaleza hidrofílica y obtener cambios significativos en las propiedades mecánicas y térmicas (Rosales, 2016).

2.3.4 Reticulantes.

Un reticulante es una sustancia química que favorece el entrecruzamiento de las moléculas por lo que influye en las propiedades físicas del biopolímero (Charro, 2015).

2.4 Compuestos activos.

2.4.1 Aceites esenciales.

Los AEs son mezclas de productos químicos volátiles, intensamente aromáticos y no grasos, sintetizados por plantas con la finalidad de protegerse de enfermedades, ahuyentar insectos depredadores o atraer insectos beneficiosos que favorecen la polinización. Por otro lado al ser mezclas complejas pueden llegar a estar constituidos por más de 100 componentes de tipo: monoterpenos, sesquiterpenos, compuestos alifáticos y fenilpropanos, su distribución es tan amplia que pueden ser sintetizados por más de 60 familias de plantas, pueden ser extraídos de hojas, flores, tallos, raíces, frutos y semillas (Iler, 2017; Tramón, 2014).

Finalmente es preciso mostrar que los AEs se han utilizado como compuestos antimicrobianos y repelentes de insectos, por lo que se pueden reemplazar a fungicidas químicos y evitar efectos adversos en la vida acuática y salud humana, pero sobre todo en la agricultura constituyen sustancias prometedoras, aun cuando actúan muy rápidamente y tienen una limitada eficacia por su rápida volatilización (Arancibia, López, Gómez, & Montero, 2014).

2.4.1.1 Aceite esencial Orégano.

El orégano (*Origanum vulgare*) es una planta herbácea vivaz muy aromática, generalmente sus hojas son usadas en recetas culinarias como condimento por el excelente sabor que le confieren a las comidas. Adicionalmente, se ha demostrado que el orégano contiene aceites esenciales, por lo que no solo es benéfico para la salud humana, sino que además puede sustituir los aditivos sintéticos de los alimentos (Acevedo, Navarro, & Monroy, 2013). El aceite esencial de orégano (AE O) posee

elevadas concentraciones de carvacrol (80%) y timol (60%) como componentes dominantes, con actividad nematocida, seguido de terpineno, p-cimeno, linalol, terpinen-4-ol e hidrato de sabineno (Azizi, Yan, & Honermeier, 2009).

2.4.1.2 Aceite esencial Muña.

La muña (*Minthostachys mollis*) es una planta arbustiva leñosa, usada en medicina no convencional para tratar los cólicos estomacales y ciertos trastornos gripales, además de sus propiedades como perseverante de alimentos gracias a su carácter antimicrobiana. El aceite esencial de muña (AE M) tiene como compuesto mayoritario la pulegona (53%) y mentona (29.5%) (Olmedo, Ribotta, & Grosso, 2018).

2.4.1.3 Aceite esencial Palo Santo.

El palo santo (*Bursera graveolens*) es una planta tipo árbol que cuyos aromas característicos son picante y dulce, es usado como incienso en iglesias, en medicina tradicional su resina ha sido usada como un analgésico y su exudado en alcohol para combatir el reumatismo (Leyva, Martínez, & Stashenko, 2007). El aceite esencial de palo santo (AE PS) está compuesto por una variedad de compuestos químicos que le otorgan propiedades antibacteriales, antisépticas, sedantes e insecticidas. El compuesto mayoritario es el limoneno (42.9%), seguido de β -ocimeno (17,39%), β -elemeno (11,82%) y mentofurano (6,79%) (Luján et al., 2012).

2.5 Envases activos.

Según la European FAIR-Project CT 98-4710 se define un envase activo como un recipiente que cambia sus condiciones para extender la vida útil, mejorar la seguridad o propiedades sensoriales manteniendo la calidad del producto que contienen (Vermeiren, Devlieghere, Van Beest, De Kruijf, & Debevere, 1999).

2.5.1 Incorporación de agentes antimicrobianos en matrices poliméricas.

Los agentes antimicrobianos se pueden atrapar y liberar lentamente de una matriz polimérica para hacer un envase activo, adicionalmente este tipo de envases prolongan la vida útil del producto, mantienen su calidad nutricional, inhiben el crecimiento de agentes patógenos, y previenen y/o indican la migración de contaminantes (Arancibia et al., 2014; Campos, 2014).

2.6 Sistemas de liberación controlada.

Los sistemas de liberación sostenida o controlada se diseñan para permitir que un compuesto activo se haga disponible en un medio específico, con la velocidad y duración deseadas, así mismo la encapsulación de los compuestos activos en matrices poliméricas es la técnica más ampliamente aplicada por su versatilidad y bajo costo (Tramón, 2014).

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE DESARROLLO DEL PROYECTO

3.1 Equipos, materiales y reactivos.

El trabajo de investigación fue realizado en los laboratorios de Petroquímica de la Universidad de las Fuerzas Armadas - ESPEL. A continuación se detalla la lista de los equipos, materiales y reactivos utilizados para la realización del presente trabajo de titulación.

3.1.1 Equipos.

- Balanza de Analítica – Boeco – Modelo BPS 51 plus, Máx. 4500 g.
- Balanza de Precisión – Satorius – Modelo ENTRIS124-1S.
- Balanza de Analítica – Boeco – Modelo BBY 21, Máx. 100 g.
- Estufa – ESCO – Modelo Isotherm OFA.
- Calentador con agitador magnético – Boeco – Modelo MSH-420.
- Molino tradicional – CORONA.
- Licuadora – Oster – Modelo 465-41.
- Determinador de humedad – METTLER TOLEDO – Modelo HB43-S.
- Selladora de calor constante tipo mordaza – THOR – Modelo horizontal S15VPLEC4.
- Micrómetro – Starret – Modelo 436MXRL-25.
- Máquina universal de ensayos – SHIMADZU – Modelo AG-X, 50kN.
- Espectrómetro infrarrojo FTIR – PerkinElmer – Spectrum Two.
- Calorímetro diferencial de barrido – METTLER TOLEDO – Modelo DSC 1 STAR[®] System
- Analizador termogravimétrico – Perkin Elmer – Modelo Pyris 1 TGA.

- Analizador de compuestos volátiles – GAS – Modelo FlavourSpec.

3.1.2 Materiales.

- Tamiz – Retsch – Mesh N° 40 (425 µm).
- Desecador.
- Vasos de precipitación de 25 ml, 50 ml, 150 ml, 250 ml.
- Balones aforados de 10 ml.
- Probeta de 10 ml, 50 ml, 100 ml.
- Varilla de agitación.
- Termómetro escala -20 °C –100 °C.
- Pipeta graduada 0.5 ml, 1 ml, 3 ml, 5 ml, 10 ml.
- Micropipeta 10-100µl, 100-1000µl.
- Agitador magnético.
- Pinzas, espátula y soporte universal.

3.1.3 Reactivos.

- Glicerina USP (99,5%) – CAS 56-81-5.
- Banano de rechazo – Mercado local Chambo, Chimborazo, Ecuador.
- Aceite esencial Palo Santo (100%) – IsabruBotaniK S.A.
- Aceite esencial Orégano (100%) – IsabruBotaniK S.A.
- Aceite esencial Tipo (100%) – IsabruBotaniK S.A.
- Etanol absoluto (99.9%) – CAS 64-17-5.
- Bromuro de sodio.
- Sílica gel.

3.2 Recolección y Acondicionamiento de la materia prima.

3.2.1 Recolección del banano verde de rechazo (*Musa balbisiana*).

Las muestras de banano verde de rechazo (BVR) fueron recolectadas en un mercado local ubicado en el cantón Chambo, se adquirió y transportó un total de 40 bananos verdes de rechazo a los laboratorios de la universidad para su acondicionamiento.

3.2.2 Acondicionamiento del banano verde de rechazo (*Musa balbisiana*).

Los frutos fueron limpiados, lavados y separados manualmente en pulpa y cáscara. La pulpa se cortó en rebanadas transversales de aproximadamente 1 cm de espesor y la cáscara se cortó en trozos de 2 cm de longitud, como se indica en la Figura 5. El material vegetal se secó en una estufa (ESCO – Modelo Isotherm OFA) a 50 °C durante 72 horas aproximadamente.



Figura 5. Cáscara (a) y pulpa (b) de banano verde de rechazo.

Las rebanadas de cáscara y pulpa seca se trituraron en un molino tradicional (CORONA) para posteriormente pasar a través de un tamiz (Retsch – Mesh N° 20 (850 μ m)) y obtener la HPBVR y HCBVR, como se indica en la Figura 6. Finalmente las harinas se almacenaron en envases de vidrio a 20 ± 2 °C para su posterior uso.



Figura 6. Harina de pulpa (a) y harina de cáscara (b).

La cantidad aprovechable de cáscara y pulpa de BVR se determinó a través del rendimiento total de la harina (RT), para lo cual se dividió la cantidad total de harina producida (HT) por la cantidad total de banano verde de rechazo (BT) fresco utilizado, como se indica en la Ecuación 1.

$$\% \text{ RT} = \frac{\text{cantidad total de harina producida (HT)}}{\text{cantidad total de banano de rechazo (BT)}} * 100 \%$$

Ecuación 1. Rendimiento de harina de harina de banano verde de rechazo.

Fuente: (Singh, Singh, & Satheesh, 2014).

3.3 Preparación de bolsas biodegradables.

Las películas fueron preparadas según la metodología establecida por Arancibia et al. (2014) con algunas modificaciones, haciendo uso de la técnica de moldeo o “casting” en bicapa.

3.3.1 Primera capa.

Se pesó 2 g de HCBVR y 2 g de HPBVR en una balanza de precisión y se diluyó en 100 ml de agua destilada con calentamiento hasta alcanzar 80 a 90 °C y agitación constante durante 20 min, como se indica en la Figura 7. Posteriormente se redujo la temperatura hasta alcanzar los 70 °C, se añade el glicerol al 1.5% (w/v) respecto a la solución total. Finalmente se pesó 85 g de solución, se colocó en una placa de plástico de 15x30 cm y se secó en una estufa a 50 °C durante 5 horas.

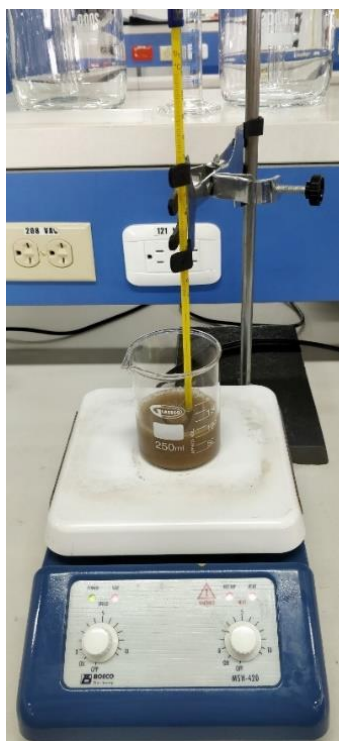


Figura 7. Preparación de la solución filmogénica.

3.3.2 Segunda capa.

Se pesó 2 g de HCBVR y 2 g de HPBVR en una balanza de precisión y se diluyó en 100 ml de agua destilada con calentamiento hasta alcanzar 80 a 90 °C y agitación constante por 20 min. A continuación se redujo la temperatura hasta alcanzar 30 °C, se incorporó aceite esencial de Orégano, Muña y Palo Santo en concentración 4% (v/v) respectivamente. Se utilizó una licuadora para homogenizar la solución durante 10 min. Se pesó y vertió 85 g de solución sobre la primera capa, como se indica en la Figura 8, finalmente se colocó en una estufa a 30 °C por 12 horas. Se preparó una película biodegradable sin aceite esencial en la segunda capa siguiendo el procedimiento descrito anteriormente, es decir un blanco.

Las películas se acondicionaron a una temperatura de 20 ± 2 °C, utilizando un desecador con una solución saturada de NaBr, para mantener una humedad relativa del 58% durante 72 horas antes de los análisis fisicoquímicos, mecánicos y de biodegradabilidad.

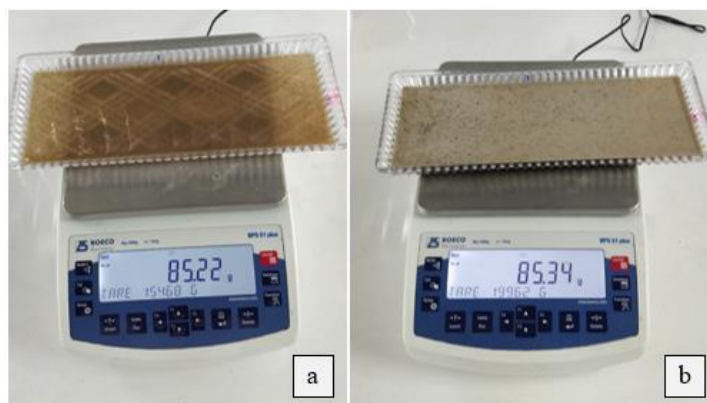


Figura 8. Películas biodegradables primera capa (a), segunda capa (b).



Figura 9. Selladora de calor constante tipo mordaza – THOR (a), termosellado lateral (b), termosellado inferior (c).

Finalmente las películas biodegradables cortaron en moldes de 17x10 cm y se termosellaron con una maquina selladora de calor constante tipo mordaza (THOR – Modelo horizontal S15VPLEC4) a 130 °C durante 15 segundos para el sellado lateral e inferior y formación adecuada de las bolsas de agrocultivo, como se indica en la Figura 9 y Figura 10.



Figura 10. Bolsa de agrocultivo.

3.4 Propiedades fisicoquímicas.

3.4.1 Solubilidad en agua.

La determinación de la solubilidad en agua se realizó según el método descrito Arancibia (2014). Se cortó las películas a manera de un cuadrado de 2x2 cm y se colocó en recipientes con 50 ml de agua destilada a 22 °C durante 24 horas. Se filtró la solución a través de papel filtro CHMLAB N° 41 para recuperar la muestra restante sin disolver, la cual posteriormente se secó a 105 °C por 24 horas, como se indica en la Figura 11. Todas las pruebas se realizaron por triplicado.



Figura 11. Solubilidad en agua (a), filtrado (b), secado (c).

Finalmente el resultado se visualizó como el porcentaje de solubilidad (% S), como se indica en la Ecuación 2 (Arancibia, 2014).

$$\% S = \frac{[W_o - W_f]}{W_o} * 100 \%$$

Ecuación 2. Porcentaje de solubilidad.

Fuente: (Arancibia, 2014).

Donde

W_o : peso inicial de la película expresada como materia seca.

W_f : peso del residuo desecado sin disolver la película.

3.4.2 Permeabilidad al vapor de agua (PVA).

La permeabilidad al vapor de agua se determinó mediante el método descrito en la norma ASTM E96, “Métodos de prueba estándar para la transmisión de vapor de agua de materiales”, con algunas modificaciones establecidas por Sobral et al. (2001).

Se cortó discos de 7.5 mm de diámetro y se fijaron firmemente en la abertura de las capsulas que contenían sílica gel en su interior, se colocó las capsulas en un desecador con agua destilada en su interior para mantener el 100% de humedad relativa a 20 ± 2 °C, como se indica en Figura 12, finalmente las muestras fueron pesadas cada 60 minutos durante 5 horas.



Figura 12. Recipiente (sílica gel + película) (a), desecador (100% HR) (b).

Finalmente la permeabilidad al vapor de agua (PVA) se determinó siguiendo la Ecuación 3 (Sobral et al., 2001). Todas las pruebas se realizaron por triplicado.

$$WVP = \frac{w}{t \cdot A} \times \frac{x}{\Delta P}$$

Ecuación 3. Permeabilidad al vapor de agua.

Fuente: (Sobral et al., 2001).

Donde:

PVA: permeabilidad al vapor de agua $\left(\frac{g}{s \times m \times Pa}\right)$

w: peso ganado (g)

x: espesor de la película (m)

t: tiempo (s)

A: área de la película expuesta (m²)

ΔP : diferencia de presión parcial de vapor entre la atmosfera y sílica gel (2642 Pa a 22 °C)

3.4.3 Contenido de humedad.

La determinación del contenido de humedad (% MC) se realizó en el Determinador de Humedad (METTER TOLEDO – Modelo HB43-S), que trabaja según el principio termogravimétrico, es decir, se basa en la pérdida de peso de una muestra desecada por calentamiento. Para la prueba de contenido de humedad se estableció una temperatura final de 105 °C y se pesó 4 g de muestra, de manera que cumpla con los parámetros de peso del equipo, es decir, de 3 a 5 g. La medición en el equipo inició con la determinación del peso de la muestra, a continuación la muestra se calentó rápidamente con la unidad de calentamiento halógena integrada, durante la desecación la humedad se evaporó y el equipo calculó continuamente el peso de la muestra, como se indica en la Figura 13, finalmente el resultado se visualizó como el porcentaje de humedad (Mettler-Toledo, 2014). Todas las pruebas se realizaron por triplicado.

