

UNIVERSIDAD PERUANA UNIÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA
Escuela Profesional de Ingeniería de Alimentos



Películas bionanocompuesto activas a base almidón de Tunta (Solanum tuberosum) y extracto de Tumbo serrano (Passiflora mollisima) con nanocelulosa de tallos de Quinoa (Chenopodium quinoa Willd)

Tesis para obtener el Título Profesional de Ingeniero de Alimentos

Autoras:

Yesmina Carrillo Huamani
Reina Luz Llaiqui Taco

Asesor:

Dr. Noé Benjamín Pampa Quispe

Lima, febrero del 2020

ANEXO 07 DECLARACIÓN JURADA DE AUTORIA DEL INFORME DE TESIS

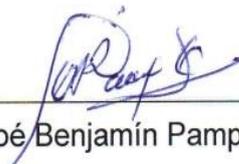
Yo Noé Benjamín Pampa Quispe de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura, Escuela Profesional de Industrias Alimentarias, de la Universidad Peruana Unión.

DECLARO:

Que el presente informe de investigación titulado: **“PELÍCULAS BIONANOCOMPUESTO ACTIVAS A BASE ALMIDÓN DE TUNTA (*solanum tuberosum*) Y EXTRACTO DE TUMBO SERRANO (*passiflora mollisima*) CON NANOCELULOSA DE TALLOS DE QUINUA (*chenopodium quinoa willd*)”** constituye la memoria que presentan las bachilleres Yesmina Carrillo Huamani y Reina Luz Llaiqui Taco para aspirar al título Profesional de Ingeniero de Alimentos ha sido realizada en la Universidad Peruana Unión bajo mi dirección.

Las opiniones y declaraciones en este informe son de entera responsabilidad del autor, sin comprometer a la institución.

Y estando de acuerdo, firmo la presente constancia en Lima a los 26 días de febrero del año 2020



Dr. Noé Benjamín Pampa Quispe

PELÍCULAS BIONANOCOMPUESTO ACTIVAS A BASE
DE ALMIDÓN DE TUNTA (*Solanum tuberosum*) Y
EXTRACTO DE TUMBO SERRANO (*Passiflora mollisima*)
CON NANOCELULOSA DE TALLOS DE QUINUA
(*Chenopodium quinoa* Willd)

TESIS

Presentada para optar el título profesional de ingeniero de alimentos

JURADO CALIFICADOR



Msc. Silvia Pilco Quesada
Presidente



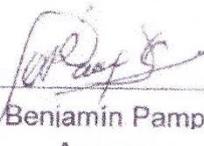
Dr. Julio Paredes Guzmán
Secretario



Dr. Reynaldo Justino Silva Paz
vocal



Mg.Sc. Daniel Sumire Qqenta
Vocal



Dr. Noé Benjamín Pampa Quíspe
Asesor

Lima, 26 de febrero del 2020

DEDICATORIA

El presente trabajo de investigación lo dedicamos en primer lugar a Dios, por haber sido nuestro inspirador, guía, fuerza y fortaleza, durante este largo camino a obtener uno de nuestros anhelos más deseados.

A nuestros padres, por su amor, paciencia y esfuerzo que nos han permitido llegar a cumplir hoy un sueño más, gracias por inculcar en nosotras el ejemplo de esfuerzo y valentía, de no temer las adversidades porque Dios estará siempre con nosotras.

A nuestros hermanos (as) y familiares en general por su apoyo incondicional, sus oraciones, consejos y palabras de aliento.

A todas las personas que nos han apoyado y han hecho que el trabajo se realice con éxito en especial a aquellos que nos abrieron las puertas y compartieron sus conocimientos.

Yesmina y Reina

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos en primer lugar a Dios, por todas las bendiciones, sabiduría y la fortaleza que nos dio para guiarnos en este camino y darnos alcance el triunfo.

A nuestros padres, y hermanos por ser los principales promotores de nuestros sueños, por confiar y creer en nuestras expectativas, por los consejos, valores, apoyo y principios que nos han inculcado.

Al Dr. Noé Benjamín Pampa, por la orientación y ayuda que nos brindó para la realización de esta tesis, por su apoyo y amistad que nos permitió aprender mucho más en el proyecto.

Al Dr. Raúl Siche, por permitirnos el uso del laboratorio de la universidad Nacional de Trujillo para los ensayos de las propiedades mecánicas, morfológicas (SEM) y térmicas (DSC).

Al Ing. Clemente Luyo Caycho por permitirnos el uso del laboratorio de la Universidad Nacional de Ingeniería para los ensayos de Difracción de rayos X (X-DR)

Gracias a la Ing. Ketty Arellano, Marita Díaz de la Vega, Andres Corimayhua, y los Bach. Miguel Luna y Diego cayra por permitirnos el uso de los laboratorios de CICAL, QUIMICA, PROCESOS y CITAL y también por su apoyo moral.

Al Bach Giovani Rafael, por habernos brindado el apoyo y la confianza durante la etapa de la investigación.

A la señorita Judith carrillo, por habernos brindado su apoyo moral e incondicional.

Muchas gracias a todos ustedes y amigos por haber sido participes en este proceso y triunfo a la vez.

Índice

CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN.....	16
CAPÍTULO II: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	18
2.1. Nanotecnología	18
2.1.1. Nanocelulosa de cristales	18
2.1.2. Nanoarcilla orgánicamente modificada	19
2.1.3. Nanotubos de carbono	20
2.2. Envases activos e inteligentes	20
2.2.1. Envases activos	20
2.3. Almidón termoplástico	22
2.3.1. Estructura química del almidón nativo	23
2.3.2. Aplicaciones tecnológicas.....	23
2.4. Almidón de tunta (<i>Solanum tuberosum</i>).....	24
2.5. Tallo de quinua (<i>Chenopodium quinoa willd.</i>)	25
2.5.1. Composición química del tallo de quinua.....	25
2.6. Tumbo serrano (<i>pasiflora mollisima</i>)	26
2.6.1. Compuestos fenólicos	27
2.7. Procesos tecnológicos para películas	27
2.7.1. Tecnología por extrusión	27

2.7.2.	Tecnología por vía casting	28
2.8.	Caracterización de las propiedades de la película.....	29
2.8.1.	Propiedades mecánicas	29
2.8.2.	Microscopia electrónica de barrido.....	29
2.8.3.	Difracción de rayos-X.....	30
2.8.4.	Calorimetría diferencial de barrido	30
2.8.5.	Permeabilidad de vapor del agua	31
2.9.	Diseño Central Compuesto Rotacional.....	32
CAPÍTULO III: MATERIALES Y MÉTODOS.....		34
3.1.	Lugar de ejecución.....	34
3.2.	Materia prima.....	34
3.3.	Materiales y equipos	34
3.3.1.	Equipos	34
3.3.2.	Reactivos.....	35
3.4.	Metodología experimental	35
3.4.1.	Obtención de la nanocelulosa de cristales	35
3.4.2.	Caracterización de la nanocelulosa de tallos de quinua.....	37
3.5.	Obtención del almidón de tunta	38
3.5.1.	Caracterización del almidón de tunta.....	38
3.6.	Obtención y cuantificación de los compuestos fenólicos y capacidad	

antioxidante de tumbo serrano.....	41
3.6.1. Obtención del extracto del tumbo serrano	41
3.7. Desarrollo y obtención de película por tecnología vía casting	43
3.7.1. Caracterización de película	45
3.8. Diseño de experimentos y diseño estadístico.....	49
3.8.1. Diseño de experimentos	49
3.8.2. Análisis estadístico	51
CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	52
4.1. Caracterización de la nanocelulosa de cristales	52
4.1.1. Microscopia electrónica de barrido.....	52
4.1.2. Difracción de rayos-X.....	54
4.2. Caracterización del almidón de tunta.....	55
4.2.1. Análisis fisicoquímico del almidón de tunta.....	55
4.2.2. Contenido de amilosa y amilopectina.....	57
4.2.3. Índice de solubilidad, absorción de agua y poder de hinchamiento	57
4.2.4. Microscopia electrónica de barrido.....	59
4.2.5. Calorimetría diferencial de barrido	61
4.2.6. Difracción de Rayos-X	63
4.3. Cuantificación de compuestos fenólicos y capacidad antioxidante del extracto de tumbo	64

4.4.	Caracterización de las películas bionanocompuestos activas	66
4.4.1.	Propiedades mecánicas	66
4.4.2.	Contenido de Índice de solubilidad de las películas	73
4.4.3.	Permeabilidad al vapor de agua	77
4.4.4.	Determinación de fenoles totales y capacidad antioxidante	81
4.4.5.	Calorimetría diferencial de barrido	88
4.4.6.	Difracción de rayos-X.....	89
4.4.7.	Microscopia electrónica de barrido.....	90
CAPÍTULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		92
5.1.	Conclusiones	92
5.2.	Recomendaciones	93
REFERENCIAS		94
ANEXOS		108

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura química de la celulosa.	18
Figura 2. Estructura química del almidón: amilosa y amilopectina	23
Figura 3. Producto final de la tunta	24
Figura 4. Tallo de quinua.....	25
Figura 5. Tumbo serrano (<i>Passiflora mollisima</i>).	26
Figura 6. Flujograma de obtención de la nanocelulosa del tallo de la quinua.....	36
Figura 7. Diagrama de flujo para la obtención del almidón de tunta	38
Figura 8. Diagrama de flujo de la obtención de la película activa	44
Figura 9. Microscopia electrónica de barrido a) 20 μm b) 1000nm.....	52
Figura 10. Distribución normal del tamaño de la nanocelulosa de tallos de quinua	53
Figura 11. Difracción de rayos-X de nanocelulosa de tallos de quinua	54
Figura 12. Microscopia electrónica de barrido del almidón de tunta. A) 100 μm B) 20 μm	59
Figura 13. Distribución normal de los gránulos de almidón para forma elíptica. A): tamaño pequeño B): tamaño grande.	60
Figura 14. Distribución normal de los gránulos de almidón para forma esférica. A): tamaño pequeño B): tamaño grande.	60
Figura 15. Calorimetría diferencial de barrido para almidón de tunta	62
Figura 16. Difracción de rayos-X del almidón de tunta	63
Figura 17. Superficie de respuesta de fuerza de ruptura	68
Figura 18. Superficie de respuesta de la fuerza de elongación.....	72
Figura 19. Superficie de respuesta de Índice de solubilidad de agua.....	76

Figura 20. Superficie de respuesta de permeabilidad al vapor de agua.....	80
Figura 21. Superficie de respuesta de compuestos fenólicos	83
Figura 22. Superficie de respuesta de cuantificación de antioxidantes	86
Figura 23. Análisis de Calorimetría electrónica de barrido de las películas.	89
Figura 24. Difracción de rayos-X.....	90
Figura 25. Microscopia electrónica de barrido de la película nanobiocompuesto	91

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Componentes químicos del tallo de quinua.....	26
Tabla 2. Factores y niveles para la formulación de película activa.....	50
Tabla 3. Tratamientos generados a partir del diseño central compuesto rotacional.....	51
Tabla 4. Análisis fisicoquímico del almidón de tunta.....	56
Tabla 5. Contenido de amilosa y amilopectina de almidón de tunta.....	57
Tabla 6. Índice de solubilidad en agua, Índice de absorción de agua y poder de hinchamiento del almidón de tunta.....	58
Tabla 7. Compuestos fenólicos y capacidad de antioxidante de tumbo serrano.	65
Tabla 8. Valores de los resultados de las propiedades mecánicas de las películas	66
Tabla 9. Análisis de varianza para fuerza de ruptura	67
Tabla 10. Análisis de varianza de fuerza de elongación	71
Tabla 11. Índice de solubilidad en agua de las películas para diseño central compuesto rotacional	74
Tabla 12. Análisis de varianza del índice de solubilidad de agua	74
Tabla 13. Permeabilidad de vapor de agua de las películas	77
Tabla 14. Análisis de varianza de permeabilidad al vapor de agua.....	78
Tabla 15. Cuantificación de fenoles totales y capacidad antioxidantes para diseño central compuesto rotacional.....	81
Tabla 16. Análisis de varianza de compuestos fenólicos	82
Tabla 17. Análisis de varianza de cuantificación de antioxidantes	84

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1. Proceso de extracción de celulosa de tallo de quinua.....	108
Anexo 2. Obtención de la nanocelulosa	110
Anexo 3. Obtención del almidón de tunta.....	111
Anexo 4. Obtención de películas.....	113
Anexo 5. Equipos	115
Anexo 6. Coeficiente de regresión lineal de fuerza de ruptura	116
Anexo 7. Gráfica de Pareto de fuerza de ruptura	116
Anexo 8. Coeficiente de regresión para la fuerza de elongación (%E).....	116
Anexo 9. Gráfica de Pareto para la fuerza elongación (%E).....	117
Anexo 10. Coeficiente de regresión de permeabilidad al vapor de agua.	117
Anexo 11. Gráfica de pareto de permeabilidad al vapor de agua.....	118
Anexo 12. Coeficiente de regresión de índice de solubilidad en agua.....	118
Anexo 13. Gráfica de Pareto de índice de solubilidad en agua.....	119
Anexo 14. Coeficiente de regresión de compuestos fenólicos (mg AG /100g ms).....	119
Anexo 15. Gráfica de pareto de compuestos fenólicos (mg AG /100g ms).....	120
Anexo 16. Anova de capacidad antioxidante ($\mu\text{mol ET /g}$).....	120
Anexo 17. Grafica de Pareto de capacidad de antioxidante ($\mu\text{mol ET /g}$).....	121

Resumen

El objetivo del presente trabajo de investigación fue desarrollar películas bionanocompositos activas a base de almidón de tunta (*Solanum tuberosum*) y extracto de tumbo serrano (*Passiflora mollissima*) con nanocelulosa de tallos de quinua (*Chenopodium quinoa* Willd). Para ello, se aisló la nanocelulosa de los tallos de quinua, se analizó sus propiedades morfológicas y estructurales. Luego, se aisló el almidón de tunta, a la cual se realizaron los análisis fisicoquímicos, tecnofuncionales, térmicas, morfológicas y estructurales (cristalinidad). Se obtuvo el extracto de tumbo y se cuantificó los compuestos fenólicos y su capacidad antioxidante. Y por último para la elaboración de las películas se aplicó el diseño central compuesto 2^2 con 2 puntos axiales y 2 puntos centrales, teniendo como variables independientes: nanocelulosa y extracto de tumbo. Se caracterizó las propiedades mecánicas de fuerza de ruptura (MPa) y elongación (%), Permeabilidad al vapor de agua, Índice de solubilidad, compuesto fenólicos y capacidad de antioxidante. El análisis de varianza del diseño central compuesto indicó que las variables independientes (nanocelulosa y extracto de tumbo) fueron significativas ($p < 0,05$) en las propiedades mecánicas, permeabilidad al vapor de agua, índice de solubilidad, compuestos fenólicos y capacidad antioxidante de las películas. El análisis del de calorimetría diferencial de barrido presentó T_i 62.4 °C, T_p 128.87 °C, T_f 175 °C y ΔH 412, la difracción de rayos-X mostró un índice de cristalinidad de 70.34%, por último, morfológicamente las imágenes de la microscopia electrónica de barrido mostraron que la nanocelulosa se encontró exfoliada en la matriz polimérica, denominándose por tanto película bionanocompuesto.