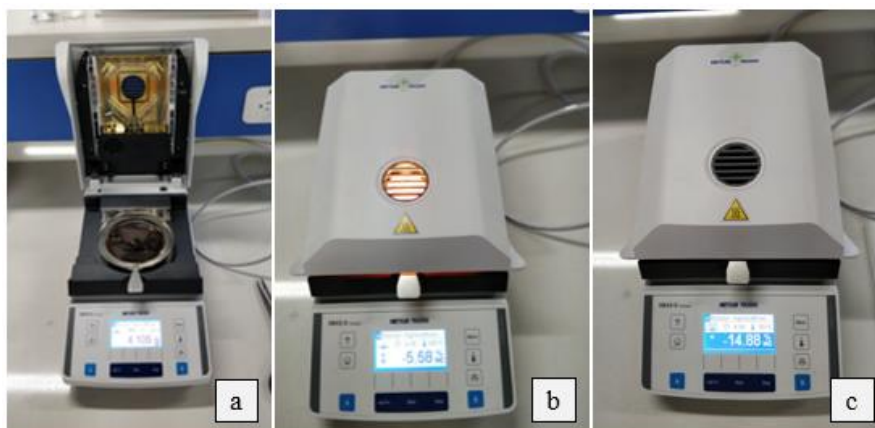


Figura 13. Peso de la muestra (a), desecación (b), porcentaje de humedad (c).

3.4.4 Espesor.

La determinación del espesor de la muestra se realizó en 10 posiciones al azar con un micrómetro de capacidad 0-25 mm y resolución 0.01 mm (Starret – Modelo 436MXRL-25), como se indica en la Figura 14, finalmente el resultado se calculó como el valor medio de cada muestra. Todas las pruebas se realizaron por triplicado.



Figura 14. Determinación del espesor.

3.5 Propiedades mecánicas.

3.5.1 Resistencia a la tracción y porcentaje de elongación.

Las propiedades mecánicas se determinaron mediante el método descrito en la norma ASTM D882, “Método de prueba estándar para propiedades de tracción de láminas de plástico fino”, en una máquina universal de ensayos (SHIMADZU – Modelo AG-X, 50kN), como se indica en la

Figura 15. Previo al ensayo se cortó las películas en tiras de 100x10 mm, se marcó un espacio de 40 mm como separación inicial de agarre y 25 mm/min para la velocidad de la cruceta.

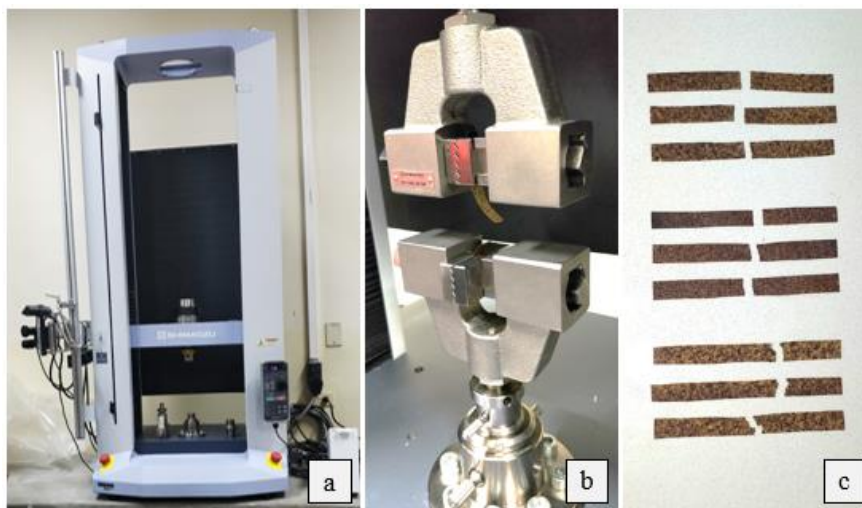


Figura 15. Máquina universal de ensayos (a), ensayo de tracción (b), deformación final (c).

Finalmente el resultado se visualizó como el porcentaje de elongación (%E) y resistencia a la tracción (TS), como se indica en la Ecuación 4 y Ecuación 5 respectivamente. Todas las pruebas se realizaron por triplicado.

$$E = \frac{[L_f - L_o]}{L_o} * 100 \%$$

$$TS = \frac{P}{A}$$

Ecuación 4. Porcentaje de elongación.

Ecuación 5. Resistencia a la tracción.

Fuente: (Zünkler, 1976).

Fuente: (Zünkler, 1976).

Donde:

E: Elongación (%)

TS: Tensión (MPa)

L_f: Longitud final (mm)

P: fuerza (N)

L_o: Longitud inicial (mm)

A: área (mm²)

3.6 Biodegradabilidad.

La biodegradabilidad se realizó mediante un ensayo de degradación en suelo orgánico natural. Las películas previamente acondicionadas se colocaron en el suelo a temperatura y humedad ambiental en vasos de precipitación. Las películas con dimensiones 25x45 mm se enterraron y regaron 20 ml cada dos días para simular condiciones de llovizna, a los 7, 14, 21 y 28 días se recuperaron, limpiaron, lavaron con agua destilada y se secaron a 30 °C en estufa durante 24 horas, como se indica en la Figura 16.



Figura 16. Ensayo enterrado de películas (a), Biodegradabilidad final (b).

El grado de degradación en las películas se determinó visualmente y como porcentaje de degradabilidad (%BD), como se indica en la Ecuación 6 (Arancibia, 2014). Todas las pruebas se realizaron por duplicado.

$$\%BD = \frac{\text{peso inicial } (W_o) - \text{peso final } (W_f)}{\text{peso inicial } (W_o)} * 100 \%$$

Ecuación 6. Porcentaje de degradabilidad.

Fuente: (Arancibia, 2014).

3.7 Propiedades térmicas.

3.7.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).

El análisis térmico se realizó en un Calorímetro Diferencial de Barrido (METTLER TOLEDO – Modelo DSC 1 STAR^e System) como se indica en la Figura 17. Se cortó las películas biodegradables en pequeños fragmentos, se pesó entre 6 y 10 mg de muestra en la balanza analítica (Boeco – Modelo BBY 21, Máx. 100 g) y se encapsuló la muestra en recipientes herméticos de aluminio de 40 μ L, el método de análisis se realizó en una atmósfera de nitrógeno a 50 mL/min y temperatura de análisis entre 25 °C y 400 °C con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.



Figura 17. Calorímetro diferencial de barrido – METTLER TOLEDO.

3.7.2 Análisis termogravimétrico (TGA).

El análisis termogravimétrico de las películas biodegradables se realizó en un Analizador Termogravimétrico (Perkin Elmer – Modelo Pyris 1 TGA) como se indica en la Figura 18, se determinó mediante el método descrito en la norma ASTM E1131, “Método de prueba estándar para análisis de composición por termogravimetría”. Se pesó entre 5 y 10 mg de muestra en la microbalanza propia del equipo, el programa inició con un calentamiento hasta alcanzar 30 °C con

una permanencia de 0.5 min en una atmosfera de nitrógeno a 50 ml/min, posteriormente se calentó a una velocidad de 10 °C/min desde 30 °C hasta 725 °C, una vez alcanzado los 725 °C el programa finalizó con el cambio de nitrógeno por aire con un tiempo de permanencia de 3 min.



Figura 18. Analizador termogravimétrico – Perkin Elmer.

3.8 Estudio de envejecimiento de las bolsas de agrocultivo.

El estudio de envejecimiento de las bolsas biodegradables se realizó en un Espectrofotómetro Infrarrojo de Transformada de Fourier (FTIR) (PerkinElmer – Spectrum Two) como se indica en la Figura 19, al inicio (día 1) y final (día 28) del estudio de difusión de compuestos activos en el suelo. El análisis se realizó en la región infrarroja, que cubren longitudes de onda que van desde 4000 cm^{-1} hasta 600 cm^{-1} , cada película se colocó en la superficie del cristal ATR y se presionó con un émbolo de punta plana hasta que se obtuvieron espectros. Se llevó a cabo el análisis a los

dos lados de la película biodegradable, la primera capa con textura fue lisa se denominó (a) y la segunda capa con textura rugosa se denominó (b). Todas las mediciones se realizaron a condiciones ambientales.



Figura 19. Espectrofotómetro infrarrojo FTIR – PerkinElmer.

3.9 Siembra de tomate riñón (*Solanum lycopersicum*).

Se recolectó 46 Kg de suelo proveniente de un cultivo de tomate riñón en la comunidad Pataín, Cotopaxi, Ecuador. Asimismo, 12 plántulas de tomate riñón listas para trasplante fueron adquiridas en un vivero en la parroquia San Buenaventura, Cotopaxi, Ecuador para llevar a cabo el presente trabajo de investigación.

El llenado y siembra de las plantas de tomate riñón se llevó a cabo según el procedimiento descrito por Rodríguez (2010), se llenó la bolsa con la tierra humedecida hasta la mitad oprimiendo con los dedos de manera que no queden espacios de aire en el interior, acto seguido se insertó la plántula de tomate riñón en la bolsa y se continuó con el llenado hasta medio centímetro del borde

procurando que quede ligeramente apretado el sustrato como se indica en la Figura 20, cada bolsa contiene aproximadamente 180 g de tierra húmeda.



Figura 20. Siembra de plántula (a), llenado de bolsa de agrocultivo (b).

Para el trasplante de las bolsa con la plántula de tomate riñón a la tierra, se llenó las macetas plásticas de 24 de diámetro y 12 cm de profundidad con aproximadamente 3400 g de tierra, como se indica en la Figura 21 (a), a continuación se realizó un agujero en el centro de la maceta donde se insertó la bolsa de agrocultivo como se indica en la Figura 21 (b).

Se sembró en bolsas impregnadas con aceite esencial (AE) Muña, Orégano y Palo santo, con tres repeticiones. Las macetas se ubicaron en un mini invernadero donde diariamente se registró condiciones de temperatura ($^{\circ}\text{C}$) y humedad relativa (%). Finalmente se regó 20 ml de agua en el interior de la bolsa de agrocultivo pasando un día, iniciando el día de la siembra.



Figura 21. Llenado de macetas con sustrato (a), Trasplante (b).

3.10 Muestreo de suelo.

Se fabricó un barreno recto acoplado a un émbolo en la parte superior, cuya área de muestreo fue 1x5 cm como se indica en la Figura 22.



Figura 22. Barreno para muestreo de suelo.

En el presente trabajo de investigación se dividió la maceta en 0° , 120° y 240° , como se indica en la Figura 23, de acuerdo a lo establecido en el diseño experimental con una rotación de 30° cada semana.



Figura 23. Posiciones para muestreo (semanal).



Figura 24. Muestreo de macetas semanal.

El muestreo se realizó colocando el barreno en posición perpendicular a la base de la maceta, se presionó ligeramente de manera que el suelo entre en el área de muestreo, como se indica en la Figura 24, y se retiró cuidadosamente. Finalmente, se introdujo en el vial 5-7 g de suelo y se selló herméticamente.

3.11 Diseño experimental.

Para la determinación de la concentración de AE de Orégano, Muña y Palo Santo respectivamente, se estableció un diseño experimental factorial multinivel para estudiar el mecanismo de difusión de compuestos activos en el suelo, tomando como referencia la bolsa de agrocultivo; la variable de respuesta para el presente estudio es la concentración de AE que ha migrado al suelo desde la bolsa de agrocultivo. En la Tabla 5 se presenta la codificación y unidades correspondientes a cada nivel y factor del diseño experimental.

Tabla 5

Codificación de factores y niveles para el diseño factorial multinivel.

Factores	Niveles	Codificación
Aceite esencial (especie)	Muña (AE M)	1
	Orégano (AE O)	2
	Palo santo (AE PS)	3
Dirección (°)	0°	0
	120°	120
	240°	240
Distancia (cm)	0,5	0,5
	1,5	1,5
Tiempo de medición (día)	Semana 1	1
	Semana 2	2
	Semana 3	3
	Semana 4	4

3.12 Difusión de compuestos activos en suelo.

El estudio de la difusión de compuestos activos en el suelo, entendiendo como compuesto activo a los aceites esenciales, se llevó a cabo mediante GC-IMS en el Analizador de Compuestos Volátiles (GAS – Modelo FlavourSpec) como se indica en la Figura 25.



Figura 25. Analizador de compuestos volátiles – GAS.

Las condiciones de operación del espectrómetro de movilidad iónica acoplado a una columna cromatográfica para el presente estudio de compuestos activos se detallan en la Tabla 6, siguiendo el esquema presentado en la Figura 26, iniciando el análisis con la inyección de la muestra volatilizada, acto seguido el cromatógrafo de gases (GC) separa los compuestos orgánicos volátiles (VOCs) dependiendo de su interacción con la fase estacionaria de la columna y finalmente el espectrómetro de movilidad iónica (IMS) separa las especies cargadas bajo la influencia de un campo eléctrico, que depende de su comportamiento de deriva en una atmósfera de gas portador (Contreras, Jurado, Arce, & Arroyo, 2019).

Tabla 6
Condiciones de operación del FlavourSpec.

Columna	Gas	T1	T2	T3	T4	T5	EPC1	EPC2
MCC	N ₂	50	65	80	80	50	100	10

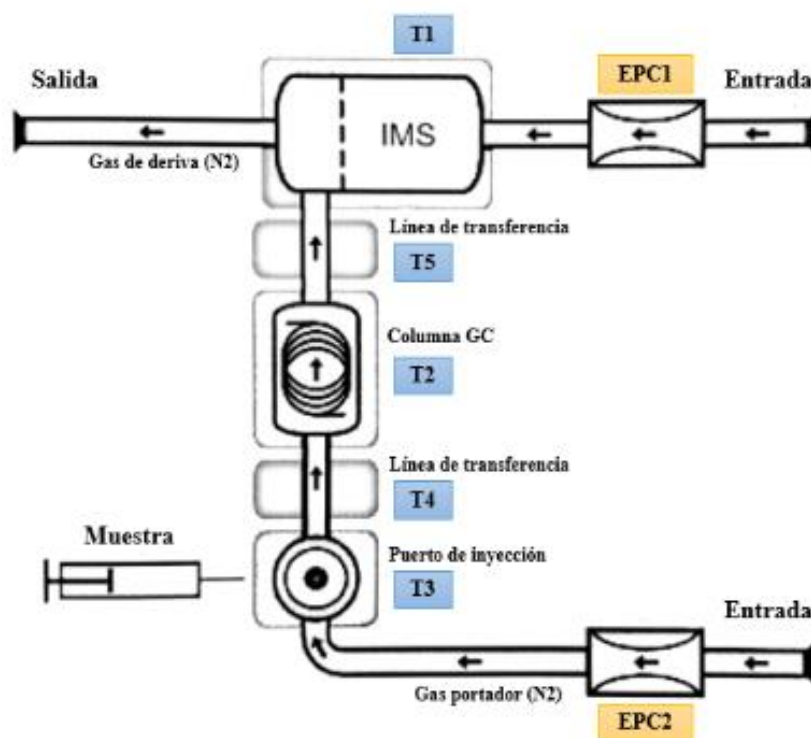


Figura 26. Diagrama del sistema de flujo de gas del FlavourSpec.

Se realizó una curva de calibración de los aceites esenciales al 0.5, 1, 2, 5, 10, 50 y 100% v/v para lo cual se diluyó el aceite esencial puro en etanol absoluto como se indica en la Figura 27, se colocó 1 ml de la muestra en un vial de 50 ml y se selló herméticamente.

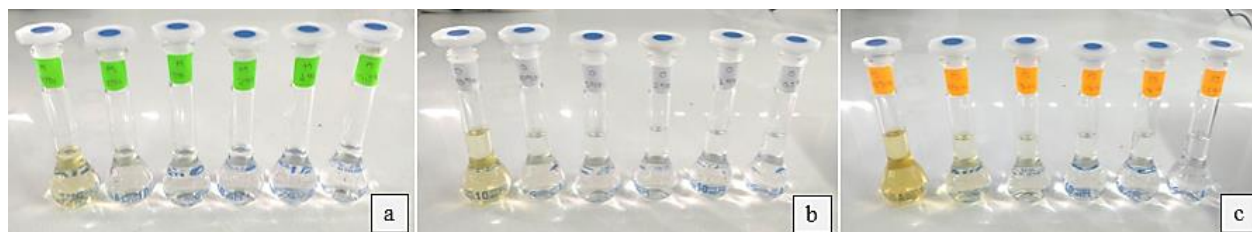


Figura 27. Dilución de aceite esencial muña (a), orégano (b) y palo santo (c).

Se analizó las muestras sin ningún pretratamiento y finalmente se cuantificó la concentración de compuestos activos en el suelo en función del voltaje de deriva máximo proporcionado por el software LAV. Finalmente aplicando el diseño experimental se realizará el estudio de difusión de compuestos activos en el suelo.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Rendimiento del banano verde de rechazo (*Musa balbisiana*).

La HPBV y HCBV presentaron un color amarillo pálido cremoso y marrón, respectivamente como se indica en la Figura 6.

Tabla 7.

Rendimiento de banano verde de rechazo (Musa balbisiana).