Palabras clave: Películas, nanocelulosa, extracto de tumbo, almidón de tunta.

Abstract

The objective of this research work was to develop active films of bionanocomposites based on tunta starch (*Solanum tuberosum*) and extract of mountain tumbo (*Passiflora mollissima*) with stems of quinoa nanocellulose (*Chenopodium quinoa* Willd). For this, nanocellulose was isolated from quinoa stems, its morphological and structural properties were analyzed. Then, tunta starch was isolated, to which physicochemical, technofunctional, thermal, morphological and structural analyzes (crystallinity) are assigned. Tumbo extract is obtained and the phenolic compounds and their antioxidant capacity are quantified. And finally for the elaboration of the films, the central design composed of 22 with 2 axial points and 2 central points was applied, having as independent variables: nanacellulose and tumbo extract. The mechanical properties of tear strength (MPa) and elongation (%), water vapor permeability, solubility index, phenolic compounds and antioxidant capacity were characterized. The analysis of variance of the composite central design composed of the fact that the independent variables (nanocellulose and tumbo extract) were complex ($p < 0.05$) in mechanical properties, water vapor permeability, solubility index, phenolic compounds and antioxidant capacity of the films. The DSC analysis (thermal properties) presented T_i 62.4 ° C, T_p 128.87 ° C, T_f 175 ° C and ΔH 412, the DRX showed a crystallinity index of 70.34%, finally the SEM images showed morphologically that the nanocellulose they found exfoliated showing a nanobiocomposite in the biopolymeric matrix.

Keywords: Biofilms, nanocellulose, tumbo extract, tunta starch.

CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN

El uso de envases en la industria alimentaria se ha incrementado debido a las exigencias en cuanto a mantener la calidad y seguridad de los productos alimenticios durante el almacenamiento y transporte (Granda, Medina, Culebras y Gomez, 2014). Para este fin, han sido altamente empleados los envases pasivos y activos sintéticos, se llaman envases pasivos porque están diseñados para tener una mínima interacción con los alimentos, lo que constituye barreras inertes (Souza, Larroza, Vargas y Druzian, 2012). Y los envases activos sintéticos son aquellos a los cuales se les ha incorporado antioxidantes sintéticos en su fabricación (Souza, Silva y Druzian, 2012). Estos envases utilizan como materia prima principal derivados del petróleo, por lo que una vez pasado a ser un residuo sólido, representan un grave problema medioambiental debido a su naturaleza no biodegradable (Granda et al., 2014). Por otro lado, se han encontrado que los envases con antioxidantes sintéticos tienen efectos nocivos contra la salud debido a que son altamente volátiles y a altas temperaturas se descomponen con facilidad (Valenzuela y Pérez, 2016).

Es por tal motivo que, en la última década, varios estudios se han direccionado al desarrollo de sistemas de envasado con el objetivo de interactuar con los alimentos, utilizando materiales orgánicos, biodegradables y aditivos naturales (antioxidantes), y que se denominen envases biodegradables activos (Souza et al, 2012).

Para este fin, el almidón se ha considerado como uno de los biopolímeros de gran importancia al ser un biopolímero natural, renovable, biodegradable, de bajo costo y con capacidad de formar películas (Jiang, Liu, Wang, Xiong y Sun, 2016). Sin embargo, aunque las películas a base de almidón tienen una gran ventaja de ser biodegradables, no han mostrado resultados satisfactorios en cuanto a las propiedades mecánicas y la permeabilidad de vapor del agua (Souza et al., 2012).

Para mejorar las propiedades mecánicas y la barrera al vapor de agua de las películas a base de almidón, investigadores Wang, Tian y Zhang (2010) y Machado et al. (2014) indican que la adición de una pequeña cantidad de nanopartículas de fuentes de fibras naturales puede mejorar las propiedades mecánicas y de barrera al vapor de agua de las películas. Además, una vez incorporado en la matriz de fuente renovable, da como resultado la formación de películas bionanocompuestos totalmente biodegradables. En el Perú uno de los residuos orgánicos con gran contenido de fibras de celulosa (50% de celulosa), y a la cual no se le da ningún uso posterior, es el tallo de quinua, se indica que cada hectárea de cultivo de quinua genera 5000kg de tallo (Calsina, 2015).

Entre los diversos tipos de envases activos, los que tienen efecto antioxidante son considerados entre los más importantes para la industria alimenticia, debido a que la oxidación es una de las principales reacciones de degradación que sufren los alimentos, y esta limita su conservación a largo plazo (Louli, Ragoussis y Magoulas, 2004). Uno de los principales antioxidantes, son el grupo de compuestos fenólicos presentes en la mayoría de los vegetales y frutas. Una de las frutas con gran contenido de estos compuestos es el tumbo serrano, la cual, en América Latina, se ha posicionado en el primer lugar en cuanto al contenido de compuestos fenólicos y su capacidad antioxidante (Granda et al., 2014; Ochoa et al., 2014). Y en su composición presenta compuestos fenólicos como flavonoides, rutina, ácido ferúlico, Quercetina, kaenferol y ácido cafeico (Muñoz, Ramos, Alvarado y Castañeda, 2007).

El objetivo del trabajo fue desarrollar y caracterizar las películas bionanocompositos activas antioxidantes a base de almidón de tunta (*Solanum tuberosum*) y extracto de tumbo serrano (*Passiflora mollisima*) como agente antioxidante con nanocelulosa de tallos de quinua (*Chenopodium quinoa willd*) como agente de refuerzo.

CAPÍTULO II: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1. Nanotecnología

2.1.1. Nanocelulosa de cristales

La celulosa es un material orgánico, renovable, biodegradable y uno de los biopolímeros más abundante en la naturaleza. Este material es el principal componente estructural de las paredes celulares de los vegetales incluyendo madera, algodón, lino, cáñamo, paja de cereales, pajuelas de arroz, etc., (Mancera, 2017). Químicamente la celulosa es un polímero natural lineal estereorregular compuesto por unidades de anhidroglucosa (AGU) unidas por enlaces 1,4 α -glucosídicos (Mandal y Chakrabarty, 2011).

En la fibra vegetal, las celulosas están unidas entre puentes de hidrógeno, organizada en fibrillas con regiones amorfas y cristalinas rodeadas por una matriz de lignina y hemicelulosa (Bolio, Valdez, Veleza y Andreeva, 2011).

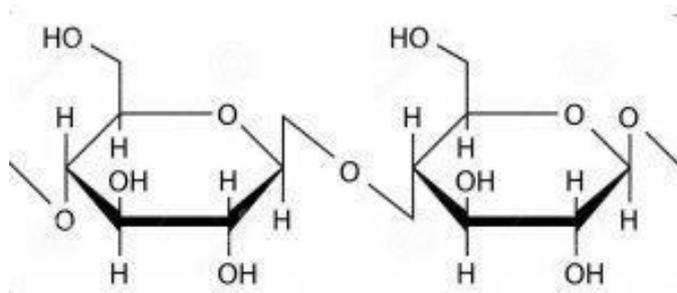


Figura 1. Estructura química de la celulosa (Mancera, 2017).

Para la obtención de la nanocelulosa de cristales, la sección amorfa (lignina y hemicelulosa) debido a su naturaleza susceptible es removido por hidrólisis ácida, dejando por tanto la sección cristalina intacta debido a su resistencia al ácido, obteniendo así, celulosa en tamaños nanométricos (nanocelulosa de cristales) (Sosiati, Wijayanti, Triyana y Kamiel, 2017). Según Mandal y Chakrabarty (2011) la obtención de la nanocelulosa ha ganado mucho interés en cuanto a su aplicabilidad en casi todas las industrias como:

textilera, papelera, empaques, medicina, cosmética y otros, esto debido a sus extraordinarias propiedades eléctricas, mecánicas, térmicas, biodegradabilidad, etc. En la industria de los empaques la nanocelulosa es utilizada por sus buenas propiedades mecánicas y su baja permeabilidad al vapor, ya que con tan solo adicionar un 5 % de nanocelulosa, los empaques pueden incrementar su resistencia a la deformación elástica desde 0.19 MPa hasta 0.54 MPa y en la dureza desde 0.59 hasta 3.03 MPa (Mendoza y Jimenez, 2018).

2.1.2. Nanoarcilla orgánicamente modificada

Las nanoarcillas modificadas orgánicamente tienen una amplia gama de utilización, ya que pueden ser empleados en la producción de embalajes, automotrices, pinturas, pigmentos, medicina, biomateriales, etc. Este material es combinado con materiales poliméricas con la finalidad de incrementar sus propiedades mecánicas, térmicas, y permeabilidad. Estas son obtenidas a partir de la modificación organofílica de los materiales arcillosos como la bentonita, cuya disponibilidad en la corteza terrestre es en su forma cálcica, siendo su principal componente de esta arcilla la mineral montmorillonita de naturaleza hidrofílica (Ayala, 2016).

Las arcillas hidrófilas y los polímeros hidrofóbicos no son compatibles en sus estados vírgenes, por lo tanto, es necesario realizar una modificación en sus estructuras sea del polímero o la arcilla, de tal manera que se pueda lograr una interacción entre ambos materiales. En tales casos, por lo general se opta por la modificación de la arcilla con la finalidad de lograr mayor compatibilidad con el polímero (Hetzer y De Kee, 2008).

Las nanoarcillas son modificadas mediante las sustituciones de los cationes neutralizadores inorgánicos hidratados por los orgánicos no hidratados, modificando así su estructura original hidrófilo a organofílico, este proceso hace que la arcilla genere poros

con grupos apolares activos que favorecen la absorción de los compuestos orgánicos (Lazo, Navarro, Sun y Llanos, 2008).

2.1.3. Nanotubos de carbono

Los nanotubos son partículas en escala nanométrica, cuya forma geométrica es cilíndrica, compuesta con una o varias capas de grafeno enrolladas, estructuralmente están formados por anillos de átomos de carbono. Los enlaces químicos unidos al átomo de carbono son de uniones sp^2 , sin embargo, a altas presiones algunos de las moléculas pueden modificar a sp^3 (Rivas, Ganzer y Cosme, 2007). Los nanotubos de carbono se clasifican de acuerdo a la estructura de su pared en: nanotubos de pared única o de una sola capa y en los de pared compuesta o de múltiples capas (Gomes y Binotto, 2007).

El estudio de los nanotubos ha tomado un gran interés debido a su amplia aplicación en las industrias como la medicina, empaques, en filtraciones de agua y aire, etc., debido a sus buenas propiedades térmicas, mecánicas y eléctricas, ya que incluso se menciona que un nanotubo es más fuerte que el acero y su conducción eléctrica mejor que la del cobre, además experimentos muestran que el módulo de Young de un nanotubo es de 1.2 TPa, resistencia a la tracción de 50-200 Gpa (Ma, Siddiqui, Maron y Kim, 2010).

2.2. Envases activos e inteligentes

2.2.1. Envases activos

Los envases activos son tecnologías destinadas a interactuar con el entorno del gas interno y/o directamente con el producto, por lo que estos envases tienen la capacidad de extender la vida útil o mejorar la seguridad de los alimentos, ya que eliminan o adicionan gases al espacio libre del paquete (atmosfera interna), debido a que están incorporados por sustancias adsorbentes o emisores de oxígeno, etileno, humedad, dióxido de carbono, sabores u olores, sistemas antimicrobianas o enzimáticas activas (Ordoñez, 2015), motivo

por el cual el empleo de estos envases en la industria alimenticia tiene un gran potencial.

Carvalho, Pereira, Geraldine, Moura y Araujo (2017) y Martínez y López (2011) sostienen que los envases activos pueden clasificarse en tres categorías principales: sistema de absorción, sistema de emisión, y los envases activos controladores de la actividad microbiana y la actividad antioxidante.

2.2.1.1. Películas antioxidantes

Las películas activas antioxidantes tienen la capacidad de mejorar la estabilidad, funcionalidad y seguridad de los alimentos, por lo tanto, contribuyen a la conservación de la calidad de dichos productos, generalmente a aquellos productos de naturaleza oleica o aquellos productos con presencia de enzimas activas o productos que en su elaboración utilizan una considerable cantidad de grasa (Granda et al., 2014).

El antioxidante es incorporado al envase en su elaboración y luego esta se libera al alimento envasado protegiendo de tal forma los procesos de oxidación y/o enranciamiento (Dobrucka y Cierpiszewski, 2014).

2.2.1.2. Películas antimicrobianas

Las películas antimicrobianas son aquellas que en su elaboración han sido adicionadas con aceites de naturaleza antimicrobiana, cada película es específicamente para un tipo de contaminante de origen microbiano. Puesto que, al estar en contacto con el alimento liberan los agentes antimicrobianos y de esta forma extienden la vida útil de los productos alimenticios. Estas películas también tienen la facultad de brindar información sobre la velocidad de difusión del antimicrobiano al producto (Avila y López, 2008).

2.2.1.3. Envases inteligentes

Los envases inteligentes son capaces de llevar a cabo funciones inteligentes como:

detectar, comunicar, rastrear, etc., para facilitar la toma de decisiones, proporcionar información, mejorar la calidad, extender la vida útil y advertir sobre problemas posibles, por lo tanto, el envase será el mejor acompañante del producto y detectará cualquier cambio significativo (Yam, Takhistov y Miltz, 2005).

A estos envases se les incorpora sensores para monitorear la información sobre el estado de los alimentos, así este envase tiene la capacidad de informar sobre las condiciones y cambios físicos que el producto envasado ha sufrido, condiciones a las cuales ha sido sometido durante su distribución y almacenamiento, indican también, si hay o no entrada de aire en el producto envasado al vacío, fugas de gases en envases con atmósfera protectora y su entorno. Por otro lado, los cambios medibles, irreversibles y reproducibles son dependientes del tiempo y el indicador del deterioro que sufre el alimento, puesto que el indicador debe de manifestar su vencimiento y debe de corresponder con el final de la vida útil del producto alimenticio (Rodríguez et al., 2014).

2.3. Almidón termoplástico

Los almidones termoplásticos, en esencia son almidones nativos que han sufrido una modificación en su estructura mediante la ruptura de los gránulos de almidón y la plastificación de las mismas. Acción que se produce a través de la transformación de los gránulos por la adición de plastificantes como el sorbitol, glicerol, glicol, azúcares, etc. (Ma y Yu, 2004).

Los almidones al ser secados en condiciones ambientales son quebradizos y frágiles debido a la presencia de sus enlaces de hidrogeno intermoleculares en la amilosa y amilopectina, efecto que es mejorado con la adición de los plastificantes que sustituye la acción entre los grupos hidroxilo por la formación de enlaces de hidrógeno de las moléculas del almidón y el plastificante añadido (Ma, Yu, He y Wang, 2007). La función del plastificante es atraer moléculas de agua alrededor de los gránulos del almidón,

provocando por lo tanto la reducción de su peso molecular del almidón y luego incrementar la flexibilidad del mismo (Ma y Yu, 2004).