Rendimiento (%)	Ensayo	Réplica 1	Réplica 2	Media	Desviación estándar
Rendimiento Cáscara	7,91	7,91	7,94	7,92	0,016
Rendimiento Pulpa	28,21	28,20	28,24	28,22	0,021
Rendimiento Total	19,42	19,41	19,45	19,43	0,019

El rendimiento experimental alcanzado en el presente trabajo es de 28.22% para HPBV y 7.92% para HCBV, que se encuentran dentro del rango reportado por Castelo et al. (2017), Santos et al. (2010), Nimsung et al. (2007) y Montoya et al. (2014), con un valor de 17.8 a 33.18% para HPBV y 3.8 a 16.5% para HCBV, se concluye que el rendimiento de alcanzado es moderado-alto teniendo en cuenta que en el proceso de obtención no se somete a modificaciones fisicoquímicas, es decir son harinas nativas.

4.2 Preparación de bolsas biodegradables.

4.2.1 Concentración de plastificante en la matriz polimérica.

Previo a la obtención de las películas biodegradables en bicapa se evaluó la cantidad apropiada de plastificante en la primera capa, de modo que brinde la elasticidad apropiada para su uso como bolsas de agrocultivo.

Tabla 8
Concentración de plastificante pruebas preliminares.

Tratamiento	HCBV (g)	HPBV (g)	Glicerina (% w/v)	Formación de película	Elasticidad	Fragilidad
1	2	2	0	SI	NO	SI
2	2	2	1	SI	NO	SI
3	2	2	1,5	SI	SI	NO

Según los parámetros establecidos en la Tabla 8, se concluye que la película biodegradable con mejores características es el tratamiento N° 3, con una concentración de 1.5% w/v de glicerol en la solución filmogénica para su uso como bolsas de agrocultivo.

La adición de glicerol, aceites esenciales, agua y plastificantes propios de la matriz polimérica influyen directamente en la flexibilidad de las películas, gracias a la formación de enlaces de hidrógeno entre los demás componentes de la matriz polimérica (Sothornvit & Pitak, 2007).

4.2.2 Concentración de compuestos activos en la matriz polimérica.

Se elaboró películas biodegradables variando la concentración de aceite esencial en 0.5, 2, 3 y 4% v/v, y se evaluó el espectro topográfico obtenido con el Analizador de Compuestos Volátiles como se indica en la Figura 28. Los espectros topográficos indican que a concentración de 4% v/v en la solución filmogénica y con una evaporación del aceite esencial alrededor del 30% en el proceso de secado de la película, el espectro de la Figura 28 (a), con una concentración de 4% de AE, muestra señales mucho más intensas con tonalidad roja, se infiere además que la adición directa de aceites esenciales en matrices poliméricas resultaría en la reducción inmediata de la población bacteriana por la difusión del compuesto activo al exterior de la matriz.

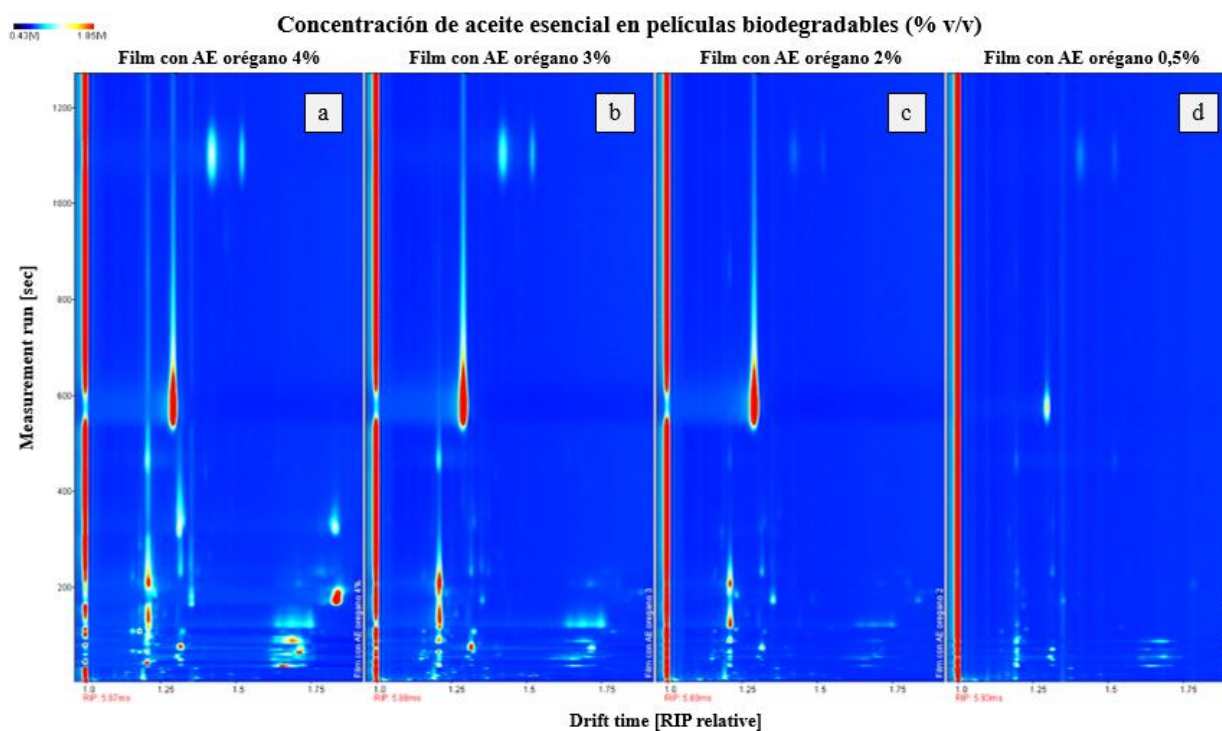


Figura 28. Espectro topográfico de la concentración de AE orégano en la película 4% v/v (a), 3% v/v (b), 2% v/v (c) y 0,5% v/v (d).

4.2.3 Películas biodegradables bicapa.

Las soluciones filmogénicas formaron películas continuas haciendo uso de la técnica de moldeo o “casting” en bicapa sobre superficies plásticas, las películas fueron fácilmente retiradas del molde sin necesidad de aplicar fuerzas que alteren las propiedades.

Las películas obtenidas presentan una tonalidad marrón opaco con pequeñas manchas oscuras propias de las semillas y harina de cascara de banano verde de rechazo como se presenta en la Figura 29.



Figura 29. Película biodegradable bicapa.

Proteínas y lípidos presentes en la harina de banano verde de rechazo actúan como plastificante dentro de la matriz polimérica, lo que repercute en la reducción de la resistencia mecánica e incremento de la flexibilidad de las películas biodegradables. La adición de plastificantes como glicerol y aceites esenciales coadyuvan en el aumento de la hidrofobicidad, mientras que la presencia de componentes hidrófilos, como la fibra de HBVR, dan lugar a un mayor número de interacciones con las moléculas de agua (Pelissari, Andrade, Menegalli, & Sobral, 2013).

El alto contenido de almidón presente en la HCBV y HPBV está relacionado con el contenido de amilosa que es una característica importante para la capacidad de formación de películas. Teixeira et al. (1998) reportan que la HBVR presenta 19.20% de amilosa, el cual es mayor al reportado en la harina de amaranto (7.8%) pero menor respecto al de semilla de jackfruit 26.49%-30.21% (Elizondo, Sobral, & Menegalli, 2009; Noor et al., 2014). La HBVR constituye una materia

prima rica en almidón con una cantidad de amilosa moderada-alta, indispensable para la formación de películas biodegradables firmes para su uso como bolsas de agrocultivo.

4.3 Propiedades fisicoquímicas.

4.3.1 Solubilidad en agua.

La solubilidad para cada formulación se detalla en la Tabla 9, a partir del análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de confianza de 95% se obtuvo un valor P (0,3607) mayor a 0.05, motivo por el cual se concluye que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre un nivel de tratamiento y otro, como se indica en la Tabla 10, por lo tanto se acepta la hipótesis nula, es decir que las medias de solubilidad entre un nivel de tratamiento y otro son iguales.

Tabla 9

Solubilidad en agua (% S) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).

Formulación	S (%)
P-AE PS	29,84 ± 6,31
P-AE O	25,92 ± 2,20
P-AE M	33,19 ± 6,26
P-Blanco	29,24 ± 1,63

Tabla 10

Tabla ANOVA para solubilidad en agua por tratamiento.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	0,00798262	3	0,00266087	1,23	0,3607
Intra grupos	0,017312	8	0,002164		
Total (Corr.)	0,0252946	11			

Las solubilidad experimental de las películas biodegradables oscilan entre 25.92 y 33.19%, que se encuentran dentro del rango reportado por Jirukkakul (2016), Pelissari et al. (2013) y Navia et al. (2019), con un valor de 12.72 a 25.93%, 27.9% y 30.1 a 43.2% respectivamente.

Las interacciones amilosa-amilosa, amilopectina-amilopectina y amilosa-amilopectina que tienen lugar en el secado de las películas reducen la cantidad de grupos hidrófilos disponibles para la interacción con el agua, lo cual está estrechamente relacionada con la solubilidad de las películas de HBVR (Pelissari, Andrade, Sobral, et al., 2013).

La adición de aceites esenciales en la matriz polimérica disminuye la solubilidad por su carácter hidrofóbico, además de otros componentes lipofílicos presentes en la matriz polimérica, se infiere que un valor de solubilidad bajo en películas biodegradables es benéfico para su aplicación como bolsas de agrocultivo puesto que no sufrirá un deterioro significativo al contacto con la humedad del sustrato y la humectación periódica.

4.3.2 Permeabilidad al vapor de agua.

La permeabilidad al vapor de agua para cada formulación se detalla en la Tabla 11, a partir del análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de confianza de 95% se obtuvo un valor P (0,0772) mayor a 0.05, se concluye que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre un nivel de tratamiento y otro, como se indica en la Tabla 12, por lo que se acepta la hipótesis nula, es decir que las medias de permeabilidad al vapor de agua entre un nivel de tratamiento y otro son iguales.

Tabla 11

Permeabilidad al vapor de agua (PVA) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).

Formulación	PVA $\left(\frac{g}{s \times m \times Pa}\right)$
P-AE PS	2,69E-06 ± 3,14E-06
P-AE O	3,49E-06 ± 3,63E-06
P-AE M	4,37E-06 ± 4,54E-06
P-Blanco	2,75E-06 ± 2,85E-06

Tabla 12

Tabla ANOVA para permeabilidad al vapor de agua por tratamiento.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	5,52378E-12	3	1,84126E-12	3,33	0,0772
Intra grupos	4,42419E-12	8	0		
Total (Corr.)	9,94797E-12	11			

Las PVA experimental de las películas biodegradables oscilan entre $2,69_{E^{-14}}$ y $4,37_{E^{-14}}$ $\left(\frac{g}{s \times m \times Pa}\right)$, que son las más altas en comparación con lo reportado por Orsuwan et al. (2018a), Navia et al. (2019), Pelissari et al. (2013) y Orsuwan et al. (2018b), con una PVA de $3.35_{E^{-14}}$ a $7.03_{E^{-14}}$, $2.3_{E^{-14}}$ a $5.37_{E^{-14}}$, $2.1_{E^{-14}}$ y $1,07_{E^{-14}}$ $\left(\frac{g}{s \times m \times Pa}\right)$ respectivamente.

La PVA de las películas de HBVR depende de las condiciones del proceso, espesor de la película y concentración de los plastificantes. La PVA aumenta a medida que la concentración de plastificantes en la matriz también lo hace por las modificaciones estructurales que se llevan a cabo, asimismo la preparación de la solución filmogénica a temperaturas intensas, por encima de $85\text{ }^{\circ}\text{C}$, proporciona mayor permeabilidad en las películas biodegradables y condiciones de secado drásticas, es decir, alta temperatura y baja humedad relativa aseguran menor PVA (Pelissari, Andrade, Menegalli, et al., 2013).

Teniendo en cuenta que la función principal de una bolsa de agrocultivo es albergar biota en su interior, el control de la transferencia de humedad y nutrientes entre el suelo y la especie trasplantada es esencial y la PVA debe ser superior a los requerimientos de un material de envasado de alimentos. Las condiciones severas en el proceso de formación de la solución filmogénica y la presencia de plastificantes en la matriz polimérica como el glicerol, los aceites esenciales y la plastificantes propios de la matriz, con naturaleza higroscópica, influyen en un aumento de PVA,

sin embargo, el proceso de secado leve llevado a cabo en el presente trabajo contrapone a los dos factores mencionados anteriormente ya que influye en el decremento significativo de la PVA

lo cual es benéfico para la aplicación requerida.

4.3.3 Contenido de humedad.

El contenido de humedad para cada formulación se detalla en la Tabla 13, a partir del análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de confianza de 95% se obtuvo un valor P (0,0605) mayor a 0.05, motivo por el cual se concluye que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre un nivel de tratamiento y otro, como se indica en la Tabla 14, por lo que se acepta la hipótesis nula, es decir que las medias del contenido de humedad entre un nivel de tratamiento y otro son iguales.

Tabla 13

Humedad (% MC) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).

Formulación	MC (%)
P-AE PS	15,44 ± 0,0049
P-AE O	13,88 ± 0,0046
P-AE M	13,22 ± 0,0058
P-Blanco	13,90 ± 0,0144

Tabla 14

Tabla ANOVA para humedad por tratamiento.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	7,95669	3	2,65223	3,73	0,0605
Intra grupos	5,682	8	0,71025		
Total (Corr.)	13,6387	11			

El contenido de humedad experimental de las películas biodegradables oscilan entre 13.22 y 15.44%, que se encuentran dentro del rango reportado por Pelissari et al. (2013) y Orsuwan et al. (2018c), con un valor de 13.1 a 22.3% y 18% respectivamente.

Las películas de HBVR presentan un contenido de humedad mayor a películas de almidón de banano, otorgado por componentes hidrófilos (proteína y fibra) presentes en la harina, que dan lugar a un mayor número de interacciones con moléculas de agua e inducen la formación de una estructura más porosa que mejora la retención de agua por capilaridad (Pelissari, Andrade, Sobral, et al., 2013). Al mismo tiempo el contenido de humedad se ve influenciado por la adición de AEs y las condiciones de secado leves donde la pérdida de agua por evaporación es menor; el carácter higroscópico de componentes de la solución filmogénica resulta en valores de humedad más altos.

4.3.4 Espesor.

El contenido de humedad para cada formulación se detalla en la Tabla 15, a partir del análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de confianza de 95% se obtuvo un valor P (0,2421) mayor a 0.05, se concluye que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre un nivel de tratamiento y otro, como se indica en la Tabla 16, por lo que se acepta la hipótesis nula, es decir que las medias del contenido de humedad entre un nivel de tratamiento y otro son iguales.

Tabla 15

Espesor de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).

Formulación	Espesor (mm)
P-AE PS	0,398 ± 0,36
P-AE O	0,421 ± 0,36
P-AE M	0,527 ± 0,76
P-Blanco	0,328 ± 0,08

Tabla 16*Tabla ANOVA para espesor por tratamiento.*

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	0,0613049	3	0,020435	1,71	0,2421
Intra grupos	0,0957013	8	0,0119627		
Total (Corr.)	0,157006	11			

El espesor experimental de las películas biodegradables oscila entre 0.328 y 0,527 mm, el cual se encuentran por encima del rango reportado por Arancibia et al. (2014), Ortega et al. (2015) y Valencia et al. (2018), con un valor de 0.249 mm, 0.149 a 0.325 mm y 0.207 a 0.221 mm respectivamente.

La adición de aceites esenciales influye en una reducción del espesor debido a pérdidas importantes por evaporación durante la etapa de secado de las películas biodegradables (Perdones, Vargas, Atarés, & Chiralt, 2014). Por lo tanto se infiere que el aumento en el espesor de las películas se debe a las condiciones de secado leve donde la evaporación de agua es menor, coadyuvando también a una menor pérdida del AE añadido.

4.4 Propiedades mecánicas.

4.4.1 Resistencia a la tracción y porcentaje de elongación.

La resistencia a la tracción y porcentaje de elongación para cada formulación se detalla en la Tabla 17, a partir del análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de confianza de 95% se obtuvo un valor P (0.4281 y 0.6355) mayor a 0.05, motivo por el cual se concluye que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre un nivel de tratamiento y otro, como se indica en la Tabla 18 y Tabla 19, por lo que se acepta la hipótesis nula, es decir que las medias de resistencia a la tracción y porcentaje de elongación entre un nivel de tratamiento y otro son iguales.

Tabla 17

Resistencia a la tracción (MPa) y porcentaje de elongación (%) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).