2.3.1. Estructura química del almidón nativo

Estructuralmente, el almidón está compuesto por dos polisacáridos distinguibles químicamente, la amilosa y amilopectina. La amilosa es un polímero de cadena lineal larga compuesta por unión de cadenas de α -glucosa e insoluble en agua. Por otro lado, la amilopectina es un polímero ramificado que está compuesta por enlaces 1-4 y ramificado con uniones 1-6 cada 20 a 25 restos de glucosa, a diferencia de la amilosa esta es parcialmente soluble en agua caliente y en presencia de yodo produce un color rojo violeta (Hernandez, Torruco, Chel y Betancur, 2008).

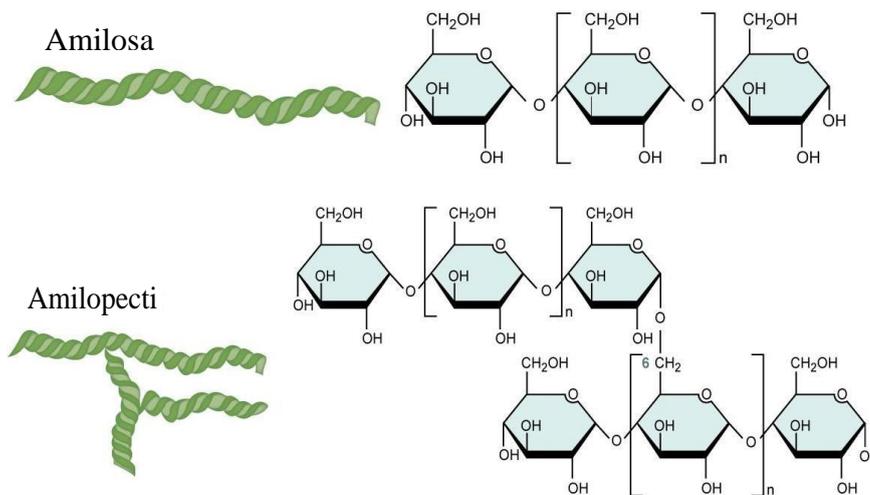


Figura 2. Estructura química del almidón: amilosa y amilopectina (Lipa y Maquera, 2013)

2.3.2. Aplicaciones tecnológicas

El campo de aplicación de los almidones está ampliamente distribuido en la industria alimenticia, papelera, textilera, adhesiva, etc. En la industria alimenticia es empleada en la formulación de alimentos ya que pueden comportarse como agentes espesantes, estabilizantes y emulsificante (Vargas, Martínez y Vlezmor, 2016). Y en la

industria de los empaques, el uso de los almidones ha tomado un gran interés debido a su biodegradabilidad, su bajo costo y su capacidad de formar plásticos, sin embargo, el tamaño de partícula que varía de 5 a 100 μm le hace difícil su uso en la fabricación de películas delgadas, razón por la cual se ha visto por conveniente el desarrollado de almidones termoplásticos (Park et al., 2002).

2.4. Almidón de tunta (*Solanum tuberosum*)

La tunta es un alimento de color blanco, obtenida a través de la deshidratación por congelación, sumergido en lagunas o ríos por al menos 1 mes y finalmente secado por la exposición al sol de las papas nativas amargas (Guidi, Esprella, Aguilera y Devaux, 2002). La tunta es un alimento rico en calorías, con alta concentración de almidón y minerales como calcio y hierro, y debido a su facilidad de asimilación, la tunta es recomendable para niños y dietas. Además, es muy apreciado en las serranías del Perú y en el altiplano de Bolivia (Lipa y Maquera, 2013).

El almidón está formado por dos polisacáridos: amilosa (cadena lineal) y amilopectina (cadena ramificado) estas se encuentran agrupados en forma de gránulos cristalinos, el contenido de amilosa y amilopectina en la papa, depende del lugar de origen, variedad, clima, etc., (Melian, 2010).



Figura 3. Producto final de la tunta (Lipa y Maquera, 2013)

2.5. Tallo de quinua (*Chenopodium quinoa willd.*)

El tallo de la quinua tiene una forma cilíndrica en el cuello de la planta y anguloso a partir de las ramificaciones, con un grosor y altura variable según los genotipos, cultivo de siembra, fertilizante, distancia de siembra y clima, llegando a medir de 1 a 6 cm de diámetro y hasta 1.5 m de altura. Por otro lado, el grosor es también variable en el mismo tallo siendo así mayor en la base y menor en el ápice (Chambi y Cancapa, 2012).

El tallo posee una epidermis cutinizada, corteza firme, que esta compacta con las membranas celulósicas, por lo que interiormente contiene una medula, que desaparece con la madurez, quedando por lo tanto un tallo seco esponjoso y vacío, este tallo es rico en pectina y celulosa, por lo que se puede utilizar en la fabricación de papel y cartón (Chambi y Cancapa, 2012).



Figura 4. Tallo de quinua (Chambi y Cancapa, 2012).

2.5.1. Composición química del tallo de quinua

El tallo de quinua está compuesto por más del 50% de fibra, de los cuales más del 60% corresponde a la celulosa y hasta el 37% a la lignocelulosa, además contiene una buena cantidad de minerales, grasa y proteína (Chambi y Cancapa, 2012).

Tabla 1. Componentes químicos del tallo de quinua

Componentes químicos	
Proteína %	1.10
Fosforo %	0.20
Potasio %	3.30
Celulosa %	49.5-50.9
Hemicelulosa %	37.60
Ceniza %	6.90

Fuente: (Chambi y Cancapa, 2012).

2.6. Tumbo serrano (*passiflora mollisima*)

El tumbo (*Passiflora mollisima*) oriunda de la zona andina del continente americano (Colombia, Ecuador, Perú, Venezuela y Bolivia), la cual pertenece a la familia *Pasiflorácea* del género *Passiflora* y especie *mollisima* (Rojano, Zapata y Cortes, 2012). Estudios han demostrado que el tumbo posee una alta capacidad antioxidante, y en los últimos diez años, América y el Caribe le posicionan al tumbo en el primer lugar en cuanto a la actividad antioxidante y contenido de compuestos fenólicos (Ochoa, Sepúlveda, Maldonado, Zapata y Rojano, 2014).



Figura 5. Tumbo serrano (*Passiflora mollisima*) (Porrás y López, 2009).

2.6.1. Compuestos fenólicos

Los compuestos fenólicos son metabolitos fundamentales para el crecimiento y reproducción de las plantas e intervienen como agentes protectores contra algunos patógenos, siendo secretados como mecanismo de defensa a condiciones de estrés, tales como infecciones, radiaciones UV y otros. Los compuestos fenólicos juegan un rol muy importante en las plantas ya que regulan el metabolismo y la síntesis de la lignina, razón por el que las plantas presentan varios componentes fenólicos como: flavonas, isoflavonas, estilbenos, curcuminoides, lignanos, etc. No obstante, estos componentes fenólicos pertenecen a una de los tres grandes grupos en los cuales se dividen los compuestos fenólicos (flavonoides, ácidos fenólicos y polifenoles). (Muñoz et al., 2007). Químicamente los compuestos fenólicos son sustancias que poseen un anillo aromático unidos a uno o más grupos hidroxilos, y han demostrado tener una importante actividad antioxidante (Repo y Encina, 2008).

Las aplicaciones tecnológicas de los compuestos fenólicos están relacionadas con la calidad sensorial de los alimentos ya sea frescos o procesados, calidad de los medicamentos, cosméticos, etc. La utilización de los compuestos fenólicos no solo se limita a las diferentes industrias, sino que también es aplicable para las soluciones medioambientales, es así que son aplicados en el estudio de la contaminación del ecosistema y la reducción o eliminación de su efecto contaminante y en tratamientos de aguas industriales (Porrás y López, 2009).

2.7. Procesos tecnológicos para películas

2.7.1. Tecnología por extrusión

La extrusión es un método usado para diferentes industrias, en la industria de los embalajes está orientada a la fabricación de productos plásticos (Lopes, Santos y

Choupina, 2015), como la producción de perfiles, tubos, películas plásticas, hojas plásticas, etc., (González y Sotelo, 2016). La extrusión se basa en la deformación del material a través de las temperaturas por encima de la temperatura de fusión, o en polímeros amorfos, por encima de la temperatura de transición vítrea. El proceso de extrusión de termoplásticos es un paso no tan fácil, ya que se debe tener en cuenta la relación de extrusión (relación entre la alimentación y la salida del dado a través de un área transversal), la presión, la velocidad del tornillo (rpm), la temperatura de las tres zonas del barril y del dado, y la geometría del dado, siendo parámetros influyentes en el proceso de la producción, estructura y propiedades de los polímeros (González y Sotelo, 2016).

2.7.2. Tecnología por vía casting

Araujo (2008) menciona que la técnica "casting" es un método que permite la obtención de biopelículas independientes, la cual facilita la caracterización e investigación de sus propiedades para optimizar los resultados. Este método es ampliamente difundido y utilizado, consiste en la deshidratación de una solución filmogénica, aplicada de manera conveniente sobre un soporte (placa), la palabra "conveniente" se refiere al volumen/masa aplicada de la solución filmogénica con el fin de obtener un espesor determinado y el tipo de material de soporte de área conocida, la cual se utiliza para facilitar la retirada de la película después de su secado.

Sin embargo, es importante tener el control del grosor en las películas y mantener su uniformidad, es por ello que en el desarrollo de películas por vía "casting", además de controlar la espesura, también se controlara la viscosidad de la solución filmogénica. En el caso de soluciones muy viscosas, esta técnica exige un control riguroso para evitar diferencias en el espesor de las películas provocadas por desniveles durante el secado (Souza, 2011).

2.8. Caracterización de las propiedades de las películas nanocompuesto

2.8.1. Propiedades mecánicas

En las películas de naturaleza flexible, las propiedades mecánicas son de suma importancia, ya que esta propiedad depende de la técnica de formación y del tipo de material utilizado para la formación de la película, además de la cohesión estructural del material, esta última está basada en las conexiones moleculares entre las cadenas de los polímeros obstaculizando así su paso. El ensayo de tensión-deformación es utilizada para determinar las propiedades mecánicas de los materiales, mismas que son dependientes de las características inherentes del material y de su espesura. Los parámetros principales y comunes que se evalúan son: Fuerza de Ruptura (FR), porcentaje de elongación (%E) y modulo Young o elasticidad (Y) (Mali, Grossmann, García, Martino y Zaritzky, 2005).

- Fuerza de Ruptura (FR): es la fuerza máxima que soporta la película en una velocidad de rotura aplicada, y se expresa en (MPa)
- Porcentaje de elongación (%E): es la capacidad de estiramiento de la película
- Módulo de Young (Y): o módulo de elasticidad, referida a la rigidez de la película y expresada en unidades de tensión (MPa).

2.8.2. Microscopia electrónica de barrido

El microscopio electrónico de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos, proporcionando información morfológica del material, a partir de él, se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características, las principales utilidades del SEM son la alta resolución ($\sim 100 \text{ \AA}$), la gran profundidad de campo que le da apariencia tridimensional a las imágenes y la sencilla preparación de las muestras. De tal forma el SEM explora la superficie de la imagen punto por punto donde su funcionamiento se basa en recorrer la

muestra con concentrado de electrones o dispersión de las mismas provocando así la aparición de electrones secundarios (Salas, 2014).

2.8.3. Difracción de rayos-X

El método de difracción de rayos X (DRX, por sus siglas en inglés) es utilizado para detectar la presencia de distintas fases cristalinas que están presentes en la muestra u otros rasgos micro estructurales. Esta técnica consiste en bombardear a la muestra con un haz de rayos X de longitud de onda λ , de forma que va variando en el Ángulo de incidencia de los rayos en dicha muestra θ , Un esquema del funcionamiento de un difractómetro de método de polvos provenientes de un tubo sellado convencional (Maximow, 2008).

En el caso del almidón esta técnica es realizada para distinguir los tipos de patrones de estructura cristalina de los almidones. Los patrones de tipo A, es característico de los almidones provenientes de cereales, el patrón tipo B son de los almidones provenientes de tubérculos y el tipo C que pertenece a los almidones de semillas y raíces. Además, muestra las regiones amorfas y cristalinas del almidón, la región cristalina constituida por la amilopectina, y la amorfa por la amilosa (Rodríguez, San Martín y Gonzales, 2001).

2.8.4. Calorimetría diferencial de barrido

La calorimetría diferencial de barrido (DSC, por sus siglas en inglés), es una técnica que permite determinar el calor absorbido o liberado por una sustancia, a temperatura constante y tiempo determinado (Suriñach, Baro, Bordas, Clavaguera y Clavaguera, 1992). Además, permite monitorear los cambios en la energía térmica asociadas a las transformaciones físicas y químicas del material analizado en función de la temperatura, por ejemplo, las transiciones de una estructura cristalina a amorfa en un sólido, reacciones químicas, etc., en ambos casos la energía es absorbido o liberado. En la industria alimentaria hay varios ejemplos en los cuales las sustancias experimentan

cambios físicos y/o químicos cuando se les extrae o suministra calor, como la gelatinización del almidón, desnaturalización de proteínas, etc., (Rodríguez et al., 2001).

En esta técnica, el DSC dispone de dos capsulas, una que contiene la muestra y la otra vacía que es utilizada como referencia, la muestra y la referencia se calientan de manera independiente, y dispone de un sistema de control que controla las variaciones de temperatura entre la muestra y la referencia, si se detecta variaciones en el flujo de calor los calefactores corregirán de manera automática de tal manera que la temperatura de ambas capsulas se mantendrán iguales. Por lo que se puede medir la diferencia del flujo de calor para mantener temperaturas iguales en ambas capsulas (Sandoval, Rodriguez y Fernández, 2005). Mediante el diagrama de flujo de calor y de temperatura se obtienen entre las más principales temperatura inicial (T_0), Temperatura pico (T_p) y Temperatura final (T_f).

2.8.5. Permeabilidad de vapor de agua

La finalidad de una película es proteger el producto de daños físicos, acción de gases, vapor de agua, luces, olores y el contacto del producto con el ambiente exterior, de las tantas, las más estudia es la permeabilidad al vapor de agua. La permeabilidad de vapor al agua (PVA) se define como la velocidad de transmisión de vapor de agua a través de una unidad de área de un material liso con un espesor definido, bajo condiciones de humedad y temperatura definidas (Joaqui y Castillo, 2013).

Según Oliveira (2009) en las películas hidrofílicas, esta acción está ligada a las propiedades intrínsecas del material, las condiciones de temperatura y humedad relativa a la cual se expone y el contenido del plastificante. Por otro lado, las características hidrofílicas de las películas le confieren a las mismas una baja permeabilidad al oxígeno cuando estas son enviadas a una humedad relativa baja. No obstante conocer sobre la

permeabilidad al vapor de agua de las películas es primordial ya que a partir de ella se definirá su posible aplicación, de tal manera que las películas con alta permeabilidad pueden ser aptos como envases para vegetales frescos, mientras que los de baja permeabilidad pueden ser adecuados para productos alimenticios deshidratados.

2.9. Diseño Central Compuesto Rotacional

El diseño factorial 2^k , en los estudios de diversas variables de decisión ofrece la posibilidad de analizar su comportamiento y la combinación entre los factores de dos niveles (Alta y bajo), este diseño es muy útil para la selección de factores en la fase inicial del trabajo experimental en el caso que existan muchas variables o factores en estudio, proporcionando así un número menor de puntos y facilitado el estudio de las mismas (Montgomery, 2004).

El número de puntos y combinaciones de acuerdo al diseño factorial 2^k es como se muestra en la ecuación (1).

$$n_f = 2^k \quad \text{Ecuación (1)}$$

Este diseño puede ser expandido mediante la incorporación de puntos centrales y puntos axiales, conformando el diseño central compuesto rotacional (DCCR). Un punto central evalúa los puntos $x_i = 0$ que corresponde a la combinación de nivel intermedio o medio de todos los factores. Las razones por las cuales se le adiciona puntos centrales en las corridas es porque primero estas no afectan las estimaciones usuales del diseño 2^k , la segunda razón está relacionada a la posible presencia de curvatura en al menos en uno de los factores estudiados, se refiere a los efectos cuadráticos A^2 , B^2 (Montgomery, 2004; Gutiérrez y De la vara, 2008).

Por otro lado, se busca que las ecuaciones matemáticas suministradas por el diseño posean una varianza razonablemente consistente y estable en cada valor de x , y en las

respuestas. Para ellos se agregan al diseño puntos axiales, estos puntos permiten valorar la respuesta con igual precisión en todos los valores evaluados que son equidistantes al punto central, este efecto es denominado rotabilidad y es particularmente útil cuando se examina la superficie de respuesta. Los puntos axiales que hacen que el diseño sea rotable y están situados a una distancia del centro, y se obtiene al evaluar los x_i en a , se la siguiente forma. (Oropeza, 2006)

$$a = \pm(n_f)^{1/k} \quad \text{Ecuación (2)}$$

Y el número de combinaciones (n_{ax}) es el doble de variaciones o factores que formen el diseño. Como sigue:

$$n_{ax} = 2k \quad \text{Ecuación (3)}$$

Finalmente, el número de puntos N_t del diseño central compuesto es:

$$N_t = n_f + N_{\text{puntos centrales}} + n_{ax} \quad \text{Ecuación (4)}$$

El diseño central compuesto rotacional, permite ajustar el modelo matemático a partir de los datos experimentales que presentan una aproximación a la relación funcional real entre la variable de respuesta evaluada y los factores en estudio (Oropeza, 2006). El modelo de ajuste puede ser una regresión de primer orden:

$$Y = \beta_0 + \beta_{1x_1} + \beta_{2x_2} + \dots + \beta_{kx_k} + \varepsilon \quad \text{Ecuación (5)}$$

O un modelo de segundo orden:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j}^k \beta_{ji} x_i x_j + \varepsilon \quad \text{Ecuación (6)}$$

CAPÍTULO III: MATERIALES Y MÉTODOS

3.1. Lugar de ejecución

El desarrollo del presente trabajo de investigación se realizó en las instalaciones del “Centro de Investigación en Ciencia de Alimentos” (CICAL), Laboratorio de Ciencias Químicas, laboratorio de procesos, pertenecientes a la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad Peruana Unión ubicado en el Km 19.5 de la carretera central, Ñaña- Lima, Laboratorio de ciencias, Laboratorio de Ingeniería de procesos de la facultad agroindustrial de la Universidad Nacional de Trujillo, Laboratorio de Investigación Multidisciplinaria de la Universidad Privada de Antenor Orrego, y el Laboratorio de Películas Delgadas de la Facultad de ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

3.2. Materia Prima

Para la ejecución del proyecto se utilizó los tallos de quinua real, adquirida del Instituto Nacional de Innovación Agraria (INIA) sede Lima.

La tunta fue adquirida de la región de Puno, provincia de Azángaro, Distrito de Santiago de Pupuja ubicado a 3850 msnm.

Los frutos de tumbo serrano fueron adquiridos en el mercado central de frutas, las cuales fueron provenientes del distrito de Huaycabamba – Huánuco ubicado a 3168 msnm.

3.3. Materiales y equipos

3.3.1. Equipos

- Centrífuga (Modelo H-2050R).
- Estufa digital (Marca: MMM ECOCELL / Modelo 25195).
- Secador de bandejas (Marca: MEMMERT / Modelo D91107).
- Campana Extractora (Innova, Perú)

- Difractómetro (DR-X) (Marca: BRUKER / Modelo: D8 Advance).
- Calorímetro diferencial de barrido
- Espectrofotómetro (Labquest2)
- Texturómetro (Modelo: TA XT Plus).

3.3.2. Reactivos

- Hidróxido de sodio (NaOH) 1N y 0.1 M
- Hipoclorito de sodio (NaClO₂)
- Ácido sulfúrico (H₂SO₄) (97.1%)
- Ácido Clorhídrico (HCl) 0.1N
- Metanol al 80%
- Carbonato de sodio 10%
- Folling cicalteu (1N)
- Acido gálico (0.01%)
- 2,2-Difenil-1-picrilhidrazilo (DPPH)
- Trolox
- Agua destilada.

3.4. Metodología Experimental

3.4.1. Obtención de la nanocelulosa de cristales

La extracción de la nanocelulosa se realizó siguiendo la metodología de Carchi (2014) con ligeras modificaciones. En la Figura 5 se muestra a detalle los pasos a seguir.

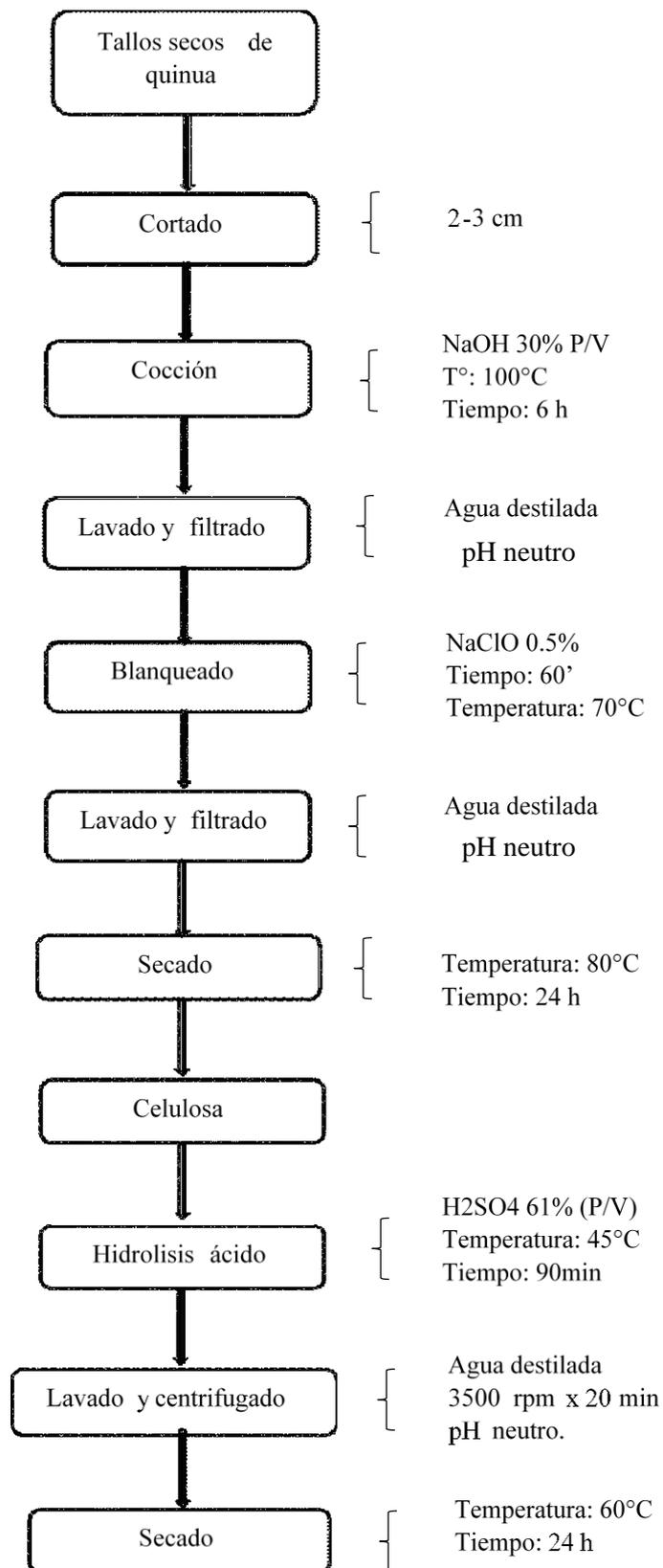


Figura 6. Flujograma de obtención de la nanocelulosa del tallo de la quinua

3.4.2. Caracterización de la nanocelulosa de tallos de quinua

3.4.2.1. *Microscopia electrónica de barrido*

La morfología de la nanocelulosa de las fibras del tallo de quinua fue determinada a partir de la metodología de Juntaro, Pommet, Mantalaris, Shaffer y Bismarck (2007) con ligeras modificaciones.

La nanocelulosa extraída con anterioridad, fue colocado y fijado en talones de aluminio, por su naturaleza aislante fue cubierta con una capa fina de oro SPI 11430-AB (TESCAN USA, EE UU) de aproximadamente 40-50nm. Preparada la muestra, fue analizada en un microscopio electrónico de barrido Tecsan VEGA 3 LM a un voltaje de aceleración de 20 kV.

3.4.2.2. *Difracción de rayos-X*

La cristalinidad de las nanocelulosas de las fibras del tallo de quinua, se determinó con la metodología de, de Morais et al (2010) con algunas modificaciones. Para ello una pequeña cantidad de muestra de nanocelulosa finamente molida y secada fue colocada en la porta muestras y se analizó en un difractómetro BRUKER D8 Advance. Los patrones de difracción se tomaron con radiación de Cu Ka ($1 \lambda = 0.154 \text{ nm}$) y el tubo de rayos-X se hizo funcionar a 40 Kv y 30 mA. Las regiones de escaneo del Angulo de difracción (2θ) fueron $4-30^\circ$ con una velocidad de escaneo de $2^\circ/\text{min}$. Las áreas cristalinas se cuantificaron haciendo uso del PeakFit v4 para el software Win32 (AISN Software, Inc.). Para el índice de cristalinidad se hizo uso la ecuación (7) planteada por Ruland (1961)

$$IC = \frac{\sum A_{\text{picos}}}{\sum A_{\text{total}}} * 100\% \quad \text{Ecuación (7)}$$

3.5. Obtención del almidón de tunta

La extracción del almidón de tunta se realizó siguiendo la metodología de Lipa y Maquera (2013). En la figura 6 se muestra a detalle los pasos a seguir.

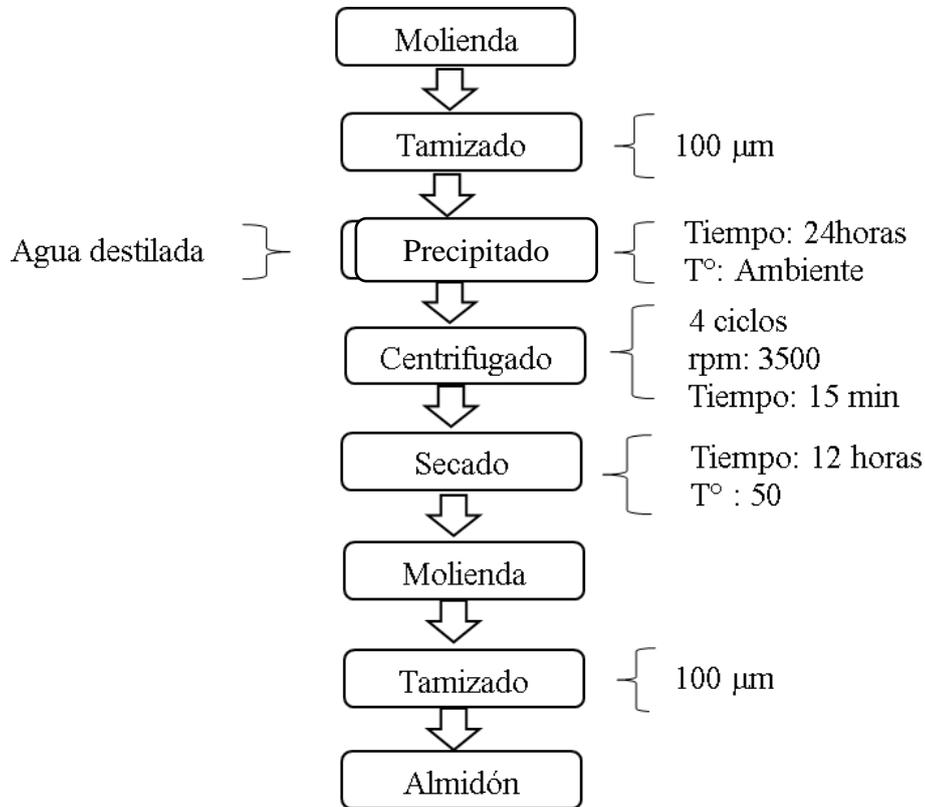


Figura 7. Diagrama de flujo para la obtención del almidón de tunta

3.5.1. Caracterización del almidón de tunta

3.5.1.1. *Análisis fisicoquímicos del almidón*

El análisis fisicoquímico del almidón, se determinó de acuerdo a la metodología expresada en la norma oficial de AOAC (2005). Comprendiendo los siguientes análisis: proteína cruda (1920.152), cenizas (923.03), humedad (método 925.10), grasa cruda (método 920.39) y fibra cruda (método 985.29). El contenido de carbohidratos se determinó por diferencia.