Formulación	RT (MPa)	PE (%)
P-AE PS	2,732 ± 0,401	12,25 ± 0,040
P-AE O	3,163 ± 0,607	11,12 ± 0,043
P-AE M	2,613 ± 0,637	11,86 ± 0,041
P-Blanco	3,334 ± 0,659	8,11 ± 0,044

Tabla 18

Tabla ANOVA para resistencia a la tracción por tratamiento.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	1,06199	3	0,353996	1,03	0,4281
Intra grupos	2,73972	8	0,342465		
Total (Corr.)	3,8017	11			

Tabla 19

Tabla ANOVA para porcentaje de elongación por tratamiento.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	31,6678	3	10,5559	0,60	0,6355
Intra grupos	141,832	8	17,729		
Total (Corr.)	173,5	11			

La resistencia a la tracción y porcentaje de elongación experimental de las películas biodegradables oscilan entre 2.613 MPa a 3.334 MPa y 8.11% a 12.25% respectivamente, y se encuentran por debajo reportado por Pelissari et al. (2013), Orsuwan et al. (2018b) y Orsuwan et al. (2018a), con un valor de 9.2 MPa, 3.4 MPa, 3.9 MPa y 24.2%, 21%, 24.6%.

El contenido de polisacáridos y proteínas en la matriz polimérica mejoran la RT de la película biodegradable, mientras que el glicerol promueve un debilitamiento en las fuerzas intermoleculares

entre las cadenas de polímeros adyacentes, lo que resulta en un aumento en el PE y una reducción en la RT (Sothornvit & Pitak, 2007). Se asevera que la adición de AEs genera un aumento en el PE y disminución de la RT por su efecto plastificante en las películas biodegradables.

Asimismo, condiciones intensas en la preparación de la solución filmogénica aseguran un correcto proceso de gelatinización y desnaturalización de las proteínas presentes en la HBVR, lo cual conlleva a un incremento en el número de interacciones entre los diferentes biopolímeros y la obtención de una matriz polimérica más densa con mayor resistencia mecánica y menor flexibilidad en las películas biodegradables (Pelissari, Andrade, Menegalli, et al., 2013). Y, dada aplicación como bolsas de agrocultivo, se infiere que deben presentar una RT elevada y PE moderado.

4.5 Biodegradabilidad.

La biodegradabilidad experimental, detallada en la Tabla 20, reveló que las películas en contacto con la tierra durante un mes alcanzan una degradación entre 40.87% y 48.31%, se observó que las películas no cambiaron su tonalidad ni forma durante el análisis, a partir del día 21 se evidenció una fragilidad mayor en el momento de la extracción de las películas, sin embargo, a los 28 días no alcanzó el 50% de biodegradación, por lo cual se infiere que el proceso de degradación favorable ya que la plántula no sufrirá ataque de microorganismos una vez trasplantada.

Tabla 20

Biodegradabilidad en suelo (D) de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).

Formulación	%D (día 7)	%D (día 14)	%D (día 21)	%D (día 28)
P-AE PS	32,45 ± 0,0003	39,91 ± 0,0199	40,23 ± 0,0273	40,98 ± 0,0006
P-AE O	33,62 ± 0,0062	38,32 ± 0,1691	40,03 ± 0,0185	40,87 ± 0,0205
P-AE M	32,83 ± 0,0203	38,49 ± 0,0229	40,82 ± 0,1184	41,97 ± 0,3174
P-Blanco	37,49 ± 0,0146	40,63 ± 0,0809	42,94 ± 0,0101	48,31 ± 0,0202

Las moléculas de agua presentes en el suelo y la acción de agentes biológicos contribuyen a la biodegradabilidad, además la naturaleza orgánica de la matriz polimérica es un sustrato alimentario para la reproducción de microorganismos, lo que resulta en la pérdida de peso de la muestra (Ochoa, Medina, Guz, & Famá, 2018; Sarebanha & Farhan, 2018).

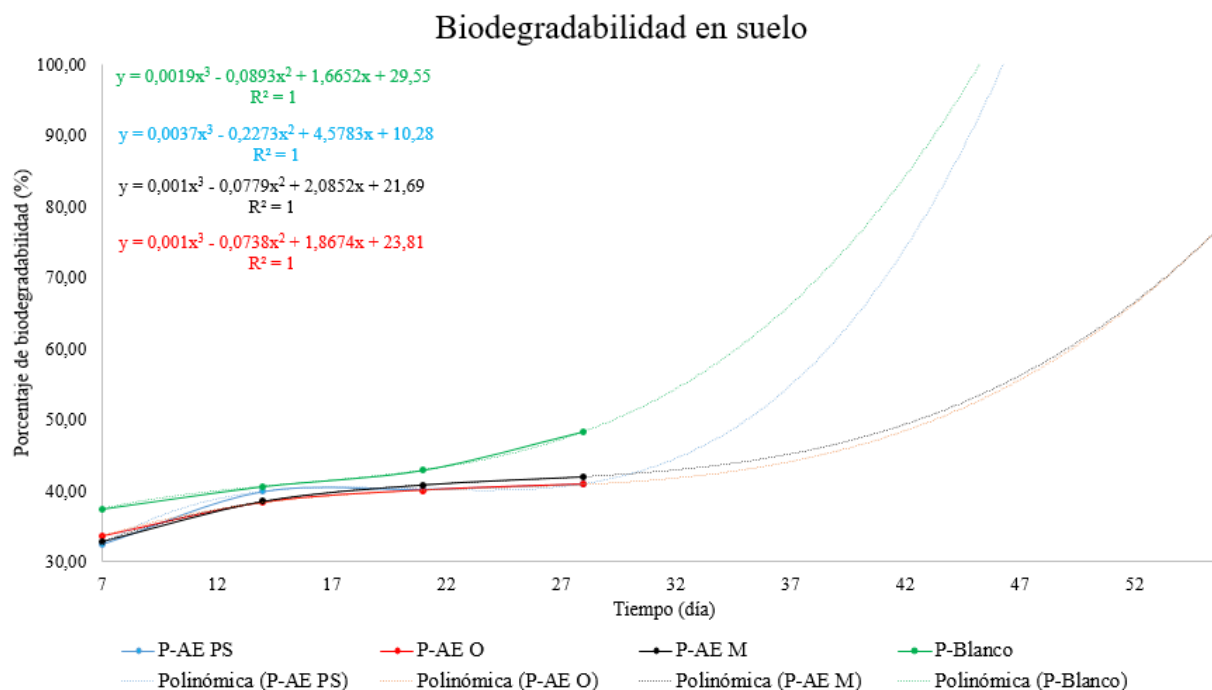


Figura 30. Biodegradabilidad en suelo de las películas impregnadas con aceite esencial palo santo (celeste), orégano (rojo), muña (negro) y sin aceite esencial (verde).

En la Figura 30 se observa la tendencia de biodegradabilidad de las películas impregnadas con aceite esencial, realizando una extrapolación de las curvas con un R^2 de 1, se puede estimar que las película con aceite esencial palo santo y sin AE alcanzarían una biodegradabilidad del 100% ente 42 y 47 días, mientras que las películas con aceite esencial orégano y muña alcanzarían 80% de biodegradabilidad en 30 días, se concluye que la biodegradabilidad en la película biodegradable sin AE puede verse mayormente afectada al ataque de microorganismos a diferencia de las películas impregnadas con compuestos activos.

4.6 Propiedades térmicas.

4.6.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Los termogramas DSC, presentados en la Figura 31, se emplean para la encontrar cambios en las propiedades físicas y químicas de los biopolímeros en función de la temperatura, proporcionando información que permite el análisis de características tales como la estabilidad y la aplicabilidad del biopolímero (Pelissari, Andrade, Sobral, et al., 2013).

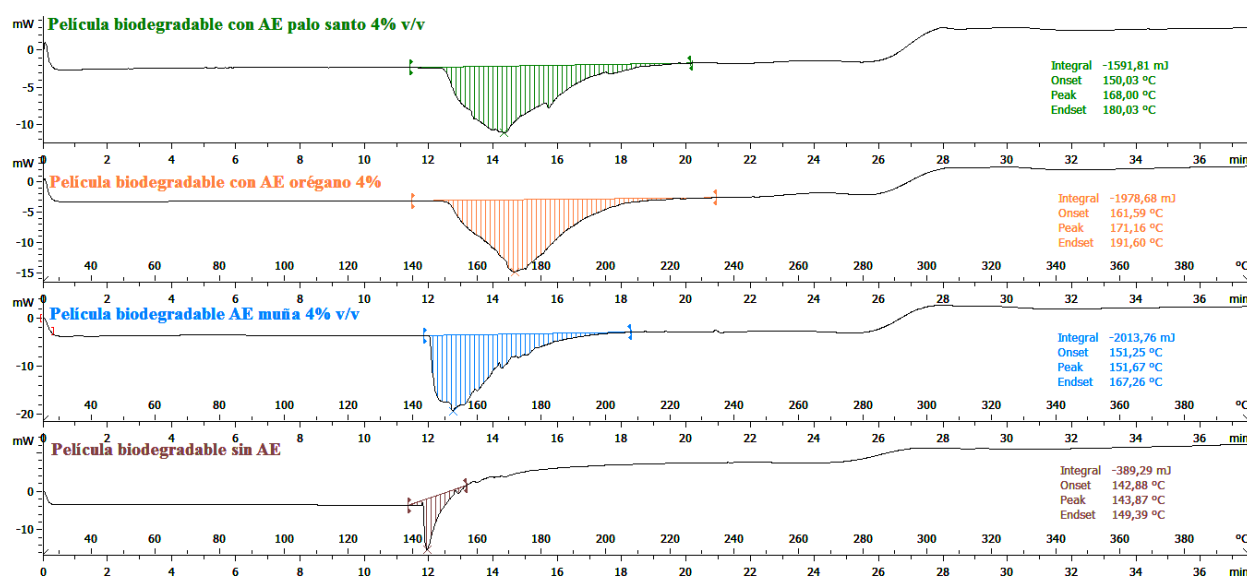


Figura 31. Termogramas DSC de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (verde), orégano (naranja), muña (celeste) y sin aceite esencial (café).

En el análisis calorimétrico, ningún termogramas indica picos endotérmicos en los 30 a 50 °C referente a la temperatura de transición vítrea (T_g), por lo tanto se establece que el biopolímero se encuentra en estado amorfo y que además existe una buena interacción entre el glicerol, el almidón y demás componentes de la matriz polimérica. La plastificación de las películas debilita las fuerzas intermoleculares entre las cadenas de polímeros y, en consecuencia disminuye la cohesión general, reduciendo así la T_g . Finalmente se puede inferir que el mayor pico endotérmico visible es el

correspondiente a la degradación de las películas con temperaturas entre los 140 a 170 °C (Mali, Grossmann, Garcia, Martino, & Zaritzky, 2002; A. Valencia, Rivera, & Murillo, 2013).

Los picos exotérmicos posteriores a la degradación generalmente son el resultado de fenómenos experimentales como la rápida volatilización de los gases atrapados en el material o la rápida volatilización de gases atrapados en la capsula parcialmente sellada (Thomas, 2010).

4.6.2 Análisis termogravimétrico (TGA).

Los espectros de termogravimétricos se utilizan para determinar la pérdida de peso del material a medida que incrementa la temperatura, además proporcionan información sobre la estabilidad térmica de los polímeros y el efecto de los aceites esenciales impregnados (Ortega, Jiménez, Talens, & Chiralt, 2014), como se indica en la Figura 32.

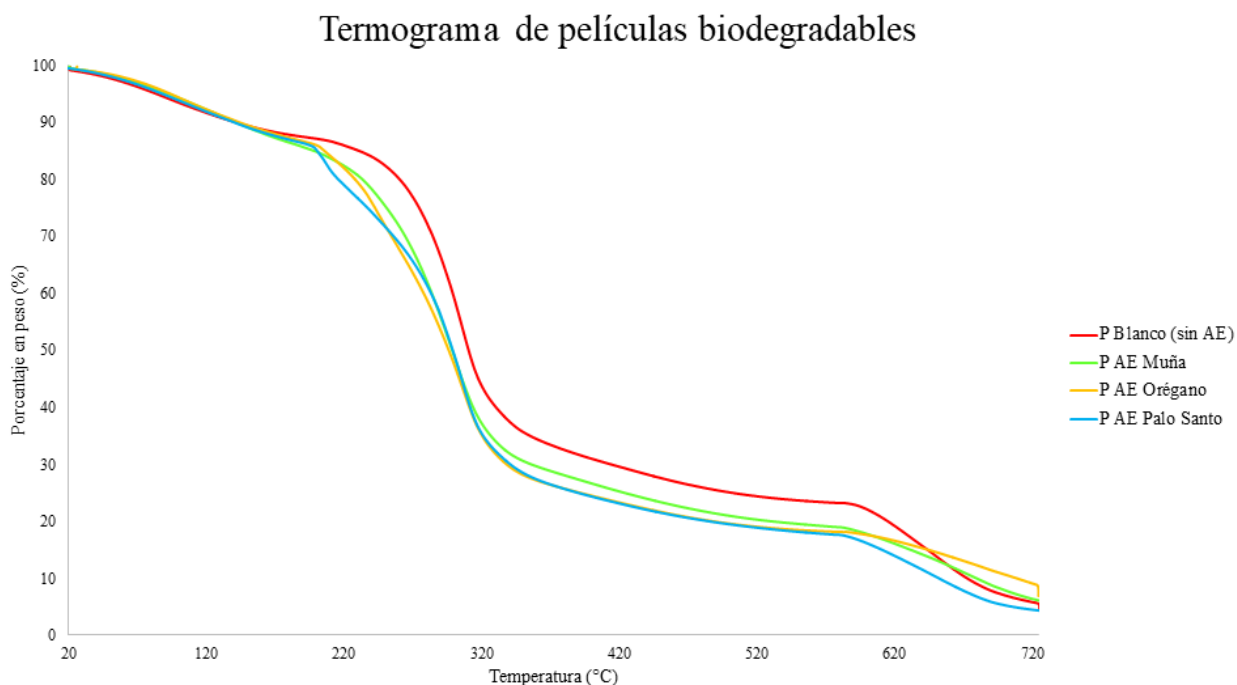


Figura 32. Termogramas de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (celeste), orégano (naranja), muña (verde) y sin aceite esencial (rojo).

El análisis termogravimétrico de las películas biodegradables de la pérdida de peso (PP) en rangos de temperatura (ΔT) se presenta en la Tabla 21, donde se detallan los procesos importantes ocurridos en el análisis de acuerdo a bibliografía relacionada.

Tabla 21

Análisis termogravimétrico de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M) y sin aceite esencial (P-Blanco).

ΔT (°C)	PP (%)	PP (%)	PP (%)	PP (%)	Proceso
	P-AE PS	P-AE O	P-AE M	P-AE Blanco	
~ 150	10,673	10,313	10,657	10,314	1
150 - 240	17,418	17,603	13,82	6,992	2
250 – 350	43,139	43,656	44,665	46,693	3
350 – 600	12,354	10,547	12,821	13,581	4
Hasta 750	12,391	10,718	12,852	17,509	5
Residuo (%)	3,931	7,061	5,083	4,822	6

Fuente: (Ochoa, Medina, Guz, & Famá, 2018; C. Valencia et al., 2018).

Los procesos presentes en los termogramas son:

Proceso 1: Pérdida por evaporación del agua y compuestos volátiles.

Proceso 2: Descomposición del plastificante (glicerol).

Proceso 3: Degradación de componentes de la harina y cadenas poliméricas.

Proceso 4: Pérdidas de moléculas fuertemente unidas de los aceites esenciales.

Proceso 5: Degradación de CH e incineración de la muestra sobrante.

Proceso 6: Cenizas residuales.

En el proceso 1 no se observó cambios drásticos en el porcentaje en peso pedido, por lo que se puede concluir que no hubo pérdidas de compuestos activos libres a su temperatura de

volatilización, de modo que la parte principal de los compuestos activos, no unidos a la matriz polimérica, se evaporaron durante el paso de secado de la película y esto podría deberse a la unión del polímero a los compuestos fenólicos de los AEs, que pueden modificar ligeramente la resistencia térmica (Valencia et al., 2013).

Se observa que en el proceso 3 existe la mayor pérdida de peso durante el análisis termogravimétrico, entre 43.139% y 46.693% de la muestra se pierde por degradación de los componentes presentes en la HBVR y las cadenas poliméricas formadas entre la matriz y plastificantes.

4.7 Envejecimiento de las bolsas biodegradables.

El envejecimiento de las películas biodegradables impregnadas con AEs se estudió usando FT-IR, para evaluar el comportamiento de las bandas características sometidas al proceso de degradación en suelo, en la Figura 33 y Tabla 22 se asigna los picos estudiados, donde un mayor porcentaje de transmitancia (%T) en el espectro representa una concentración menor de los compuestos.

De acuerdo con los espectros presentados en el ANEXO A, se observó que existe un envejecimiento mayor en las películas impregnadas con el AE muña donde los picos 2, 4, 7, 9, 10, 13 y 14 tienen un %T mayor, mientras que los picos 8 y 11 desaparecen. En las películas impregnadas con AE orégano los picos 2, 4, 8, 9, 10, 13 y 14 presentan un %T mayor, mientras que el pico 11 desaparece. Finalmente las películas impregnadas con AE palo santo presentan un envejecimiento menor donde los picos 3, 4, 14 tienen un %T mayor, mientras que el pico 12 tiende a desaparecer. Se infiere que el envejecimiento de las películas biodegradables puede estar restringido por la capacidad antimicrobiana cada AE y el tipo de microorganismos presentes en el sustrato, finalmente la tendencia de envejecimiento estudiada es: AE PS > AE O > AE M.