3.5.1.2. *Cuantificación de amilosa y amilopectina*

El contenido de amilosa se determinó por la metodología de Miranda, Marrugo y Montero (2013). Se pesó 80 mg de almidón en un tubo de ensayo a la cual se le añadió 10 mL de solución úrea-dimetilsulfóxido DMSO y se mantuvo en agitación constante durante 5 minutos, posteriormente se secó a 100°C por 1 hora en una estufa (Mermet). De la muestra fría se tomó 0.5 mL de solución y se registró su peso, se le añadió 25 mL de agua destilada y 1 mL de lugol. Finalmente se tomó la lectura de la absorbancia a 635 nm en un espectrofotómetro. Para obtener el valor de la amilosa se emplearon las ecuaciones (8) y (9), la amilopectina se calculó por diferencia al 100%.

$$VA = \frac{Abs * 100}{2 * g(solución) * g(Almidón)} \quad \text{Ecuación (8)}$$

$$\% \text{ amilosa} = 28.414 * VA \quad \text{Ecuación (9)}$$

3.5.1.3. *Solubilidad, poder hinchamiento e índice de absorción de agua*

Para la determinación de solubilidad, poder hinchamiento e índice de absorción de agua se utilizó la metodología de Anderson (1982) con ligeras modificaciones. Consiste en calentar una suspensión acuosa de almidón, hinchándose los gránulos por una absorción progresiva e irreversible de agua aumentado su tamaño, por lo que el índice se mide aprovechando la capacidad de adsorción del agua del gránulo de almidón a medida que se incrementa la temperatura de las suspensiones de almidón. En el cual se pesaron 1,25 g de almidón (bs) en tubos de centrifuga, a la cual se agregaron 30 ml de agua destilada precalentada a 60 °C y se agitó cuidadosamente. Posteriormente se colocaron en baño de agua a 60 °C durante 30 minutos; se agitó la suspensión a los 10 min de haberse iniciado el calentamiento, luego se centrifugó a 5000 rpm por 30 min. Se decantó el sobrenadante inmediatamente después de centrifugar y se midió el volumen, en seguida se tomó 10 ml

de sobrenadante y se colocaron en placas, previamente pesado, para luego secar en la estufa (Mermet) el sobrenadante durante 12 horas a una temperatura de 70 °C. Después del secado, se pesó el tubo de centrifuga con el gel y el vaso de precipitados con los insolubles, El análisis se realizó por triplicado.

Se realizaron los siguientes cálculos.

$$IAA = \frac{\text{peso del gel (g)}}{\text{peso de la muestra (g)}} \quad \text{Ecuación (10)}$$

$$ISA = \frac{\text{peso de solubles (g)}}{\text{peso de muestra (g)}_{bs}} \times 100 \quad \text{Ecuación (11)}$$

$$PH(g) = \frac{\text{peso de gel (g)}}{\text{peso de muestra (g)}_{bs} - \text{peso de solubles (g)}} \quad \text{Ecuación (12)}$$

3.5.1.4. Microscopia electrónica de barrido

La morfología de los gránulos del almidón de tunta fue determinada a partir de la metodología usada por Juntaro et al (2007)

Una pequeña cantidad de muestra fue colocado y fijado en talones de aluminio, por su naturaleza aislante fue cubierta con una capa fina de oro SPI 11430-AB (TESCAN USA, EE UU) de aproximadamente 40-50nm preparada la muestra fue analizada en un microscopio electrónico de barrido Tecsan VEGA 3 LM a un voltaje de aceleración de 20 kV.

3.5.1.5. Calorimetría diferencial de barrido

Las propiedades térmicas del almidón se realizaron utilizando un calorímetro diferencial de barrido (TA Instruments, Modelo DSC2500). 3.8 mg de muestra fue colocado en charolas estándar hermética (Tzero Low-Mass) y como referencia se utilizó una bandeja vacía. Todas las mediciones se corrieron a una velocidad de calentamiento de

10°C/min de 30°C a 250°C con un flujo de nitrógeno de 50ml/min.

3.5.1.6. Difracción de rayos-X

El patrón de difracción para el almidón se obtuvo utilizando un difractómetro BRUKER D8 Advance. Los patrones de difracción se tomaron con radiación de Cu Ka ($1 \lambda = 0.154 \text{ nm}$) y el tubo de rayos x se hizo funcionar a 40 Kv y 30 mA. Las regiones de escaneo del Angulo de difracción (2θ) fueron 4-30° con una velocidad de escaneo de 2°/min. Las áreas cristalinas se cuantificaron haciendo uso del PeakFit v4 para el software Win32 (AISN Software, Inc.). Finalmente, para calcular el índice de cristalinidad se empleó la ecuación (13) planteada por Ruland (1961)

$$IC = \frac{\sum A_{\text{picos}}}{\sum A_{\text{total}}} * 100\% \quad \text{Ecuación (13)}$$

3.6. Obtención y cuantificación de los compuestos fenólicos y capacidad antioxidante del tumbo serrano.

3.6.1. Obtención del extracto del tumbo serrano

Los frutos de tumbo serrano fueron lavados, desinfectados y pelados para la extracción de la pulpa, luego la pulpa se sometió a un extractor de jugos con la finalidad de separar el jugo de las pepas. Al jugo obtenido se realizó la cuantificación de compuestos fenólicos totales y su capacidad antioxidante.

3.6.1.1. Determinación del contenido fenólico

El contenido de compuestos fenólicos se determinó con el método de Folin-Ciocalteu descrita por Inocente (2015). Para ello, 3 ml de extracto de tumbo se mezcló con 6 ml de metanol al 80 % y se dejó en refrigeración por 15 minutos, luego se centrifugo en una centrífuga (Modelo H-2050R) a 3500 rpm por 15 minutos y se recolectó el

sobrenadante (extracto fenólico). Del extracto fenólico se tomó una alícuota de 500 µl y se mezcló con 750 µl de reactivo de Folin-Ciocalteu a 1 N, la mezcla se agitó durante 5 minutos en un agitador Vortex multiple (Standara Vortex, Modelo VWR), luego se le añadió 750 µl de carbonato de sodio al 10% y se incubó en oscuridad a temperatura ambiente durante 30 min. La absorbancia se midió a 760 nm en un espectrofotómetro (Labquest2). El contenido total de fenólicos fue expresado en mg equivalente de ácido gálico por ml de muestra, usando la ecuación (14). Para la curva de calibración se utilizó solución estándar de ácido gálico.

$$\text{TPC} \left(\frac{\text{mgEAG}}{100\text{g}} \right) = \frac{(\text{D}.0_{\text{muestra}} - \text{Valor}_{\text{intercepto}}) \times V_{\text{muestra}} \times \text{F.D}}{(\text{Valor}_{\text{pendiente}} \times W_{\text{muestra}})} \times 100 \quad \text{Ecuación (14)}$$

3.6.1.2. *Capacidad Antioxidante por DPPH*

La capacidad antioxidante fue determinada por el método DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazilo) detallada por Salas et al (2016) con algunas modificaciones. Se preparó una solución de DPPH en metanol al 80%, y se lecturo a una longitud de onda de 517 nm para ajustar la absorbancia de la solución a $1100 \pm 0,010$. Para medir la capacidad antioxidante, se mezclaron 150 µL de muestra con 2850 µL de solución DPPH ajustada anteriormente y se incubó en oscuridad por 30 minutos. La absorbancia fue medida a una longitud de onda de 517nm en un espectrofotómetro (Labquest2). La solución de la curva de calibración o estándar se preparó disolviendo trolox en metanol al 80%.

Los resultados fueron expresados como actividad antioxidante equivalente a Trolox (µM).

$$\text{inhibición}(\%) = \left(\frac{\text{D}.O_{\text{blanco}} - \text{D}.O_{\text{muestra}}}{\text{D}.O_{\text{blanco}}} \right) \times 100 \quad \text{Ecuación (15)}$$

$$\text{AA} \left(\text{mg} \frac{\text{ET}}{100\text{g}} \right) = \frac{\text{inhibición}\% - \text{valor}_{\text{intercepto}} \times V_{\text{solucion}}}{\text{valor}_{\text{pendiente}} \times W_{\text{muestra}}} \times 100 \quad \text{Ecuación (16)}$$

3.7. Desarrollo y obtención de película por tecnología vía casting

Las soluciones de las películas bionanocompositos se realizó por el método vía casting descrita por Zamudio et al (2015). Para ello, las muestras fueron pesadas en proporciones de acuerdo al diseño central compuesto para cada tratamiento (Ver Tabla 2). Posteriormente se siguió los siguientes pasos: El almidón nativo se mezcló con agua destilada, se mantuvo en agitación continua a 300 rpm en un agitador (Standard Vorter Mixer) durante 15 min con la finalidad de hidratarlo. Seguidamente se sometió a tratamiento térmico en baño maría (Mermet) a 75°C durante 5 minutos para gelatinizar el almidón. La suspensión formada se enfrió a 50°C para adicionar el extracto tumbo y glicerol y se llevó a tratamiento térmico por 5 minutos más, luego se le adiciono la nanocelulosa y con la finalidad de que esta de homogenice completamente se mantuvo en agitación constante a 300 rpm durante 20 minutos a temperatura ambiente. Finalmente, la mezcla filogénica fue depositada en bandejas de teflón (18 x 18 cm) y secados a 60 °C durante 24 horas.

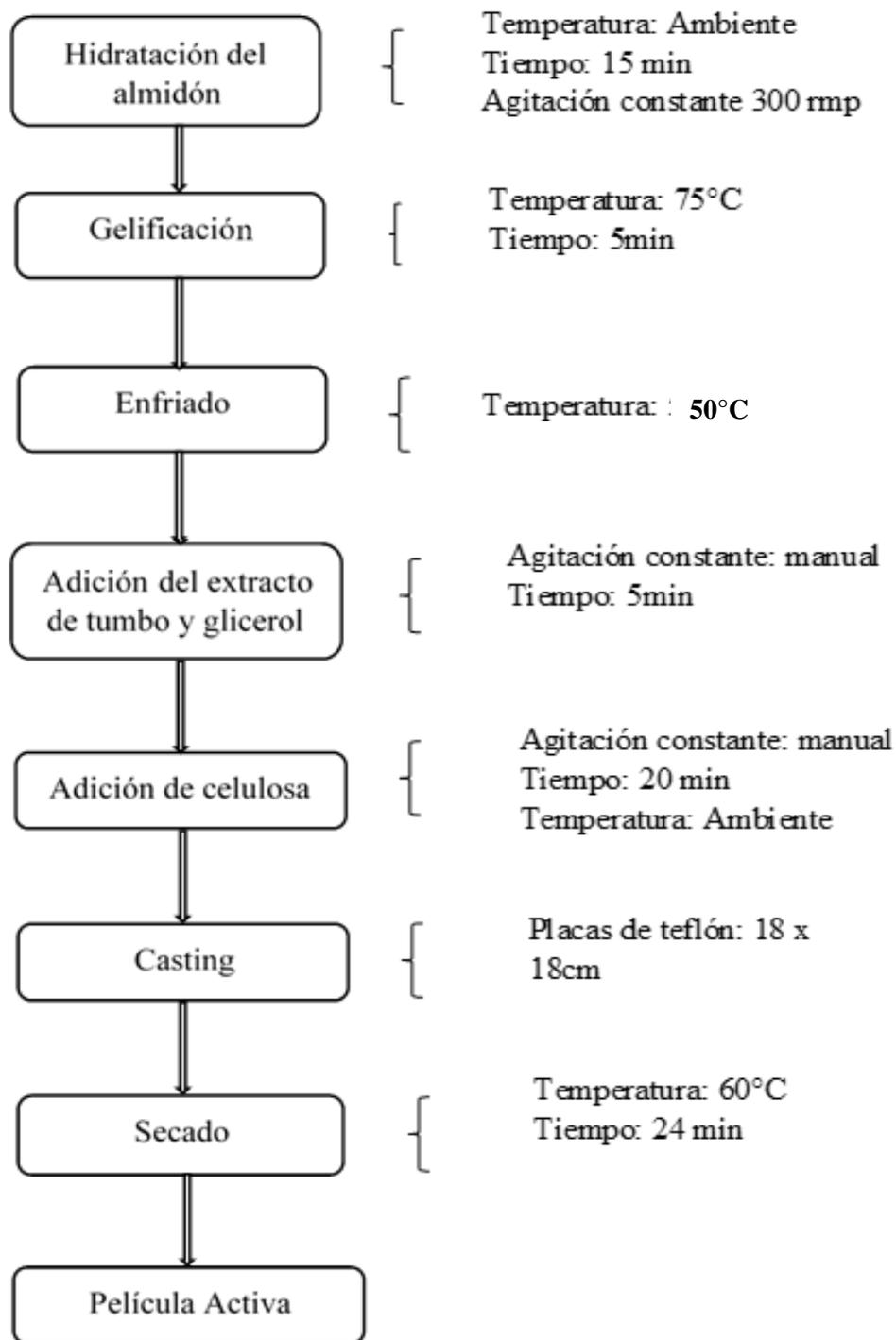


Figura 8. Diagrama de flujo de la obtención de la película activa

3.7.1. Caracterización de película

3.7.1.1. *Propiedades mecánicas*

Las propiedades mecánicas de los bionanocompositos fueron medidas en un texturómetro (Stable Micro Systems, TA. XT plus, Haslemere, England) para cada tratamiento. Las muestras fueron cortadas en dimensiones de 20 mm x 100 mm, y se almacenaron a temperatura ambiente hasta su análisis, la separación inicial del agarre fue ajustado a 50mm/min⁻¹ y la velocidad de la cruceta a 75mm/min. A partir de los datos obtenidos en el ensayo se calcularon el porcentaje de elongación (%E) y la fuerza de ruptura (Mpa) con la ayuda del software EXPONENT (ASTM, 1992).

3.7.1.2. *Índice de solubilidad de las películas*

El análisis de la solubilidad se realizó por la metodología de Escobar, Sala, Silvera y Harsipe (2009). Donde las muestras (películas) fueron pesadas para luego ser secadas a temperatura de 105°C durante 24 horas. Posteriormente se colocaron las películas en un vaso de precipitado con un contenido de 50 ml de agua destilada, dejando en reposo por 24 horas a una temperatura ambiente, luego las muestras de las películas se retiraron de los vasos y se secaron en una estufa a 105°C durante 24 horas para determinar la materia seca no soluble en agua. Para luego calcular el porcentaje de la materia soluble (solubilidad), el cual se calculó de la siguiente ecuación.

$$\text{Índice de solubilidad (\%)} = \frac{\text{peso inicial} - \text{peso final seco}}{\text{peso inicial seco}} * 100 \quad \text{Ecuación (17)}$$

3.7.1.3. *Permeabilidad al vapor de agua de las películas*

La permeabilidad al vapor de agua (PVA), se realizó de acuerdo al método desecante descrita en la norma ASTM Standard E96/E96M-05 (2005) dicha prueba

consistió en utilizar las películas con un grosor ya conocido como cierre de un tubo de ensayo que contiene como desecante (Cloruro de calcio (CaCl_2), las cuales posteriormente fueron colocados en una atmósfera controlada, que se compone de un desecador de vidrio con un medidor de humedad relativa y temperatura (termo higrómetro), la humedad relativa se logró agregando silicagel en el fondo del desecador. Las muestras fueron pesadas periódicamente cada 24 horas durante 12 días, el aumento de peso se representa gráficamente en función del tiempo utilizando regresión lineal, para luego calcular la pendiente, misma que al ser dividido entre el área de la película nos dio como resultado el PVA (permeabilidad al vapor de agua), este último al ser dividido entre la presión de vapor de agua a una temperatura dada y la diferencia de las humedades relativas resulta el valor de la permeanza, misma que al ser multiplicada por el espesor de las muestras proporciona el valor de la permeabilidad al vapor de agua (PVA) (Arévalo, Azucena y Laínez, 2018).

$$\text{WVT} = \frac{dm}{dt} \times \frac{1}{A} \quad \text{Ecuación (18)}$$

Donde:

WVT= índice de transferencia al vapor de agua o coeficiente de transmisión de vapor de agua.

dm / dt = diferencia de masa a través del tiempo.

A= área de la película expuesta.

$$\text{Permeanza} = \frac{\text{WVT}}{P_{A1} - P_{A2}} = \frac{\text{WVT}}{S(R_1 - R_2)} \quad \text{Ecuación (19)}$$

Donde:

P_{A1} = Presión sobre la película, kPa

P_{A2} = Presión sobre a la cual está sujeta a la temperatura experimental, kPa.

S = Presión de vapor de saturación a la temperatura experimental, kPa.

R₁ = Humedad relativa de la cámara, en fracción.

R₂ = Humedad relativa interna del tubo de prueba, en fracción.

$$\text{VPA} = \text{permeanza} * \text{grosor} \quad \text{Ecuación (20)}$$

Donde:

PVA = permeabilidad al vapor de agua; g mm / h m²kpa

3.7.1.4. *Cuantificación de compuestos fenólicos de las películas*

El contenido de los compuestos fenólicos de las películas se calculó de acuerdo a la metodología de Repo & Encina (2008). Para ello se tomó 0.5 gramos de muestra (películas) y se mezcló con 10 ml de metanol al 80%, se protegieron de la luz y se incubaron en refrigeración por 24 horas. La solución obtenida, debido a alto contenido en fenoles se diluyó en una relación de 1:25, de esta última se tomó una alícuota de 500 µL de muestra y se mezcló con 750 µL Folin-Ciocalteu a 1 N, la mezcla se agitó durante 5 min en un agitador vortex múltiple (Estándar Vortex, Modelo VWR), luego se le añadió 750 µl de carbonato de sodio al 10% y se incubó en oscuridad a temperatura ambiente durante 30 min. La absorbancia se midió a 760 nm en un espectrofotómetro (Labquest2). El contenido total de fenólicos fue expresado en mg equivalente de ácido gálico por ml de muestra, usando la ecuación (21).

$$\text{TPC} = \left(\frac{\text{mgEAG}}{100\text{g}} \right) = \frac{(\text{D.0}_{\text{muestra}} - \text{Valor}_{\text{intercepto}}) \times \text{V}_{\text{muestra}} \times \text{F.D.}}{(\text{Valor}_{\text{pendiente}} - \text{W}_{\text{muestra}})} \times 100 \quad \text{Ecuación (21)}$$

3.7.1.5. *Actividad antioxidante de las películas*

La capacidad antioxidante se determinó por el método DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazilo) detallada por Repo y Encina (2008) con algunas modificaciones. A 0.5 gramos de muestra (películas) se le añadió 10 ml de metanol al 80%, se protegieron de la luz y se incubaron en refrigeración por 24 horas. De la solución se tomó 150 µL de muestra y se mezcló con 2850 µL de solución DPPH, se dejó en reposo durante 30 minutos bajo oscuridad. La absorbancia fue medida a una longitud de onda de 517 nm en un espectrofotómetro (Labquest2).

Los resultados fueron expresados como actividad antioxidante equivalente a Trolox (en mM o µM). Siguiendo la ecuación (22) y (23).

$$\text{inhibición(\%)} = \left(\frac{D.O_{\text{blanco}} - D.O_{\text{muestra}}}{D.O_{\text{blanco}}} \right) \times 100 \quad \text{Ecuación (22)}$$

$$\text{AA} \left(\text{mg} \frac{\text{ET}}{100\text{g}} \right) = \frac{\text{inhibición\%} - \text{valor}_{\text{intercepto}} \times V_{\text{solucion}}}{\text{valor}_{\text{pendiente}} \times W_{\text{muestra}}} \times 100 \quad \text{Ecuación (23)}$$

3.7.1.6. *Calorimetría diferencial de barrido de las películas*

Las propiedades térmicas de la nanocelulosa se realizaron utilizando un calorímetro diferencial de barrido (DSC) (TA Instruments, Modelo DSC2500). Para ello se pesaron 8.3 mg de muestra (películas) y se colocaron en charolas estándar hermética (Tzero Low-Mass), Luego las mediciones fueron corridas a una velocidad de calentamiento de 10°C/min de 30 a 250°C, con un flujo de nitrógeno de 50ml/min, como referencia se utilizó una bandeja vacía. Mediante este análisis se calcularon la T_o (Temperatura mínima de gelatinización), T_p (Temperatura pico de gelatinización) y la ΔH (Variación de entalpía en el proceso de gelatinización) (Machado et al., 2014).

3.7.1.7. Difracción de rayos-X)

El patrón de difracción para la película bionanocompuesto se obtuvo utilizando un difractómetro BRUKER D8 Advance. Los patrones de difracción se tomaron con radiación de Cu Ka ($1 \lambda = 0.154 \text{ nm}$) y el tubo de rayos x se hizo funcionar a 40 Kv y 30 mA. Las regiones de escaneo del Angulo de difracción (2θ) fueron $4^\circ\text{C}-30^\circ$ con una velocidad de escaneo de $2^\circ/\text{min}$. Las áreas cristalinas se cuantificaron haciendo uso del PeakFit v4 para el software Win32 (AISN Software, Inc.). Para calcular el índice de cristalinidad se hizo uso la ecuación (24) planteada por Ruland (1961)

$$IC = \frac{\sum A_{\text{picos}}}{\sum A_{\text{total}}} * 100\% \quad \text{Ecuación (24)}$$

3.7.1.8. Microscopia electrónica de barrido de películas

La morfología de las películas fue determinada a partir de la metodología usada por Juntaro et al (2007). Una pequeña muestra de película fue colocado y fijado en talones de aluminio y cubierta con una capa fina de oro SPI 11430-AB (TESCAN USA, EE UU) de aproximadamente 40-50nm, las imágenes fueron captados a partir de un microscopio electrónico de barrido Tecsan VEGA 3 LM que operaba a un voltaje de aceleración de 20 kV.

3.8. Diseño de experimentos y diseño estadístico

3.8.1. Diseño de experimentos

Para el desarrollo de las películas activas se procedió ejecutar el diseño central compuesto rotacional (DCCR) 2^2 , Este diseño consta de 4 puntos factoriales, 2 puntos axiales y 4 puntos centrales dando un total de 10 tratamientos (Mongomery, 2012). el valor de $\alpha \pm 1,414$ (axiales) se logra con la invariabilidad ante el giro (Mullen y Ennis, 1979; Pastor, Costell y Izquierdo, 1996). Los rangos y niveles de las variables independientes utilizados en la forma codificada y no codificada se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Factores y niveles para la formulación de película activa

Factores	Variables/niveles	-1	1
X2	Concentración de Nanocelulosa (%)*	3	7
X3	Concentración de extracto de tumbo (%)*	7	30

*Nanocelulosa (%) en función del almidón.

*Extracto de tumbo (%) en función del agua

Los experimentos fueron ejecutados en orden aleatorio y el tratamiento de datos por varianza y normalidad para comparar el efecto de los tratamientos en la obtención de la película con relación a las variables dependientes. La variable dependiente (Y) fue generada en modelos de función lineal, cuadrática e interacción y los datos experimentales fueron ajustados al modelo polinomial de segundo orden como se muestra en la siguiente ecuación (Rodrigues y Iemma, 2014).

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad \text{Ecuación (25)}$$

Donde:

Y es la variable dependiente predicha

β_0 : Coeficiente intercepto

β_i , β_{ii} y β_{ij} : Coeficientes del modelo lineal, cuadrático e interacción, respectivamente

X_i y X_j : Valores codificados de las variables independiente

Tabla 3. Tratamientos generados a partir del diseño central compuesto rotacional

Tratamientos	Variables independientes				Variables dependientes					
	Codificados		No codificados		FR	%E	PVA	ISA	CF	CA
	X1	X2	ET (%)	NC (%)						
1	-1	-1	10	3%	-	-	-	-	-	-
2	-1	1	10	7%	-	-	-	-	-	-
3	1	-1	30	3%	-	-	-	-	-	-
4	1	1	30	7%	-	-	-	-	-	-
5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	1.414	0	6	5%	-	-	-	-	-	-
	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-
6	1.414	0	34	5%	-	-	-	-	-	-
	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-
7	0	1.414	20	2.5%	-	-	-	-	-	-
	-	2	-	-	-	-	-	-	-	-
8	0	1.414	20	8%	-	-	-	-	-	-
	-	2	-	-	-	-	-	-	-	-
9	0	0	20	5%	-	-	-	-	-	-
10	0	0	20	5%	-	-	-	-	-	-

3.8.2. Análisis estadístico

El análisis estadístico se realizó utilizando el programa Statistica 13.1 con un intervalo de confianza del 95% y ($p \leq 0.05$). A través de este programa fue posible analizar los efectos de las variables independientes (Extracto de tumbo (%) y Nanocelulosa de cristales (%)) sobre las variables de respuesta: Tensión de ruptura, Fuerza de elongación, permeabilidad al vapor de agua, índice de solubilidad en agua, compuestos fenólicos y su capacidad antioxidante. Para el análisis de los datos obtenidos, fueron utilizados los métodos de superficie de respuesta, análisis multivariado (ANOVA), y el concepto del p-valor y el coeficiente de regresión (R^2). Según Barros, Scarminio, y Bruns (2001) el coeficiente de determinación (R^2) mide la proporción de variación total de la respuesta que es explicada por el modelo, de modo que cuanto mayor sea el R^2 , menor será el error y mejor será el ajuste del modelo a las respuestas observadas.

CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Caracterización de la nanocelulosa de cristales

4.1.1. Microscopia electrónica de barrido

Las imágenes del SEM muestran que las nanocelulosas obtenidas a partir de los tallos de quinua tienen forma de varillas, la cual es característico de las nanocelulosas de fuentes de fibras de vegetales (Figura 9).

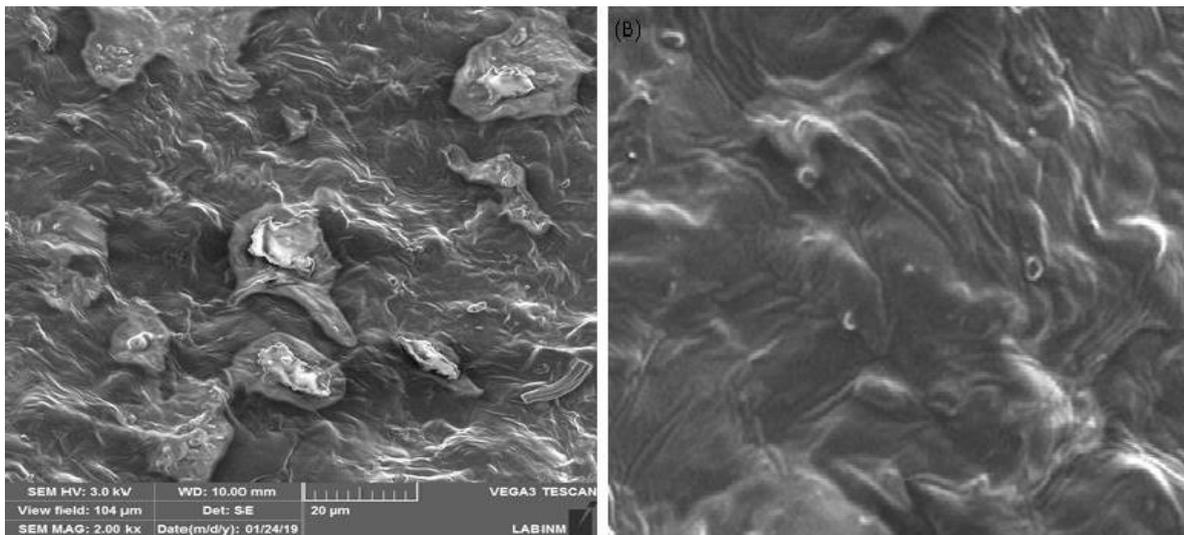


Figura 9. Microscopia electrónica de barrido a) 20 µm b) 1000nm

El tamaño de las nanopartículas de celulosa fue de 90.5nm de diámetro (Figura 10). Según Maquera, Rosas, Debut y Guerrero (2015) define como nanopartícula, a toda partícula que tenga un tamaño mayor a 1 nm e inferior a 100 nm, por lo tanto, las partículas de fibra de celulosa obtenidas en este trabajo son de escala manométrica.

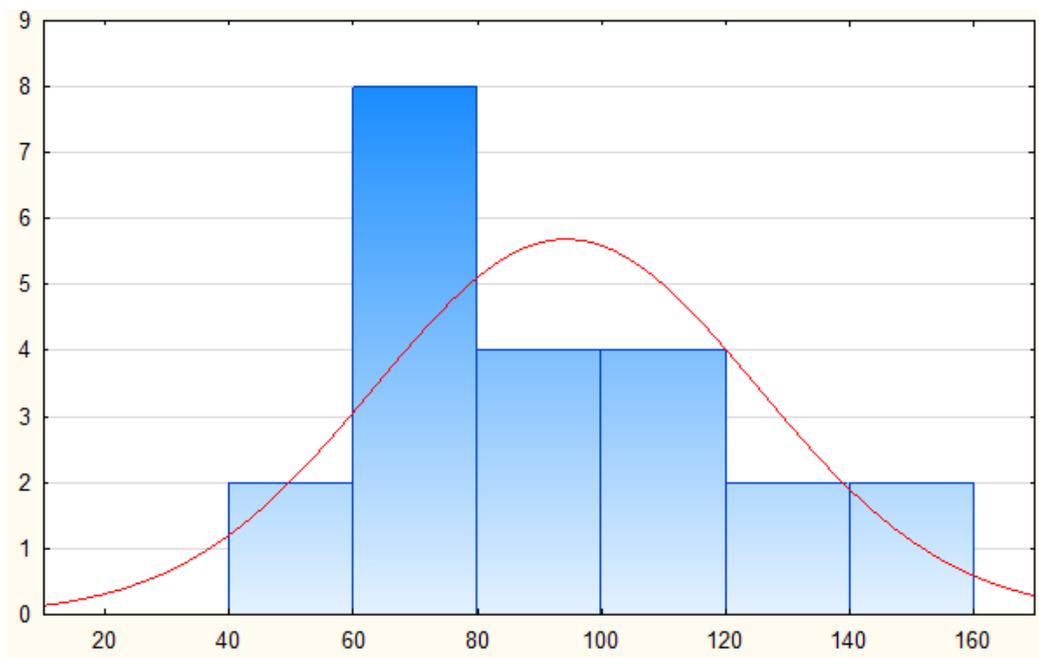


Figura 10. Distribución normal del tamaño de la nanocelulosa de tallos de quinua

Similares resultados fueron reportados por otros investigadores y para otras fuentes de fibra. Livia, Potulski, Muniz, Sulato y Lopes (2018) indicaron que las imágenes de SEM mostraron que las fibras de cartón reciclado tenían formas de varillas con diámetros inferiores a 100 nm y longitudes en rango de micrómetro. Chen et al (2014) reportaron diámetros de 20 a 140 nm y longitud de 2 μm para nanocelulosa obtenida a partir de celulosa microcristalina de grado industrial. Sosiati, Wijayanti, Triyana y Kamiel (2017) indicó también que las nanocelulosas obtenidas a partir de fibras de sisal tuvieron un diámetro de 20 a 30 nm, menciona además que las nanocelulosas están formadas por 30 a 100 moléculas de celulosa en formación de una cadena extendida la cual le proporciona resistencia mecánica a la fibra. Joshi, Mandot, y Patel (2018) reportaron diámetros de 50 nm con formas de varillas para fibras de banano. Diámetros de 21nm a 30nm fueron reportados para fibras de pajas de trigo y kenaf (Nuruddin, Hosur, Uddin , Baah, y Jeelani, 2015). Las varillas de nanocelulosa de trioda punges tuvieron de 4.1nm a 6.8 nm de diámetro (Amaralian, Annamalai, Memmott y Martin, 2015).