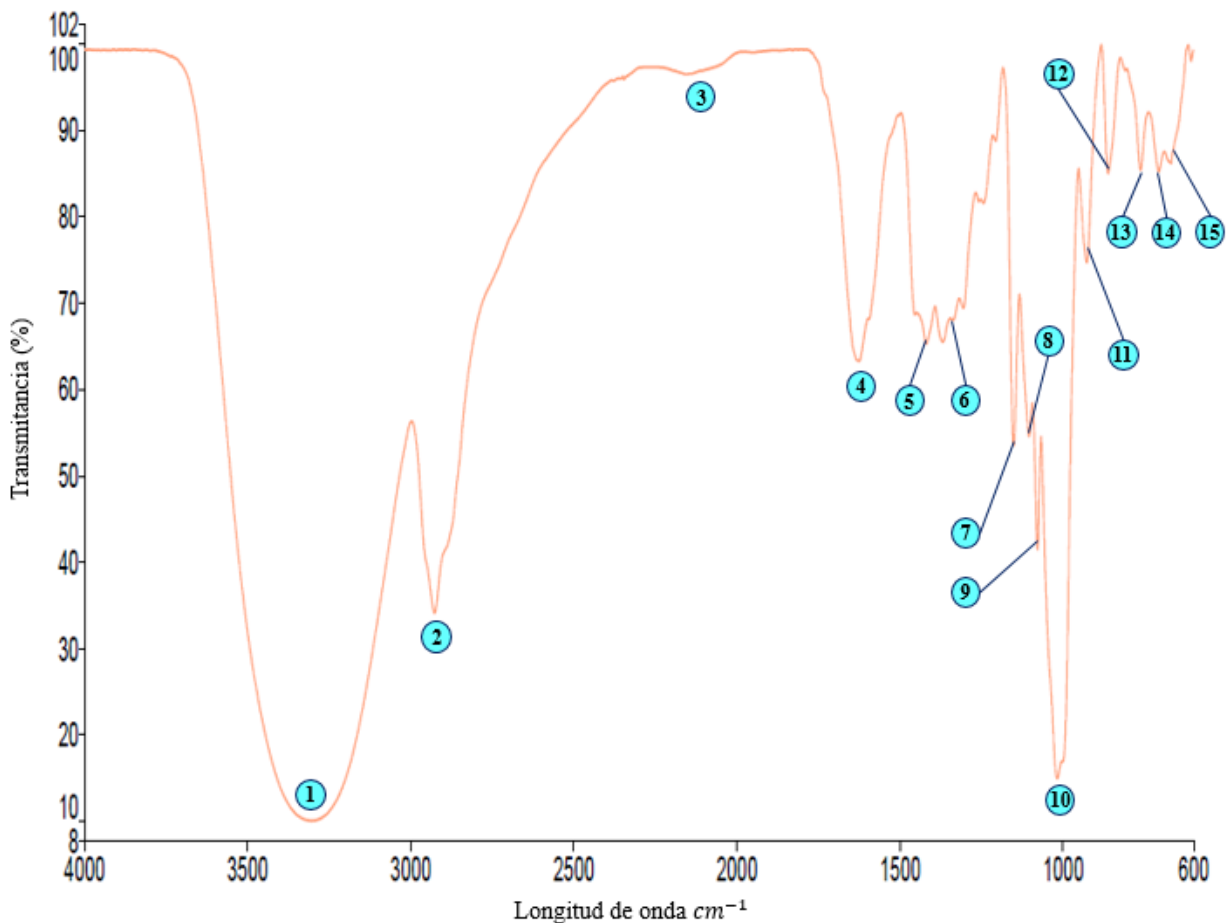


Figura 33. Espectro FTIR de película biodegradable impregnadas con aceite esencial muña inicial primera capa (día 1).

El primer pico dominante correspondiente a los grupos hidroxilo ($-OH$) libres causados por la formación de enlaces de hidrógeno en las matrices poliméricas procedentes del agua adsorbida y del glicerol (Arancibia, 2014; Gutiérrez & González, 2017). El segundo pico indica la existencia de grupos CH_2 que pueden atribuirse a la variación en las cantidades de amilosa y amilopectina, asimismo el cuarto pico se atribuye a la amida I presente en las proteínas de la HBVR (Orsuwan & Sothornvit, 2018b; Pelissari, Andrade, Sobral, et al., 2013). El tercer y quinceavo pico indica la posible presencia de alquinos (Marcos, 2018; Pretsch, Buhlmann, & Badertscher, 2009). El pico cinco está asociado a la existencia de aldehídos, grupos carboxílicos y deformación del grupo

metilo (Pelissari, Andrade, Sobral, et al., 2013; Sindhu, Brahmakumar, & Abraham, 2006). El pico seis indica la presencia de éteres en aromáticos y compuestos fosforados presentes en las proteínas, mientras que el pico nueve indica la presencia de compuestos nitrogenados en también en las proteínas de la HBVR (Carvajal & Murgueitio, 2017). El pico siete indica la presencia de alcoholes primarios y aromáticos terciarios, mientras que el pico diez se asocia con alcoholes secundarios y el pico ocho está asociado al estiramiento de los enlaces C – O del almidón y el pico once observado se atribuye a los enlaces glucosídicos del almidón (Pelissari, Andrade, Sobral, et al., 2013). El pico trece es útil para determinar la deformación de C – H en compuestos aromáticos, mientras que el pico catorce indica la deformación modificada del anillo aromático (Pretsch et al., 2009).

Finalmente los picos cuatro, cinco, siete, diez y trece se encuentran asociados a los aceites esenciales y están relacionados con el estiramiento de C=O, la presencia de aldehídos, ácidos carboxílicos, enlaces metilenos, alcoholes primarios, secundarios y terciarios y con la existencia de anillo aromático respectivamente (Ordoñez, 2015).

Tabla 22

Picos característicos de los espectros FTIR de películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo (P-AE PS), orégano (P-AE O), muña (P-AE M).

N° pico	Longitud de onda (cm ⁻¹)		Tipo de estiramiento	Grupo funcional	Intensidad
	Experimental	Bibliográfica			
1	3305	3500 – 3200	st	O – H	F
		3090 – 2860	st	C – H	F
2	2927 - 2928	2930 – 2920	st sy	ar – CH ₃	M
		2936 – 2916	st as	R – CH ₂ – R	F
3	2155	2260 – 2100	st	C≡C	D

Continúa 

4	1626 - 1634	1630 – 1510	st sy	C=O	F
		1450 – 1400	st sy	–COO	F
5	1413 - 1419	1420 – 1370	st	–CHO	D
		1440 – 1400	δ sy	CH ₃	
6	1305	1310 – 1000	st as	C – O – C	F
		1310 – 1280	δ as	P – CH ₃	D
7	1150 - 1151	1210 – 1100	st	CH ₂ – OH	F
		1275 – 1000	st	ar C – OH	F
8	1103	1200 – 1000	st	C – O	F
9	1076 - 1077	1090 – 1075	st	C – N	D
10	1011 - 1017	1125 – 1000	st	CH – OH	F
11	926	1055 – 870	st sy	C – O – C	F
12	860 - 861	1000 – 700	Δ	C – H	F
13	761 - 762	900 – 650	δ oop	C – H en ar	F
		850 – 700	Δ	NH, NH ₂	M a D
14	705 - 706	760 – 705	Δ	ar	F
		700 – 600	Δ	≡CH	F

Nota: ip (plane vibration), st (stretching vibration), as (asymmetric), sy (symmetric), ar (aromatic), oop (out of plane vibration), δ (deformation vibration), F (fuerte), M (medio), D (débil). Fuente: (Colthup, Daly, & Wiberley, 1990; Pretsch et al., 2009)

4.8 Difusión de compuestos activos en suelo.

4.8.1 Curvas de calibración.

La concentración de compuestos activos se cuantificó por medio de curvas de calibración del aceite esencial muña, orégano y palo santo se presenta en la Figura 34, con coeficientes de determinación de 0.9995, 0.9972 y 0.994 respectivamente, se concluye que las curvas logarítmicas encontradas se ajustan correctamente al modelo matemático teniendo en cuenta la variabilidad de aromas presentes en los aceites esenciales.

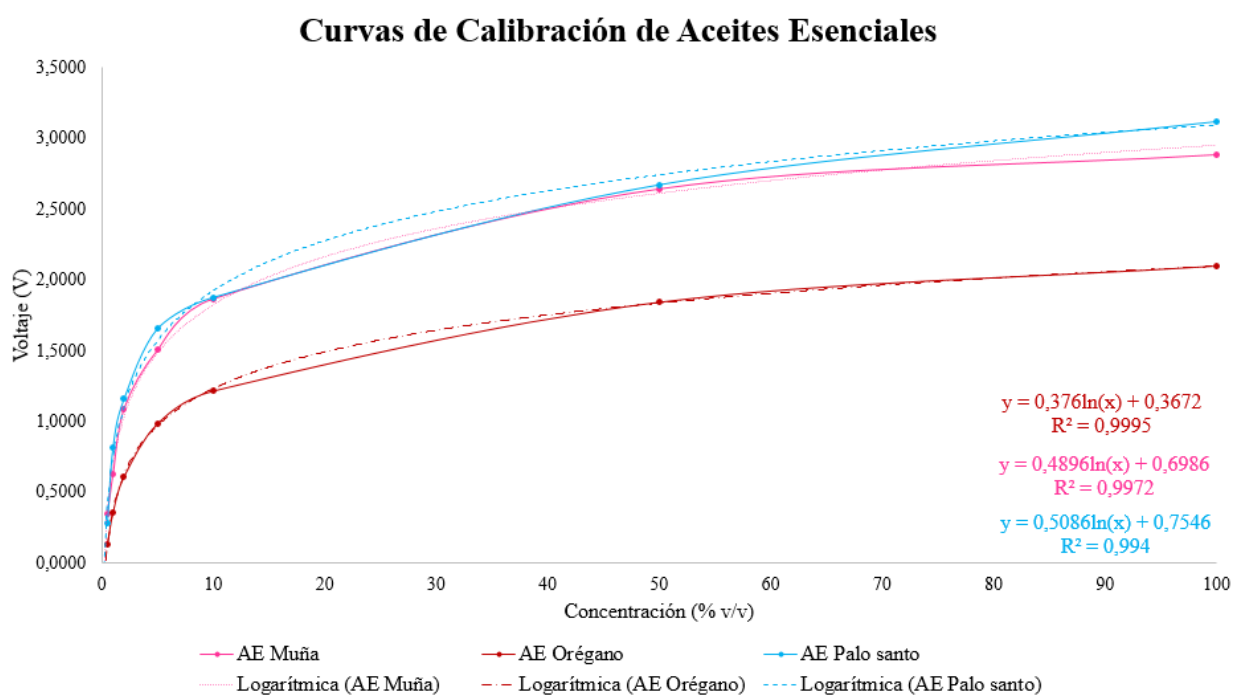


Figura 34. Curvas de calibración aceite esencial muña (rosado), orégano (rojo) y palo santo (celeste).

4.8.2 Analisis estadístico.

Debido al interés de conocer de manera experimental como se difunde el AE en suelo se llevó a cabo el análisis de VOCs provenientes de los compuestos activos impregnados en la matriz

polimérica, donde se determinó la concentración de AEs en cada punto de muestreo de acuerdo al diseño experimental establecido.

El análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de confianza del 95%, distribuye la variabilidad de la concentración AE por separado para cada uno de los efectos. El presente estudio tiene 7 efectos con un valor P menor que 0.05, por lo tanto son significativamente diferentes de cero. Los parámetros estadísticamente significativos en el presente trabajos son: el efecto lineal del AE, dirección, distancia y tiempo de medición, el cuadrático del AE, el producto del AE con la distancia y producto de la distancia con el tiempo de medición. Se concluye que el factor dirección no es influyente al relacionarse con los otros factores, razón por la cual puede ser tomado como no significativo y por ende se infiere que la difusión en las tres direcciones tiende a ser la misma.

Tabla 23

Tabla ANOVA para el estudio de la liberación controlada de AEs en el suelo.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Aceite esencial	16,0826	1	16,0826	36,63	0,0000
B:Dirección	1,81274	1	1,81274	4,13	0,0431
C:Distancia	27,6721	1	27,6721	63,02	0,0000
D:Tiempo de medición	2,85336	1	2,85336	6,50	0,0114
AA	10,2563	1	10,2563	23,36	0,0000
AB	0,0406481	1	0,0406481	0,09	0,7612
AC	9,6972	1	9,6972	22,08	0,0000
AD	0,574179	1	0,574179	1,31	0,2538
BB	1,49447	1	1,49447	3,40	0,0662
BC	1,65615	1	1,65615	3,77	0,0532

Continúa 

BD	0,104818	1	0,104818	0,24	0,6255
CD	2,50363	1	2,50363	5,70	0,0176
DD	0,066054	1	0,066054	0,15	0,6984
bloques	0,834934	3	0,278311	0,63	0,5938
Error total	118,999	271	0,439111		
Total (corr.)	194,648	287			

R-cuadrada = 38,8645%

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 35,2551%

Error estándar del est. = 0,662655

Error absoluto medio = 0,408932

Estadístico Durbin-Watson = 2,15936 (P=0,9116)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0,0818216

La ecuación de regresión ajustada a los datos experimentales se presenta en la Ecuación 7, la misma que no se ajustó correctamente al modelo, debido a que existe una dispersión significativa de los datos obtenidos. La ecuación presenta un coeficiente de determinación de 38.86%, el R^2 ajustado con un valor de 35.25% representa la variabilidad de la concentración de AE por efecto de los factores antes mencionados, el 64.74% corresponde a una importante cantidad de variables no estudiadas, errores experimentales y variables en niveles fijos.

Concentración AE (% v/v)

$$\begin{aligned}
 &= -1.54382 + 2.48027 * A + 0.00563687 * B + 0.04777771 \\
 &* C - 0.0613707 * D - 0.400318 * A^2 - 0.000148503 * A \\
 &* B - 0.449472 * AC - 0.0489123 * AD - 0.0000106118 \\
 &* B^2 - 0.00154792 * BC - 0.000174153 * BD + 0.166788 \\
 &* BD - 0.0151444 * D^2
 \end{aligned}$$

Ecuación 7. Concentración de AE difundido (% v/v).

Se realizó el análisis de efectos estandarizados con la finalidad de evaluar los factores de estudio y sus interacciones, como se indica en la Figura 35, donde los efectos que se localicen por debajo de la normal (cuyo valor es 0) tendrán valores negativos como es el caso de C, AA, AC, DD y AB, lo que representa la disminución de la respuesta cuando los niveles aumenta, mientras que los efectos que se localicen por encima de la normal tendrán valores positivos como es el caso de D, BB, B, CD y A, e indican un incremento en los niveles por lo tanto un aumento en la concentración de AE.

Asimismo aquellos factores que se encuentran apartados de la normal son más significativos en el análisis, por otro lado aquellos que están sobre la línea son menos significativos, como se puede apreciar en la Figura 36, donde se observa que los factores más significativos son C, A, D, AA, AC y CD. Se Establece que el factor A y la interacción CD son las más importantes en estudio de difusión de compuestos activos, el valor positivo señala que la relación AE – distancia – tiempo son factores determinantes en la liberación de AEs, corroborando de esta manera que el factor B puede llevar concluir que es la misma para sus tres niveles.

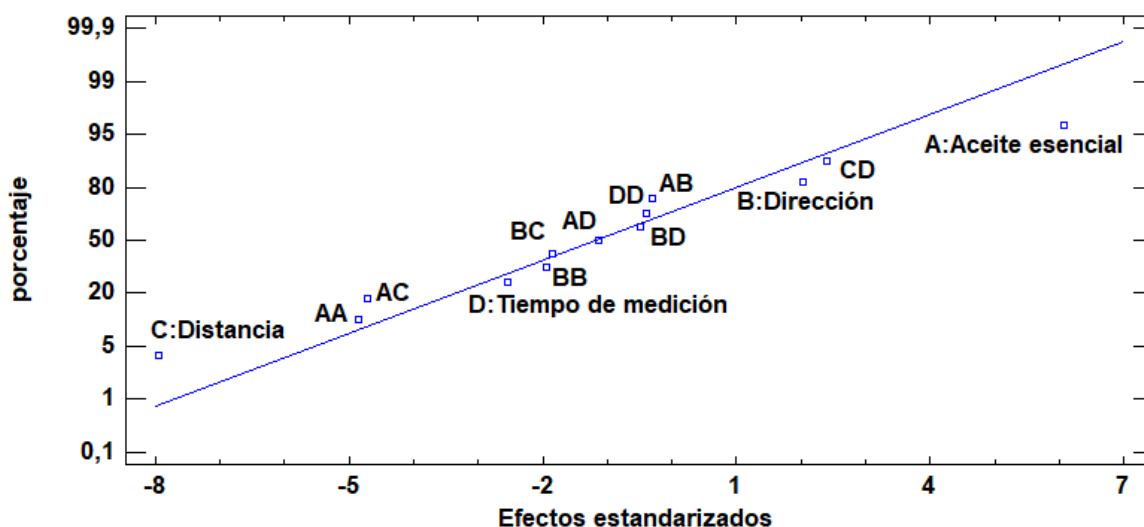


Figura 35. Gráfica de probabilidad normal para la concentración de AE.