4.1.2. Difracción de rayos-X

En la Figura 11 se puede apreciar que el difractograma presenta un pico singlete entre los $12^\circ = 2\theta$ y un doblete en los 19° y $22^\circ = 2\theta$ y un índice de cristalinidad de 89.5%.

Una verificación del tamaño manométrico de las nanopartículas de fibras de celulosa es la alta concentración de la cristalinidad y una alta concentración de cristalinidad indica que hubo una excelente remoción de la fase amorfa (Herrera, Sinche y Bonilla, 2019). Por otro lado, Nasution, Yurnaliza, Veronicha, Irmadani y Sitompul (2017) indican que las apariciones de un pico doble en el difractograma también indican que hubo una buena remoción de la fase amorfa durante la hidrólisis ácida y por consecuencia una alta cristalinidad.

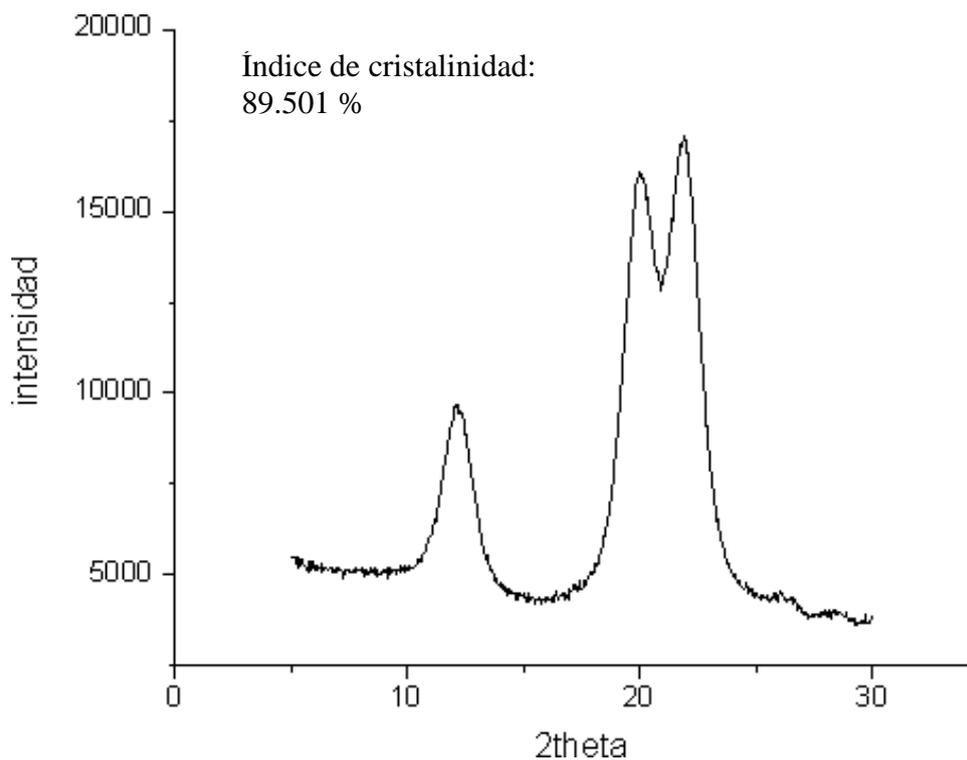


Figura 11. Difracción de rayos-X de nanocelulosa de tallos de quinua

El índice de cristalinidad de las celulosas difiere dependiendo de la fuente, proceso de hidrólisis ácida y la concentración de la misma, además de las condiciones a las cuales fueron sometidos previo al hidrólisis ácida (Nasution et al., 2017). Siendo así, la

nanocelulosa obtenidas a partir de tallos de quinua fue relativamente superior a la cristalinidad de nanocelulosa de otras fuentes, la cristalinidad de la nanocelulosa de fibras de manojos vacías de frutas de palma fue de 73% (Nasution et al., 2017). 87.96% fue el índice de cristalinidad de nanocelulosa obtenida a partir de celulosa microcristalina de grado industrial comercializada en china (Chen et al., 2014). 84.2% fue la cristalinidad para nanocelulosa proveniente de fibras de sisal (maguey) (Trifol et al., 2017). 72,15% para cascarilla de soya, 75.90% para cartón y 42.57% para cascarillas de cacahuete (Sanchez, 2015). No obstante, fue inferior a la cristalinidad de nanocelulosa de fibras de sisal (94.03%) (Sosiati et al., 2017) y 93% también para nanocelulosa de fibras de sisal (Siquiera, Bras y Dufresne, 2010).

Según Livia et al (2018) el grado de cristalinidad es muy importante ya que de ella dependerá el comportamiento y las propiedades de un material, la región cristalina corresponde a la región de la celulosa de la fibra con una mejor propiedad mecánica generalmente una buena resistencia a la tracción y al estiramiento. Por lo tanto, valores altos de cristalinidad están relacionados con una mejor resistencia de los nanocompuestos.

4.2. Caracterización del almidón de tunta

4.2.1. Análisis fisicoquímico del almidón de tunta

En la Tabla 4 se reporta los resultados del análisis fisicoquímico del almidón de tunta, en cuanto a la humedad se obtuvo 10.57%, rango que se encuentra dentro de los parámetros permitidos para la humedad de los almidones; un elevado contenido de humedad (superior al 15%) podría ocasionar daños microbianos y dañar la calidad del polímero.

El contenido de humedad del almidón de tunta fue similar a lo obtenido por otros investigadores, Lipa y Maquera (2013) obtuvieron almidón de tunta con 10 % de humedad. Peña (2017) y Alvis, Vélez, Villada y Rada (2008) obtuvieron 9.03% y 8,5% de humedad

respectivamente. Indicando además que la composición fisicoquímica del almidón es dependiente de la variedad de papa, clima, control del tiempo de secado y la metodología del procedimiento de extracción del almidón.

Tabla 4. Análisis fisicoquímico del almidón de tunta

Componentes	Valores (%)
Humedad	10.57 ± 0.48
Proteína	0.81 ± 0.04
Grasa	0.23 ± 0.05
Ceniza	0.33 ± 0.03
Carbohidrato	89.17 ± 0.03

En cuanto al porcentaje de proteína se obtuvo un 0.81%, la cual es similar y/o ligeramente superior a los valores reportados por Peña (2017); Alvis et al (2008) y Vargas, Martinez y Vlezmorro (2016) para almidones nativos de papa que variaron entre 0.78 %, 0.62 % y 0.47 % de proteína respectivamente.

Con respecto a la materia grasa, en este estudio se encontró que el almidón de tunta contenía 0.23%, el resultado reportado en este trabajo en cuanto a la grasa es inferior a los encontrados por Alvis et al (2008) quienes obtuvieron un 0.35% de grasa para almidón de papa nativo.

El contenido de ceniza fue de 0.33 %; valor que se encuentra dentro de los valores reportados por Vargas et al (2016) quienes reportaron un 0.43% de ceniza. Alvis et al (2008) también obtuvieron 0.44% de ceniza en almidón de papa.

Por último, se determinó los carbohidratos donde se obtuvo 89.17 % en el almidón de tunta, dicho contenido fue cercano a lo obtenido por Lipa y Maquera (2013) quien reportó un 89.94 % de carbohidratos para almidón de tunta.

4.2.2. Contenido de amilosa y amilopectina

El contenido de amilosa y amilopectina para el almidón de tunta fue de 14.30% y 84.36% respectivamente (Tabla 5), resultados que difieren de los reportados por otros investigadores. Plaza (2017) reportó $19.08\% \pm 0.89$ de amilosa para la papa variedad “Yamenina Blanca” y $22.91\% \pm 0.91$ para la variedad “Yameina Colorada”. Alcon (2016) sustenta que para las variedades de papa amarga de la especie *Solanum Juzepczukii* obtuvo de 18.45 hasta 23.11% de amilosa y entre 64.24 a 70.66% de amilopectina, y para las variedades de papa amarga de la especie *Solanum curtilobum* el contenido de amilosa osciló entre 19.78 a 22.11% y de 62.66 a 69.13% de amilopectina. Mencionó, además que las papas consideradas amargas presentan mayor contenido de amilopectina.

Tabla 5. Contenido de amilosa y amilopectina de almidón de tunta

Componente	Valores (%)
Amilosa	14.30±0.19
Amilopectina	84.46±0.19

Por otro lado, Lipa y Maquera (2013) indican que obtuvieron 22.19 % de amilosa y 77.67 % de amilopectina para el almidón de tunta y 21.16 % amilosa y 79.07 % de amilopectina en el almidón de chuño.

Los resultados encontrados en este trabajo difieren considerablemente de los reportados por los investigadores ya mencionados, por lo tanto, la explicación a esta diferencia sería por la influencia de los procesos tecnológicos de hidratación, fermentación y secado a los cuales se sometió la papa antes de obtener la tunta, además, la variedad, clima, etc.

4.2.3. Índice de solubilidad, absorción de agua y poder de hinchamiento

Los resultados del índice de solubilidad en agua, índice de absorción de agua y el poder de hinchamiento del almidón de tunta se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6. Índice de solubilidad en agua, Índice de absorción de agua y poder de hinchamiento del almidón de tunta

Análisis	Valores
Índice de solubilidad en agua (ISA) %	1.46±0.18
Índice de absorción de agua (IAA)	6.57±0.38
Poder de hinchamiento (PH)	6.49±0.17

El resultado obtenido en cuanto a las propiedades tecnofuncionales de Índice de solubilidad en agua, poder de hinchamiento y capacidad de absorción, es inferior a los reportados por Plaza (2017) para papas nativas variedad Yameina Blanca y Yameina Colorada con un índice de solubilidad de $1.41 \pm 0.21\%$ y $1.67 \pm 0.99\%$ respectivamente y el poder de hinchamiento con valores de 12.45 ± 0.91 y 12.96 ± 0.36 respectivamente. Alvis et al (2008) encontraron una solubilidad de 2.95% de solubilidad y 5.83 de poder de hinchamiento para la variedad de papa ICA-Nariño procedente de Colombia. Martínez, Málaga, Betalleluz, Ibarz y Velezmoro (2015) quienes indicaron que para papas nativas del departamento de Cusco variedades Puka ambrosio (PA), Combe (CO), Perwanita (PER), Kalis qero (KQ), Qello vironchos (QEV), yana churos (YACH) y Solischa (SOL) los valores para solubilidad fueron desde $4,8 \pm 0.58\%$ hasta $7,5 \pm 0.44\%$, para el índice de absorción de agua 10.6 ± 0.14 a 13.5 ± 1.16 y poder de hinchamiento 11.1 ± 1.01 hasta 14.4 ± 1.16 . Y (Peña, 2017) al trabajar con papas nativas peruanas procedentes de Ilave-Puno variedades Imilla Negra (IN), Imilla Blanca (IB), Ocucuri Blanca (OB), Loc'ka (LK) y Piñaza (PN), encontró valores de 9.47 ± 0.17 a 11.63 ± 0.21 para poder de hinchamiento, de $2.19 \pm 0.15\%$ a $2.66 \pm 0.16\%$ para índice de solubilidad en agua y de 9.22 ± 0.16 a 11.35 ± 0.20 para capacidad de absorción de agua.

Según Granados, Guzman, Avecedo, Díaz y Herrera (2014) y Aristizábal y Sánchez (2007) las propiedades tecnofuncionales del almidón están altamente relacionados al

contenido de amilosa y amilopectina, ya que mientras mayor sea el contenido de amilosa mayor será el índice de solubilidad en agua, y mientras menor sea el contenido de esta, mayor será su poder de hinchamiento y su capacidad de absorción de agua. además, afirman que cuanto menor sea el índice de solubilidad, el almidón es de buena calidad. Por lo tanto, los datos obtenidos para el almidón de tunta están dentro de los parámetros, ya que el contenido de amilosa es bajo ($14.30\pm 0.19\%$), además, el almidón obtenido es de buena calidad.

4.2.4. Microscopia electrónica de barrido

Las imágenes del SEM muestran que los gránulos del almidón de tunta tienen una forma elíptica y esférica (Figura 12), los tamaños de la forma esférica y elíptica se muestran en la Figura 13 y 14

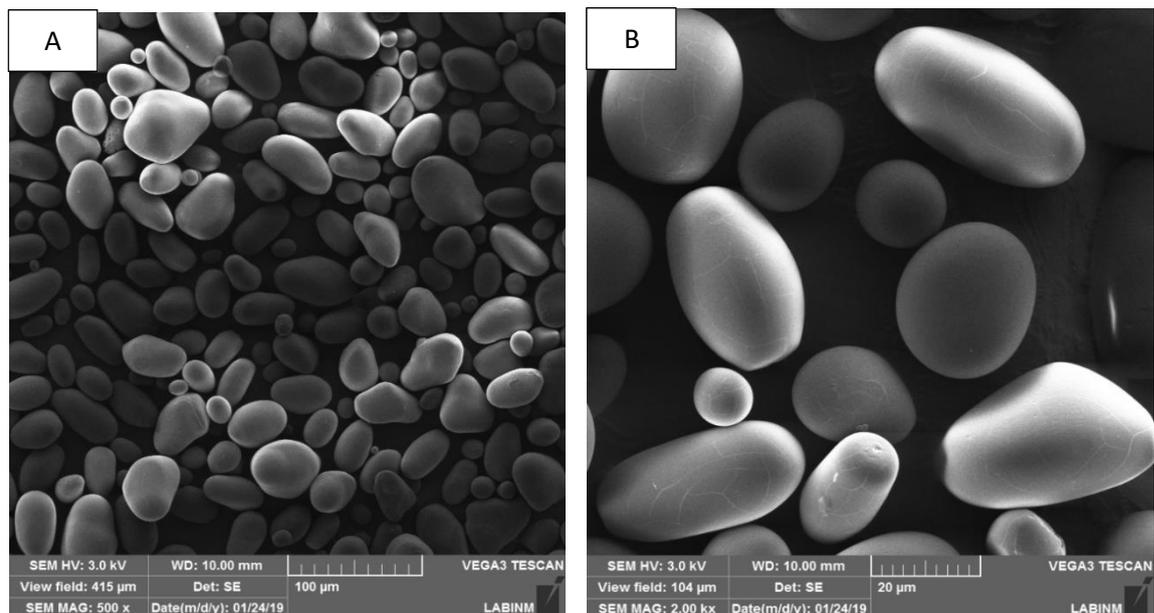


Figura 12. Microscopia electrónica de barrido del almidón de tunta. A) 100 µm B) 20 µm.