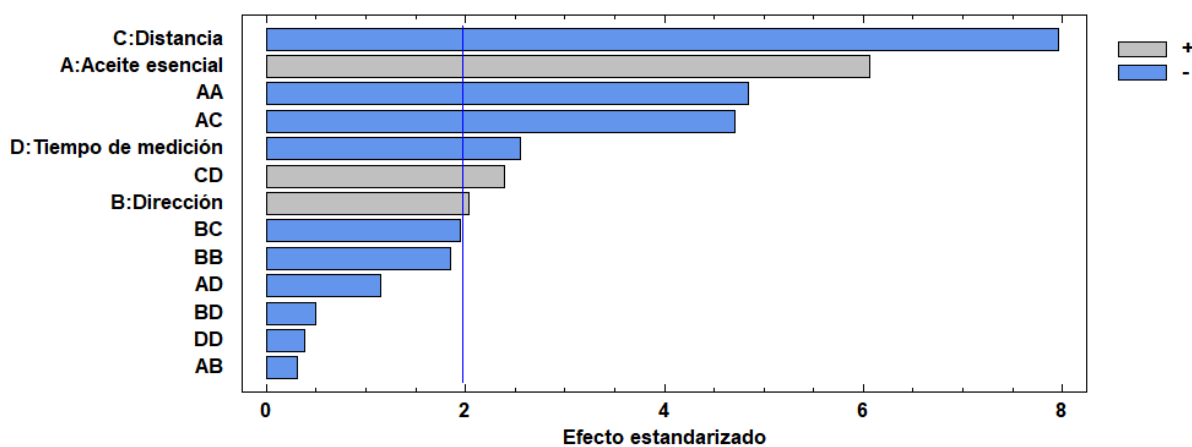


Figura 36. Diagrama de Pareto estandarizada para la concentración de AE.

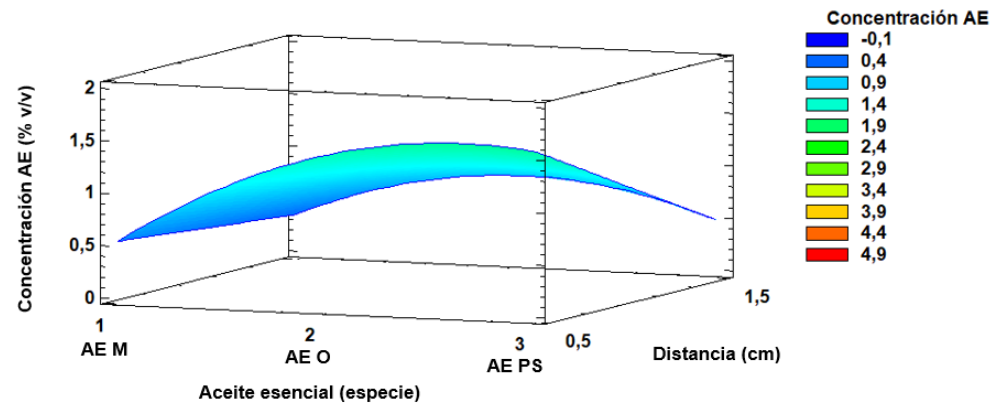
Las gráficas de superficie de respuesta para el presente estudio se ilustran a continuación, el diseño consta de cuatro factores, dos de los cuales se seleccionan para graficar en cada eje mientras que los otros dos restantes toman sus valores medios.

En la Figura 37 (a) se muestra el efecto del AE y la distancia, se observa que a mayor distancia existe una menor concentración de AE, además el AE M tiene una menor concentración respecto al AE O y AE PS. En la Figura 37 (b) se muestra el efecto del AE y la dirección de muestreo, se

observa que la tendencia para cada uno de los AEs en cada ángulo es la misma, por lo tanto se puede inferir que la difusión se daría de la misma forma si se asume un proceso idealizado. En la Figura 37 (c) se muestra el efecto del AE y el tiempo de muestreo, se observa que la difusión se da de manera descendente, al final del estudio en la semana 4 se observa una concentración menor que en la semana uno, la tendencia es similar para los tres tipos de aceite. En la Figura 37 (d) se muestra el efecto de la distancia y el tiempo de muestreo, se observa que a la distancia más próxima a la bolsa de agrocultivo existe una mayor concentración de AE el cual disminuye conforme se aleja de la misma, por otro lado la concentración de AE disminuye conforme el tiempo de estudio aumenta. En la Figura 37 (e) se muestra el efecto de la dirección y el tiempo de muestreo, se observa que la tendencia de la dirección es ligeramente lineal, sin embargo, existe un descenso de la concentración de AE a medida que aumenta el tiempo de medición, por lo cual se concluye una vez más que la dirección no es un factor significativo en el estudio de difusión de compuestos activos. En la Figura 37 (f) se muestra el efecto de la dirección y distancia de medición, se observa que la concentración no varía significativamente en función de la dirección, aunque si disminuye a medida que la distancia desde la bolsa de agrocultivo aumenta.

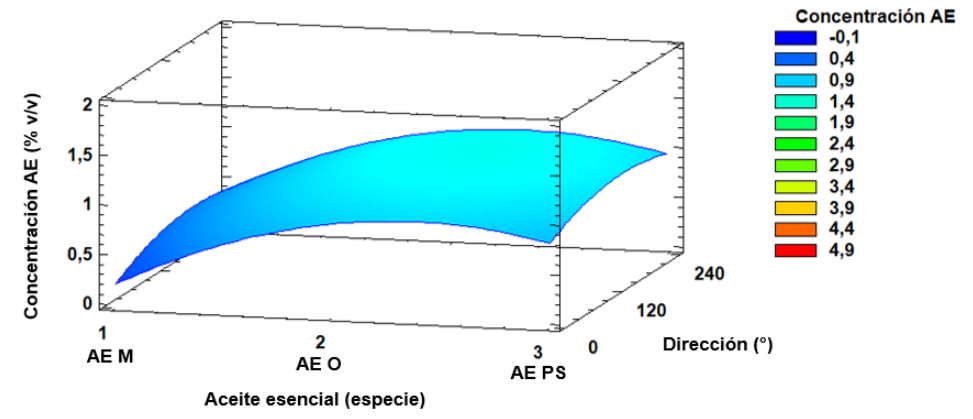
a

Superficie de Respuesta Estimada
Dirección=120,0,Tiempo de medición=2,5



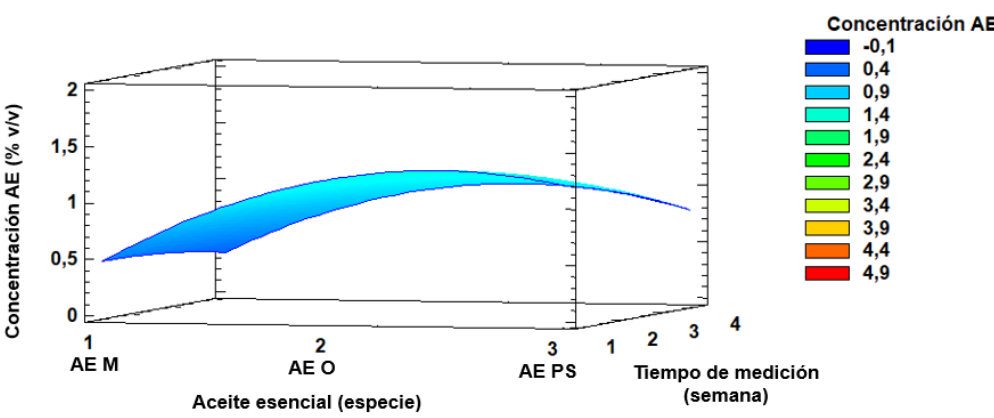
b

Superficie de Respuesta Estimada
Distancia=1,0,Tiempo de medición=2,5



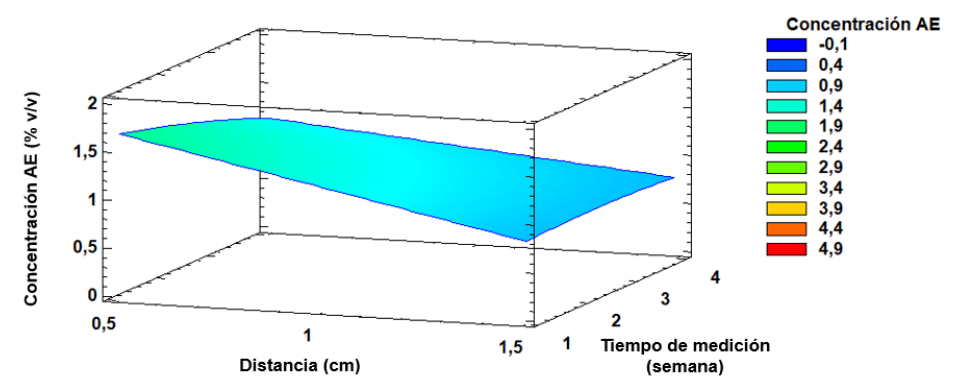
c

Superficie de Respuesta Estimada
Dirección=120,0,Distancia=1,0



d

Superficie de Respuesta Estimada
Aceite esencial=2,0,Dirección=120,0



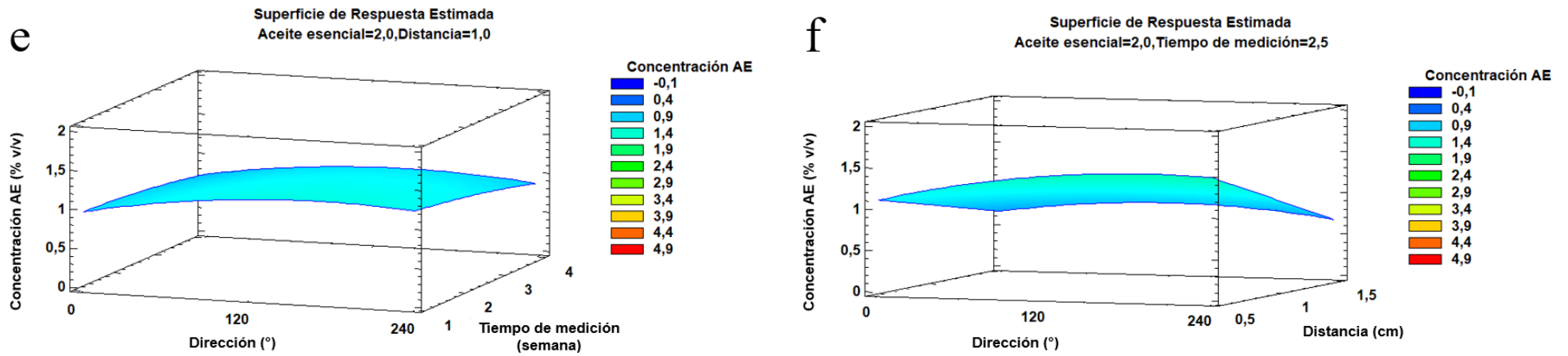


Figura 37. Superficie de respuesta estimada (a) AEs Vs. distancia, AEs Vs. dirección (b), AEs Vs. tiempo de medición (c), distancia Vs. tiempo de medición (d), dirección Vs. tiempo de medición (e), dirección Vs. distancia (f).

Finalmente el punto óptimo sugerido por el software estadístico, el cual maximiza la concentración AE sobre la región indicada, es el presentado en la Tabla 24, donde se muestra la combinación de los niveles y factores para alcanzar un valor óptimo de concentración de aceite esencial de 1,96% (v/v).

Tabla 24

Punto óptimo para la mayor concentración de AE liberado.

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Aceite esencial	1,0	3,0	2,71386
Dirección	0,0	240,0	200,152
Distancia	0,5	1,5	0,500055
Tiempo de medición	1,0	4,0	1,0

4.8.3 Estudio de la liberación de compuestos activos.

El estudio de liberación de aceites esenciales se ilustra a continuación en un gráfico radial tipo tela de araña para cada AE. Las condiciones ambientales durante el estudio de difusión de compuestos activos en el suelo se detallan en la Tabla 25.

Tabla 25

Condiciones ambientales durante el estudio de liberación controlada de compuestos activos.

Condiciones ambientales	Semana 1	Semana 2	Semana 3	Semana 4
Temperatura (°C)	21,0 ± 1,3	22,4 ± 2,8	21,7 ± 2,4	18,9 ± 1,1
Humedad relativa (%)	51,1 ± 2,5	43,7 ± 5,1	40,0 ± 5,9	49,3 ± 3,9

La difusión de AE palo santo se indica en la Figura 38, donde se puede notar que hay una mayor concentración de AE palo santo a 0.5 cm desde la bolsa de agro cultivo y menor concentración a 1.5 cm. La concentración de AE durante el estudio se indica en la Figura 38, la semana 1 presenta una concentración de compuesto activo mayor a la semana 4, con una reducción de 30.81 % a 0.5 cm y 6.59 % a 15 cm de distancia, esta disminución se puede atribuir a factores como la

evaporación del compuesto activo y la interacción con microorganismos presentes en el sustrato. Asimismo la tendencia de liberación de AE palo santo para cada uno de los puntos de muestreo es: mayor concentración de AE a menor distancia, se concluye que la difusión hacia el exterior de la película en las tres direcciones es la misma.

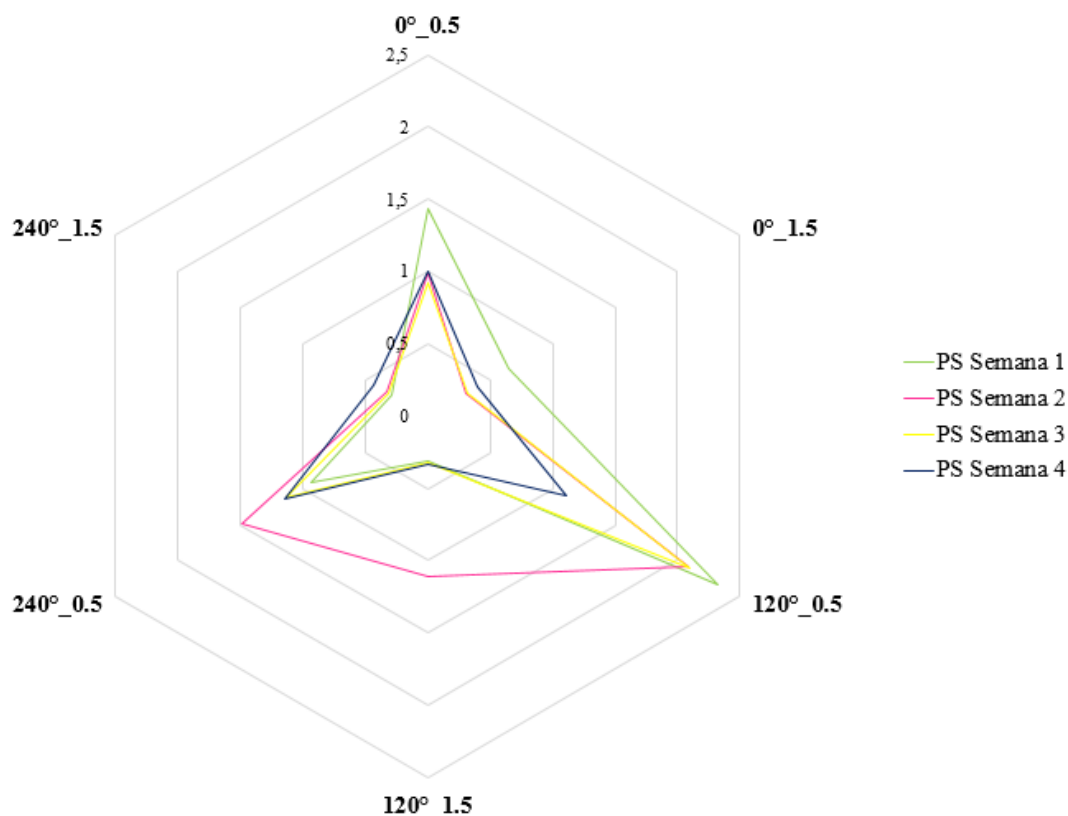


Figura 38. Liberación controlada de AE palo santo semana 1 (verde), semana 2 (rosado), semana 3 (amarillo) y semana 4 (azul).

La difusión de AE orégano se indica en la Figura 39, donde se puede notar que hay una mayor concentración de AE orégano a 0.5 cm desde la bolsa de agrocultivo y menor concentración a 1.5 cm. La concentración de AE durante el estudio se indica en la Figura 39, la semana 1 presenta una concentración de compuesto activo mayor a la semana 4, con una reducción de 48.30 % a 0.5 cm y 0.16 % a 1.5 cm de distancia, esta disminución se puede atribuir a factores como la evaporación del compuesto activo y la interacción con microorganismos presentes en el sustrato. Asimismo la

tendencia de liberación de AE orégano para cada uno de los puntos de muestreo es: mayor concentración de AE a menor distancia, se concluye que la difusión hacia el exterior de la película en dos direcciones tiende a ser la misma, de modo que la dirección tres pudo verse afectada con factores de interferencia como piedras, raíces, residuos propios de la tierra, entre otros.

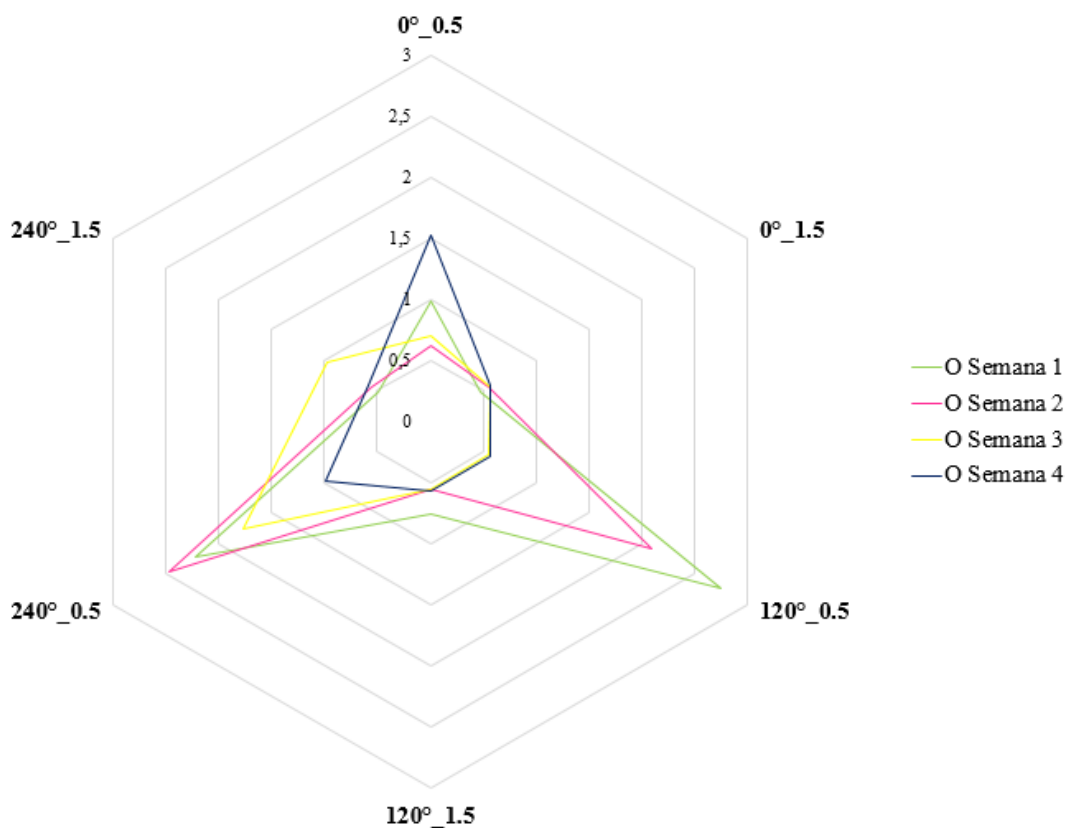


Figura 39. Liberación controlada de AE orégano semana 1 (verde), semana 2 (rosado), semana 3 (amarillo) y semana 4 (azul).

La difusión de AE muña se indica en la Figura 40, donde se puede notar que hay una mayor concentración de AE muña a 0.5 cm desde la bolsa de agrocultivo y menor concentración a 1.5 cm. La concentración de aceite esencial durante el estudio se indica en la Figura 40, la semana 1 presenta una concentración de compuesto activo mayor a la semana 4, con una reducción de 11.15 % a 0.5 cm y 0.51 % a 1.5 cm de distancia, esta disminución se puede atribuir a factores como la evaporación del compuesto activo y la interacción con microorganismos presentes en el sustrato.

Asimismo la tendencia de liberación de AE muña para cada uno de los puntos de muestreo es: mayor concentración de AE a menor distancia, se concluye que la difusión hacia el exterior de la bolsa de agrocultivo en una dirección es mucho mayor comparado con las dos restantes, de modo que la dirección dos y tres pudo verse afectada con factores de interferencia como piedras, raíces, residuos propios de la tierra, la liberación de compuestos volátiles en el momento del muestreo, entre otros.

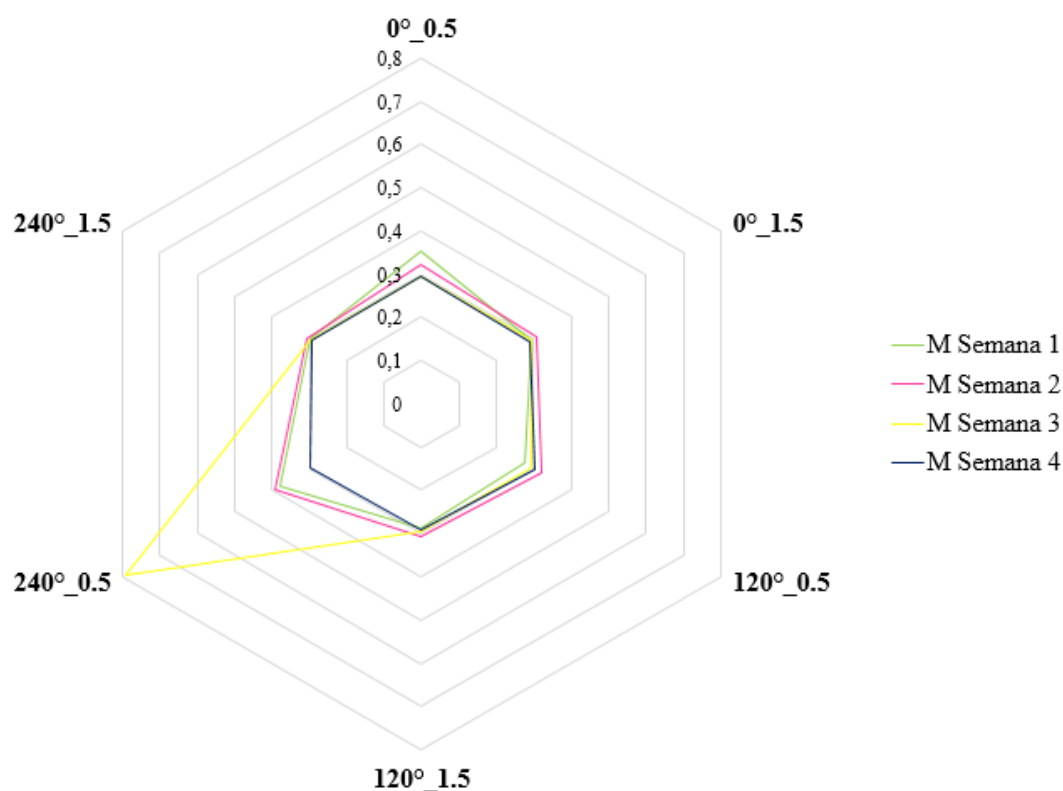


Figura 40. Liberación controlada de AE muña semana 1 (verde), semana 2 (rosado), semana 3 (amarillo) y semana 4 (azul).

Finalmente, la Figura 41 representa la difusión de compuestos activos al interior de la bolsa de agrocultivo, la tendencia de la liberación de AE desde la matriz polimérica hacia la planta de tomate riñón es: AE O > AE PS > AE M, por lo tanto el AE orégano y AE palo santo presentan una mayor capacidad para atravesar la primera capa de la bolsa de agrocultivo y migrar al sustrato que rodea

a la especie, además se infiere que gracias al carácter antimicrobiano de los AEs puede resultar en una mayor protección a la raíz ante el ataque de microorganismos.

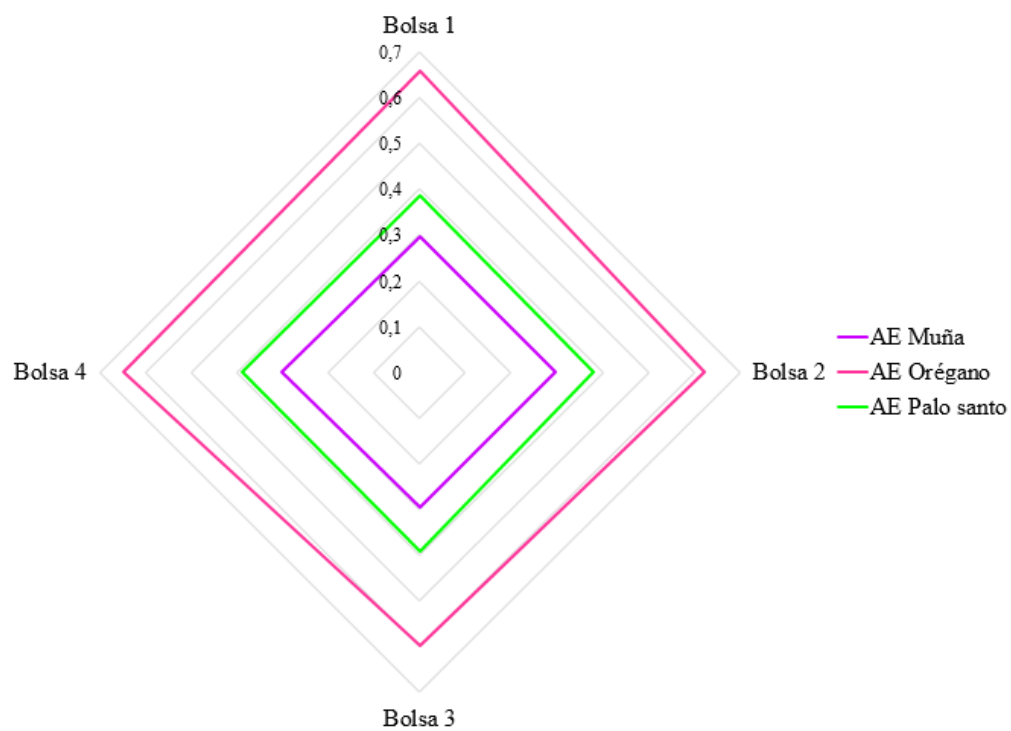


Figura 41. Liberación controlada de AE muña (morado), orégano (rosado) y palo santo (verde) al interior de la bolsa de agrocultivo.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

7.1 Conclusiones

- El aprovechamiento adecuado del banano verde de rechazo (*Musa balbisiana*) dio lugar a la obtención de harina de banano verde de rechazo, fue posible alcanzar rendimiento de 28.22% para harina de pulpa de banano verde de rechazo y 7.92% para harina de cáscara de banano verde de rechazo, que tiene una ponderación moderada-alta respecto a otros estudios.
- La harina de banano verde de rechazo es un recurso con elevada viabilidad técnica, económica y ambiental, eficiente para el desarrollo de películas biodegradables por su alto contenido de amilosa superior a otro tipo de residuo producido en Ecuador.
- Se elaboró exitosamente bolsas de agrocultivo biodegradables activas impregnadas con aceites esenciales muña, orégano y palo santo, haciendo uso técnica de moldeado o “casting” en bicapa, con características macroscópicas afines a su aplicación, las cuales son una alternativa eco-amigable para la sustitución de bolsas tradicionales compuestas con polietileno de baja densidad y plaguicidas industriales.
- Las películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo presentan menor permeabilidad al vapor de agua ($2,69E-06 \text{ g/s} * m * Pa$) y espesor (0,398 mm), mientras que las películas impregnadas con aceite esencial orégano presentan el menor porcentaje de solubilidad en agua (25,92 %) y las películas impregnadas con aceite esencial muña tienen el menor contenido de humedad (13,22%). Las propiedades fisicoquímicas mencionadas proporcionan características favorables para su uso como

bolsas de cultivo al evitar que se desintegre brevemente al contacto con agua y/o vapor en el proceso de llenado con el sustrato y riego periódico de la especie trasplantada.

- Las películas biodegradables impregnadas con aceite esencial orégano presentan mayor resistencia a la tracción (3,163 MPa) mientras que las películas impregnadas con aceite esencial palo santo tienen mayor porcentaje de elongación (12,25%) respecto al resto de películas.
- La biodegradabilidad alcanzada en las películas impregnadas con aceites esenciales muña, orégano y palo santo en la semana cuatro presentan un porcentaje de degradabilidad menor (14,57%) frente a las películas sin aceite esencial (blanco).
- El análisis calorimétrico de las películas biodegradables no presentó temperatura de transición vítrea ni temperatura de fusión lo que indica que el biopolímero se encuentra en estado amorfo y que además existe una óptima interacción entre los plastificantes y la matriz polimérica.
- El análisis termogravimétrico indica que al alcanzar una temperatura de 250 a 350 °C existe una pérdida de peso alrededor del 44,54% del peso inicial debido a la degradación de componentes de la harina y cadenas poliméricas.
- El estudio de envejecimiento de las películas biodegradables impregnadas con aceites esenciales reveló que la tendencia de envejecimiento es aceite esencial palo santo > aceite esencial orégano > aceite esencial muña.
- El envejecimiento de las películas biodegradables impregnadas con aceite esencial muña revela la desaparición de la banda 1200 – 1000 cm^{-1} correspondiente al estiramiento del

grupo funcional C – O del almidón y $1055 - 870 \text{ cm}^{-1}$ correspondiente al estiramiento de grupo funcional C – O – C de los enlaces glucosídicos del almidón.

- El envejecimiento de las películas biodegradables impregnadas con aceite esencial orégano revela la desaparición de la banda $1055 - 870 \text{ cm}^{-1}$ correspondiente al estiramiento del grupo funcional C – O – C de los enlaces glucosídicos del almidón.
- El envejecimiento de las películas biodegradables impregnadas con aceite esencial palo santo revela la desaparición de la banda $1000 - 700 \text{ cm}^{-1}$ correspondiente al grupo funcional C – H del almidón.
- La liberación controlada de aceites esenciales desde las bolsas de agrocultivo revela que existe una mayor concentración a 0.5 cm desde la bolsa de agrocultivo y menor concentración a 1.5 cm para cada uno de los aceites esenciales estudiados. La pérdida de aceites esenciales durante el estudio de liberación controlada de compuestos activos se debe a la evaporación/volatilización de los VOCs hacia el ambiente desde las bolsas de agrocultivo y el suelo por efecto de las condiciones climáticas y la naturaleza del sustrato.
- De acuerdo con las concentraciones obtenidas en el proceso de liberación controlada de compuestos activos en el suelo se determinó que la difusión es mayor para el aceite esencial orégano y menor para el aceite esencial muña.
- La liberación controlada de compuestos activos al interior de la bolsa de agrocultivo es mayor para el aceite esencial orégano y menor para el aceite esencial muña, en ningún caso supera el 1% (v/v).

7.2 Recomendaciones

- Realizar una caracterización fisicoquímica de la harina de cáscara de banano verde de rechazo y harina de pulpa de banano verde de rechazo para conocer de manera cuantitativa la concentración de cada uno de los componentes de la matriz polimérica y estudiar sus interacciones.
- Mejorar las propiedades fisicoquímicas y mecánicas del biopolímero mediante un análisis de la acción plastificante de compuestos propios de la matriz polimérica y así como también la adición de plastificantes de origen natural como gel de aloe vera, cera de abeja, entre otros.
- Estudiar otras vías para impregnar aceites esenciales en la matriz polimérica como microencapsulamiento de compuestos activos.
- Realizar un análisis morfológico y estructural de las películas biodegradables mediante microscopia electrónica de barrido (SEM) para identificar como influyen en las propiedades fisicoquímicas y mecánicas.
- Desarrollar películas biodegradables bicapa mediante otros procesos de conformado como co-extrusión y termoformado, para evitar que las bolsas de agrocultivo se abran al introducir el sustrato.
- Realizar la evaluación *in vivo* e *in vitro* del estudio de liberación controlada de compuestos activos en el suelo con la finalidad de evaluar la eficiencia de los mismos frente a nematodos en plantas de tomate riñón, tanto en el suelo alrededor de la bolsa de agrocultivo como en las raíces de la especie para obtener el porcentaje de inhibición.

- Estudiar la liberación controlada y control nematocida de aceites esenciales como tomillo, eucalipto, romero, entre otros.
- Para estudios futuros realizar la caracterización fisicoquímica del sustrato y la medición del compuesto activo semanalmente tanto el suelo como en la bolsa de agrocultivo.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Acevedo, D., Navarro, M., & Monroy, L. (2013). Composición química del aceite esencial de hojas de orégano (*origanum vulgare*). *Informacion Tecnologica*, 24(4), 43–48.
- Arancibia, M. (2014). *Recubrimientos activos procedentes de recursos infrautilizados y residuos de la industria para su aplicación en agroalimentación*. Universidad Complutense de Madrid.
- Arancibia, M., López, M., Gómez, M., & Montero, P. (2014). Release of volatile compounds and biodegradability of active soy protein lignin blend films with added citronella essential oil. *Food Control*, 44, 7–15.
- Arias, T. (2015). *Evaluación del efecto de la sustitución parcial de harina de trigo (Triticum spp) por harina de banano Cavendish (Musa acuminata) grado de madurez 3 sobre las características de masa y pan*. Escuela Politécnica Nacional.
- Armendariz, I., Ríos, M., Landázuri, P., & Quiña, D. (2015). *Nematodos fitopatógenos y sus estrategias de control* (1st ed.). Quito: Universidad de las Fuerzas Armadas - ESPE.
- ASTM D882. (2002). Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting. *American Society for Testing and Materials*, 14, 1–10.
- ASTM E1131. (2008). Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry. *American Society for Testing and Materials*, 14(2), 8–12.
- ASTM E96. (2005). Standard test methods for water vapor transmission of materials. *American Society for Testing and Materials*, 04, 1–8.
- Azizi, A., Yan, F., & Honermeier, B. (2009). Herbage yield, essential oil content and composition of three oregano (*Origanum vulgare* L.) populations as affected by soil moisture regimes and nitrogen supply. *Industrial Crops and Products*, 29(2–3), 554–561.
- Blasco, G., & Gómez, F. (2014). Propiedades Funcionales del Plátano (*Musa sp*). *Revista Médica*

Universidad Veracruzana, 5.

- Bourtoom, T. (2008). Edible films and coatings : characteristics and properties. *International Food Research Journal, 15*(3), 237–248.
- Campos, V. (2014). *Obtención y caracterización de nanocompuestos de liberación controlada de principios activos de aceites esenciales con actividad antimicrobiana para potencial uso en empaque de frutillas (Fragaria × ananassa)*. Universidad de Concepción.
- Carvajal, M., & Murgueitio, F. (2017). *Caracterización de las proteínas de la cáscara de plátano tipo Williams (Giant Cavendish)*. Universidad de Guayaquil, Guayaquil.
- Castelo, V., Guimarães, J., Souza, L., Guedes, M., Silva, P., Ferrão, L., ... Zago, L. (2017). The use of green banana (*Musa balbisiana*) pulp and peel flour as an ingredient for tagliatelle pasta. *Brazilian Journal of Food Technology, 20*, 1–8.
- Charro, M. (2015). *Obtención de plástico biodegradable a partir de almidón de patata*. Universidad Central del Ecuador.
- Colthup, N. B., Daly, L. H., & Wiberley, S. E. (1990). *Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy. Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy* (3rd ed.). New York.
- Contreras, M. del M., Jurado, N., Arce, L., & Arroyo, N. (2019). A robustness study of calibration models for olive oil classification: Targeted and non-targeted fingerprint approaches based on GC-IMS. *Food Chemistry, 288*, 315–324.
- Cruz, S. (2017). *Diversidad genética de plantaciones de Musa acuminata y Musa balbisiana establecidas en el Ecuador utilizando RAPD's*. Universidad Técnica de Quevedo.
- Cury, K., Aguas, Y., Martinez, A., Olivero, R., & Chams, L. (2017). Residuos agroindustriales su impacto, manejo y aprovechamiento. *Revista Colombiana de Ciencia Animal, 9*, 122–132.
- Ege, S., Farrás, J., García, J., & Urpí, F. (1997). *Química orgánica : estructura y reactividad*.

Reverté.

- Elizondo, N. J., Sobral, P. J. A., & Menegalli, F. C. (2009). Development of films based on blends of *Amaranthus cruentus* flour and poly(vinyl alcohol). *Carbohydrate Polymers*, 75(4), 592–598.
- Enríquez, M., Velasco, R., & Ortiz, V. (2012). Composición y procesamiento de películas biodegradables basadas en almidón, 10(1), 182–192.
- Goycoolea, F., Alonso, M., & Remuñán, C. (2009). Nanopartículas a base de polisacáridos: quitosano. *Nanotecnología Farmacéutica, Realidades y Posibilidades Farmacoterapéuticas*, 103–131.
- Gutiérrez, T., & González, G. (2017). Effect of Cross-Linking with Aloe vera Gel on Surface and Physicochemical Properties of Edible Films Made from Plantain Flour. *Food Biophysics*, 12(1), 11–22.
- Guzmán, A., Zapata, J., & Villegas, B. (2012). Principales nemátodos fitoparásitos y síntomas ocasionados en cultivos de importancia económica. *Revista Agronomía*, 20(1), 38–50.
- Herrera, E., Ramos, M., Roca, P., & Viana, M. (2014). *Bioquímica básica : base molecular de los procesos fisiológicos*. Elsevier España.
- Iler, D. (2017). *Evaluación de la actividad nematicida invitro de aceites esenciales frente a Meloidogyne*. Universidad Técnica de Ambato.
- Jirukkakul, N. (2016). The study of edible film production from unripened banana flour and ripened banana puree. *International Food Research Journal*, 23(1), 95–101.
- Kalpakjian, S., Schmid, S., & Sánchez, G. (2002). *Manufactura, ingeniería y tecnología*. Pearson Educación.
- Kanu, A. B., & Hill, H. H. (2008). Ion mobility spectrometry detection for gas chromatography.

Journal of Chromatography A, 1177(1), 12–27.

- Krochta, J., Baldwin, E., & Nisperos, M. (1994). *Edible coatings and films to improve food quality*. Technomic Publ. Co.
- Lalaleo, D. (2017). *Caracterización reológica de suspensiones elaboradas a partir harina y residuos de banano de rechazo*. Universidad Técnica de Ambato.
- Leyva, M., Martínez, R., & Stashenko, E. (2007). Composición química del aceite esencial de hojas Y tallos de bursera graveolens (Burseraceae) de Colombia. *Scientia et Technica*, (33), 201–202.
- Liu, Q. (2005). *Food Carbohydrates - Chemistry, Physical Properties, and Applications*. (S. Cui, Ed.), *Food Carbohydrates* (1st ed.). Taylor & Francis Group.
- López, F. (2004). *Fundamentos de polímeros*. Mérida: Universidad de Los Andes.
- Luján, M., Gutiérrez, F., Ventura, L., Dendooven, L., Mendoza, M., Cruz, S., ... Abud, M. (2012). Composición química y actividad antimicrobiana de los aceites esenciales de hojas de Bursera graveolens y Taxodium mucronatum de Chiapas, México. *Gayana Bot*, 69(69), 7–14.
- Mali, S., Grossmann, M. V. E., Garcia, M. A., Martino, M. N., & Zaritzky, N. E. (2002). Microstructural characterization of yam starch films. *Carbohydrate Polymers*, 50(4), 379–386.
- Marcos, C. (2018). *Extracción de almidón a partir de residuos de banano (Musa paradisiaca) para la elaboración de un biopolímero*. Universidad Politécnica Salesiana.
- Mettler-Toledo. (2014). Instrucciones de manejo Moisture Analyzer HB43-S. Greifensee: Mettler-Toledo AG.
- Ministerio de Comercio Exterior. (2017). *Informe Sector Bananero Ecuatoriano*.
- Montoya, J., & Quintero, V. D. (2014). Evaluación fisicotérmica y reológica de harina y almidón

- de plátano Dominico Hartón (*Musa paradisiaca* ABB). *Temas Agrarios*, 19(2), 214–233.
- Morales, E. (2014). *Caracterización de películas, elaboradas a partir de harina de quinua (*Chenopodium quinoa*, Willd), almidón modificado de yuca (*Manihot esculenta*) y montmorillonita*. Escuela Politécnica Nacional.
- Morrison, R., & Boyd, R. (1998). *Química Orgánica* (5th ed.). Addison Wesley Iberoamericana S.A.
- NaturePlast. (2018). Historia de los bioplásticos. Retrieved January 26, 2019, from <http://natureplast.eu/es/el-mercado-de-los-bioplasticos/historia-de-los-bioplasticos/>
- Navia, D., Gordillo, M., Hernández, J., & Poveda, L. (2019). Optimization of Physical, Optical and Barrier Properties of Films Made from Cassava Starch and Rosemary Oil. *Journal of Polymers and the Environment*, 27(1), 127–140.
- Nimsung, P., Thongngam, M., & Naivikul, O. (2007). Compositions, morphological and thermal properties of green banana flour and starch. *Witthayasan Kasetsart (Sakha Witthayasat)*, 41(5), 324–330.
- Noor, F., Rahman, J., Mahomud, S., Akter, S., Islam, A., & Ahmed, M. (2014). Physicochemical properties of flour and extraction of starch from jackfruit seed. *International Journal of Nutrition and Food Sciences*, 3(4), 347–354.
- Ochoa, O., Medina, C., Guz, L., & Famá, L. (2018). Biodegradable and edible starch composites with fiber-rich lentil flour to use as food packaging. *Carbohydrate Polymer Composites*, 70(7–8), 1–34.
- Olmedo, R., Ribotta, P., & Grosso, N. R. (2018). Antioxidant activity of essential oils extracted from *aloesia triphylla* and *minthostachys mollis* that improve the oxidative stability of sunflower oil under accelerated storage conditions. *European Journal of Lipid Science and*

Technology, 120(8), 1700374.

Ooi, Z., Ismail, H., & Teoh, Y. (2018). Characterization and Properties of Biodegradable Polymer Film Composites Based on Polyvinyl Alcohol and Tropical Fruit Waste Flour. *Natural Fiber Reinforced Vinyl Ester and Vinyl Polymer Composites*, 313–332.

Ordoñez, D. (2015). *Desarrollo de películas eco - amigables con capacidad antimicrobiana a partir de nanocompositos de acetato de celulosa y aceite esencial de muña (minthostachys spicata)*. Universidad Nacional del Atiplano.

Orsuwan, A., & Sothornvit, R. (2018a). Active Banana Flour Nanocomposite Films Incorporated with Garlic Essential Oil as Multifunctional Packaging Material for Food Application. *Food and Bioprocess Technology*, 11(6), 1199–1210.

Orsuwan, A., & Sothornvit, R. (2018b). Effect of banana and plasticizer types on mechanical, water barrier, and heat sealability of plasticized banana-based films. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42(1), 1–8.

Orsuwan, A., & Sothornvit, R. (2018c). Reinforcement of banana flour biocomposite film with beeswax and montmorillonite and effects on water barrier and physical properties. *International Journal of Food Science and Technology*, 53(12), 2642–2649.

Ortega, R., Jiménez, A., Talens, P., & Chiralt, A. (2014). Properties of starch-hydroxypropyl methylcellulose based films obtained by compression molding. *Carbohydrate Polymers*, 109, 155–165.

Ortega, R., Morey, I., Talens, P., & Chiralt, A. (2015). Active bilayer films of thermoplastic starch and polycaprolactone obtained by compression molding. *Carbohydrate Polymers*, 127, 282–290.

Pájaro, N. (2011). Química verde: un nuevo reto green chemistry: a new challenge, 21, 169–182.

- Palechor, J., Cerón, A., Villada, H., & Salazar, M. (2016). Deterioro de una bolsa biodegradable de almidón de yuca con ácido poliláctico en un vivero. *Vitae*, 23(March), 585–589.
- Pelissari, F., Andrade, M., Menegalli, F., & Sobral, P. (2013). Optimization of process conditions for the production of films based on the flour from plantain bananas (*Musa paradisiaca*). *LWT - Food Science and Technology*, 52(1), 1–11.
- Pelissari, F., Andrade, M., Sobral, P. J. do A., & Menegalli, F. (2013). Comparative study on the properties of flour and starch films of plantain bananas (*Musa paradisiaca*). *Food Hydrocolloids*, 30(2), 681–690.
- Peñafiel, S., Brito, G., Muñoz, G., Zabala, A., & Chafra, A. (2015). Utilización De Residuos Agroindustriales Para La Producción De Proteína Microbiana. *European Scientific Journal*, 11(27), 1857–7881.
- Perdones, Á., Vargas, M., Atarés, L., & Chiralt, A. (2014). Physical, antioxidant and antimicrobial properties of chitosan-cinnamon leaf oil films as affected by oleic acid. *Food Hydrocolloids*, 36, 256–264.
- Pretsch, E., Buhlmann, P., & Badertscher, M. (2009). *Structure Determination of Organic Compounds. Organic Chemistry: An Intermediate Text* (4th ed.). Berlin: Springer.
- Roca, I. (2005). *Estudio de las propiedades y aplicaciones industriales del polietileno de alta densidad (PEAD)*. Universidad de San Carlos de Guatemala.
- Rodríguez, R. (2010). *Manual de prácticas de viveros forestales* (1st ed.). Pachuca: Univerdiad Autónoma del Estado de Hidalgo.
- Rosales, A. (2016). *Obtención de biopolímero plástico a partir del almidón de malanga (Colocasia esculenta), por el método de polimerización por condensación en el Mayo – Abril 2016*. Universidad Autónoma de Nicaragua.

- Salán, M. (2005). *Tecnología de proceso y transformación de materiales* (1st ed.). Universidad Politécnica de Catalunya.
- Santos, J., Silva, G., Santos, J., & Oliveira, A. (2010). Processamento e avaliação da estabilidade da farinha de banana verde. *Exacta, São Paulo*, 8(2), 219–224.
- Seydim, A., & Sarikus, G. (2006). Antimicrobial activity of whey protein based edible films incorporated with oregano , rosemary and garlic essential oils. *Food Research International*, 39, 639–644.
- Sindhu, M., Brahmakumar, M., & Abraham, E. (2006). Microstructural Imaging and Characterization of the Mechanical, Chemical, Thermal, and Swelling Properties of Starch–Chitosan Blend Films. *Biopolymers*, 82(2), 176–187.
- Singh, A., Singh, A., & Satheesh, N. (2014). Extraction and Physicochemical Characterization of Novel Muco-Bioadhesant Biopolymer Obtained From the Seeds of Momordica Charantia. *Anita et Al. World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 3(11), 1098–1115.
- Sobral, P., Menegalli, F., Hubinger, M., & Roques, M. (2001). Mechanical, water vapor barrier and thermal properties of gelatin based edible films. *Food Hydrocolloids*, 15(4–6), 423–432.
- Solís, A. (2007). *El cultivo de plátano (genero musa) en México*. Universidad Autónoma Agraria “Antonio Narro.”
- Sothornvit, R., & Pitak, N. (2007). Oxygen permeability and mechanical properties of banana films. *Food Research International*, 40, 365–370.
- Teixeira, M., Ciacco, C., Tavares, D., & Bonezzi, A. (1998). Ocorrência e caracterização do amido resistente em amidos de milho e de banana. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 18(2), 246–246.
- Thomas, L. (2010). Interpreting Unexpected Events and Transitions in DSC Results. *TA*

Instruments.

- Tovar, T. (2008). *Caracterización morfológica y térmica del almidón de maíz (Zea mays L) obtenido por diferentes métodos de aislamiento*. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo.
- Tramón, C. (2014). *Modelación de la liberación sostenida de aceites esenciales desde matrices poliméricas*. Universidad de Concepción.
- Valencia, A., Rivera, C., & Murillo, E. (2013). Estudio de las propiedades de mezclas de alcohol polivinílico-almidón de yuca-sorbitol obtenidas por casting. *Revista Colombiana de Materiales*, 1, 44–51.
- Valencia, C., Vargas, M., Atarés, L., & Chiralt, A. (2018). Thermoplastic cassava starch-chitosan bilayer films containing essential oils. *Food Hydrocolloids*, 75, 107–115.
- Vermeiren, L., Devlieghere, F., Van Beest, M., De Kruijf, N., & Debevere, J. (1999). Developments in the active packaging of foods. *Trends in Food Science and Technology*, 10(3), 77–86.
- Zünkler, B. (1976). *Ejercicios sobre elasticidad y resistencia de materiales*. Reverté.

ANEXOS



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA

CERTIFICACIÓN

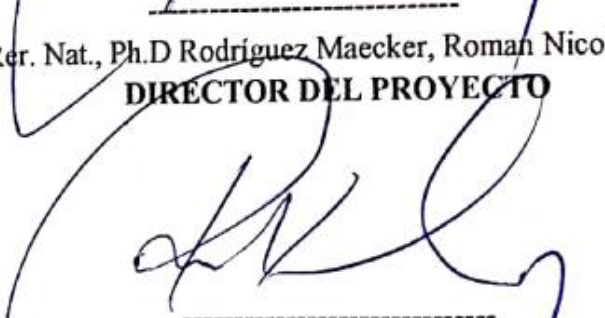
Se certifica que el presente trabajo fue desarrollado por la señorita: Michelle del Rocío Jácome Fonseca.

En la ciudad de Latacunga a los 05 días del mes de noviembre de 2019.

Aprobado por





Dr. Rer. Nat., Ph.D Rodriguez Maecker, Roman Nicolay
DIRECTOR DEL PROYECTO


Dr. Rer. Nat., Ph.D Rodriguez Maecker, Roman Nicolay
DIRECTOR DE CARRERA

Certificado por




Abg. Darwin Albán
SECRETARIO ACADÉMICO