Según Plaza (2017) los gránulos de almidón difieren considerablemente entre los almidones y varían de 1 a 100 μm , de los cuales los gránulos que oscilan entre 1 a 20 μm son de tamaño pequeño y los gránulos de 20 a 110 μm se consideran de tamaño grande. El tamaño de los gránulos del almidón de tunta analizados en este trabajo, para la forma elíptica oscilaron entre 26.71 a 51.10 μm (Figura 13) considerándose almidón de tamaño grande, mientras que los de forma esférica oscilaron entre 8.54 a 19.73 μm (Figura 14) considerándose por lo tanto de tamaño pequeño.

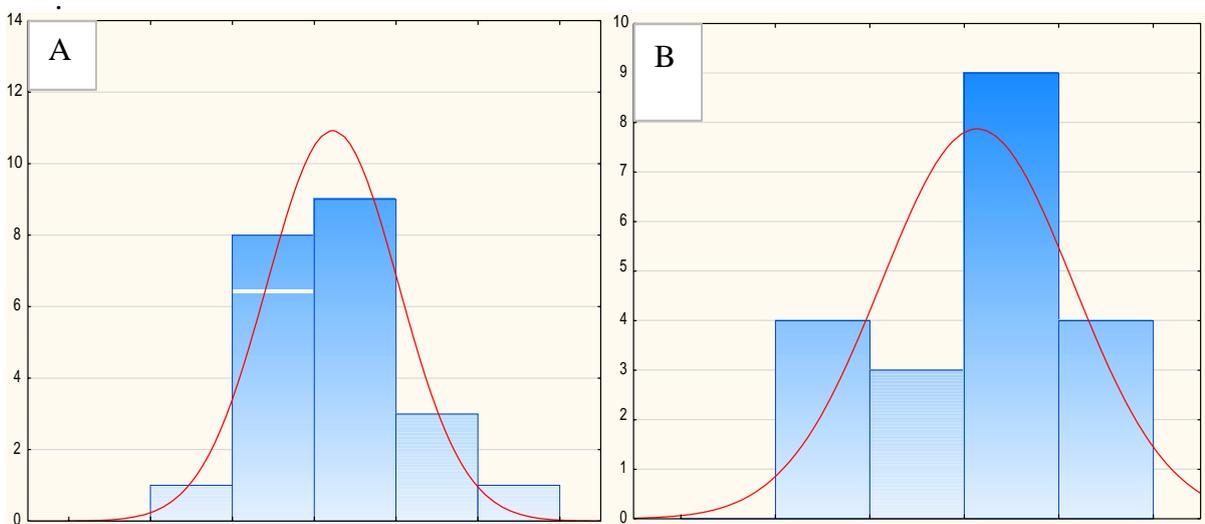


Figura 13. Distribución normal de los gránulos de almidón para forma elíptica. A): tamaño pequeño B): tamaño grande.

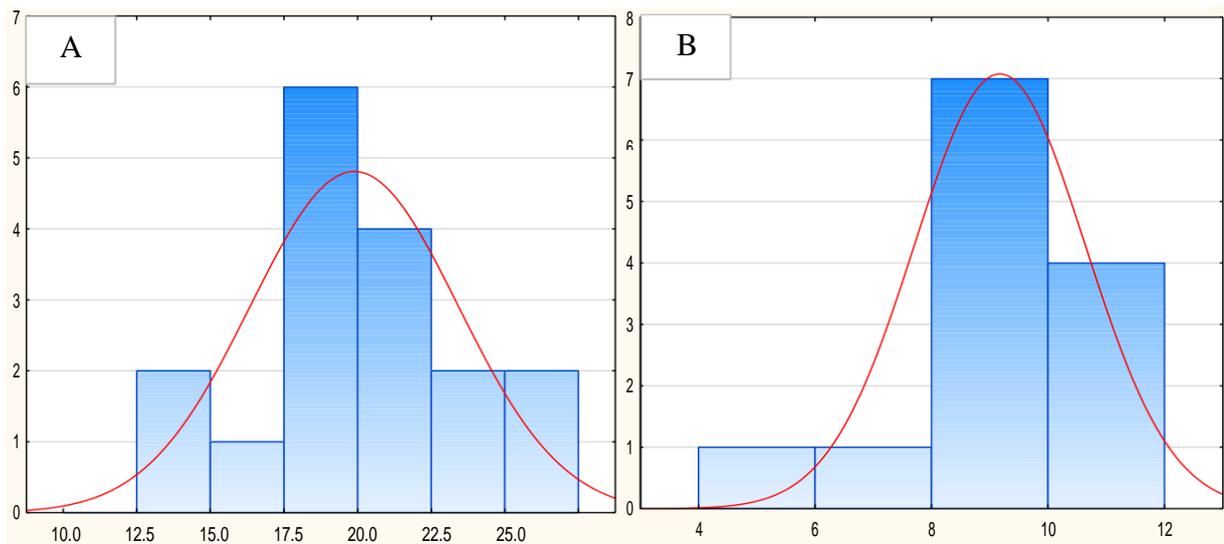


Figura 14. Distribución normal de los gránulos de almidón para forma esférica. A): tamaño pequeño B): tamaño grande.

No obstante, Medina y Salas (2008) mencionan que las diferencias entre las morfologías del almidón de papa son muchas ya que depende del origen, las prácticas botánicas, prácticas culturales, contenido de amilosa y amilopectina y de la estructura química de las mismas, además, del contenido de otros polímeros de glucosa que componen el granulo.

Los resultados de forma y tamaño del almidón de tunta obtenidos en esta investigación, son similares a los reportados por Rodríguez (2013) quien indica que los almidones de papas colombianas tienen un tamaño que varía desde 10 hasta 80 μm con formas esféricas para gránulos pequeños y elípticos para tamaños grandes. No obstante, Alvis et al (2008) para papas provenientes de México, Gunaratne y Hoover (2002) para papas hechas en Canadá y Mishra y Rai (2006) para papa producida en la india, indican que las formas de los gránulos del almidón son esféricas y ovaladas, con un rango de tamaño que oscila entre 3 -110 μm .

4.2.5. Calorimetría diferencial de barrido

En la Figura 15, se muestra las transiciones de fases de gelatinización del almidón de tunta que fue de $T_i=48^\circ\text{C}$, $T_p=68.59^\circ\text{C}$, $T_f= 89.05^\circ\text{C}$ y una ΔH 20°C . La T_i es la temperatura a la cual el almidón comienza a perder su ordenamiento molecular, donde los puentes de hidrogeno de la región amorfa del granulo se rompe permitiendo que el agua se asocie a los grupos hidroxilos libres de agua; la T_p es en el cual los gránulos de almidón están completamente hidratados y han perdido todo su ordenamiento molecular, lo que dará paso a la ruptura del gránulo del almidón; T_f es la temperatura a la cual el gránulo está completamente desintegrado y ΔH es la diferencia que existe entre el calor absorbido por la muestra y el calor absorbido por la referencia.

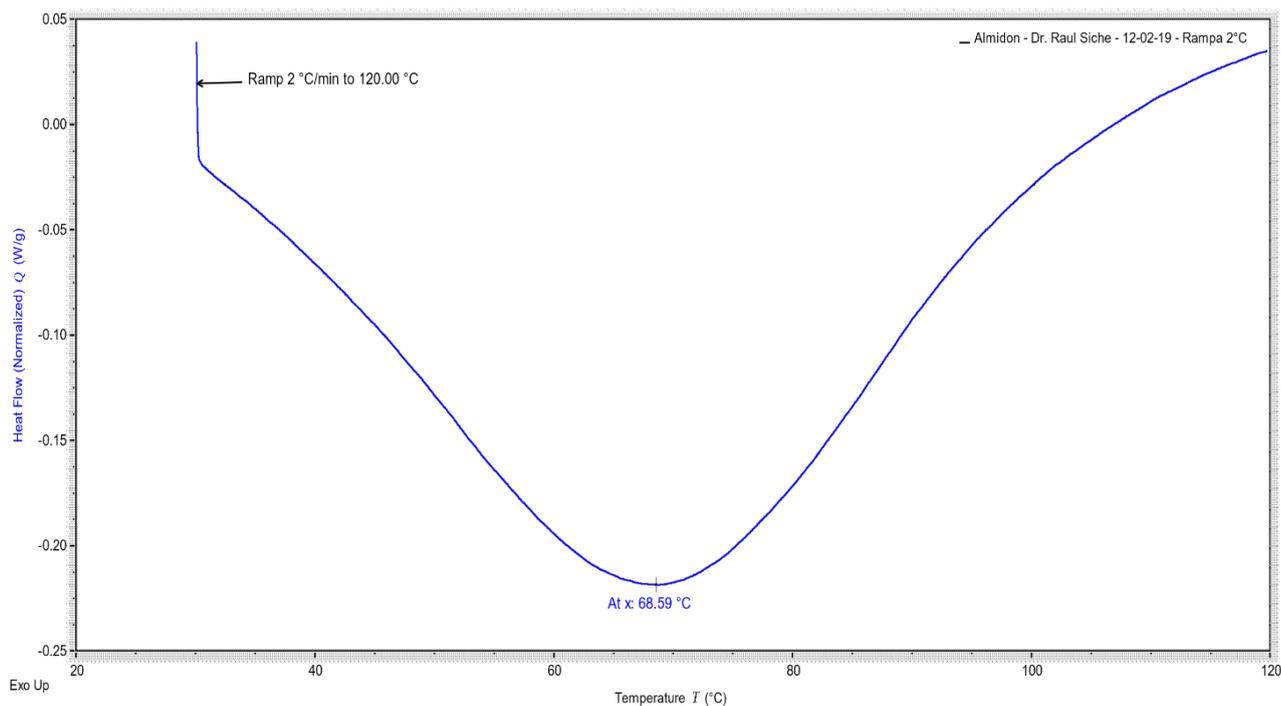


Figura 15. Calorimetría diferencial de barrido para almidón de tunta

Los puntos de gelificación del almidón de tunta fueron similares a los reportados por Zaidu et al (2008) quienes obtuvieron $T_p = 67.1^\circ\text{C}$ para almidón de papa y $T_p = 69.7^\circ\text{C}$ para almidón de yuca. Lagos (2016) reportó picos a los $T_i = 68.8^\circ\text{C}$, $T_p = 73.2^\circ\text{C}$ y $T_f = 80.8^\circ\text{C}$ para almidón de papa. Vermeley, Goderis y Delcour (2006) informaron picos menores de gelificación $T_i = 59.1$ y $T_p = 61.9$; $T_f = 66.8$ y $\Delta H = 18.3$ para papas nativas, y Plaza (2017) reportó picos de gelificación diferentes para cada variedad de papa, los picos de gelificación para la papa Yameica colorada fueron $T_i = 59.23^\circ\text{C}$, $T_p = 63.10^\circ\text{C}$, $T_f = 69.17$ y una ΔH de 17.35, mientras que el almidón de la papa Yameinca blanca tuvo puntos de gelificación de $T_i = 58.48^\circ\text{C}$, $T_p = 62.47^\circ\text{C}$, $T_f = 68.83^\circ\text{C}$ y una ΔH de 14. Sin embargo, Pardo, Castañeda y Ortiz (2013) presentaron picos altos de gelificación $T_i = 94^\circ\text{C}$, $T_p = 99^\circ\text{C}$, $T_f = 112^\circ\text{C}$ y una ΔH de 213.3 para almidón de papa variedad ICA Puraca.

Según Pardo et al (2015) los picos altos o bajos de gelificación dependerán de varios factores como: la variedad, lugar de procedencia, la metodología de extracción, tamaño de los gránulos del almidón, mientras más pequeño sean los gránulos de almidón

menor será la temperatura de gelificación.

4.2.6. Difracción de Rayos-X

En la Figura 16 se observa el porcentaje de cristalinidad del almidón de tunta que fue de 38.72 %, además en la gráfica se observa la presencia de un pico cercano a 6° , un singlete entre los 17° y un doble en los 22° y 24° 2θ , por tanto, es un difractograma de XRD de tipo B característico de almidones provenientes de tubérculos.

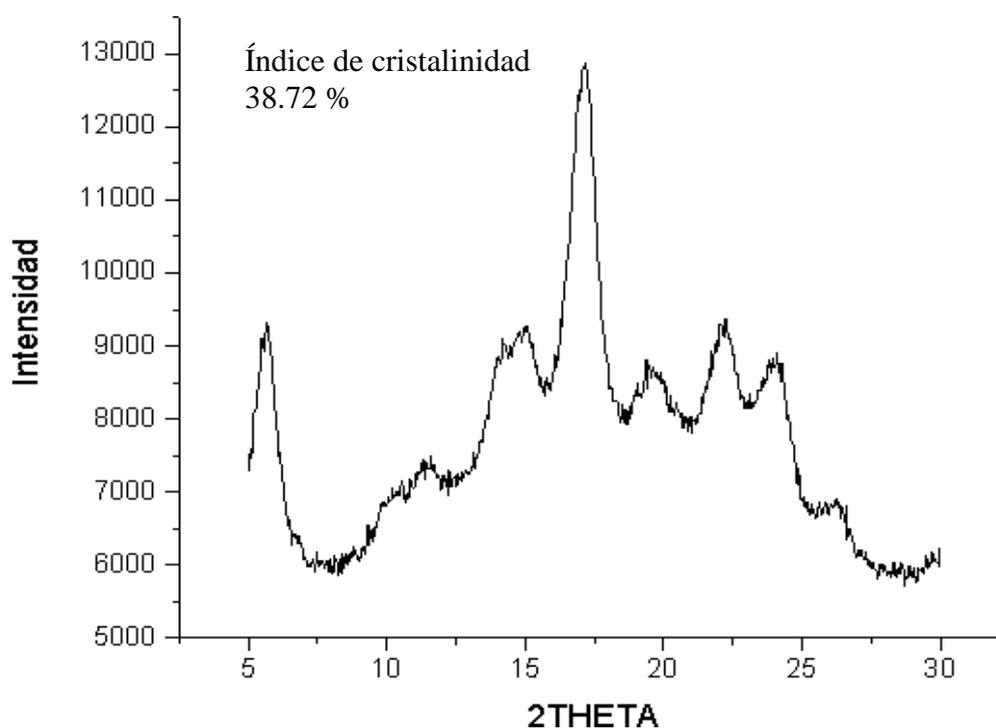


Figura 16. Difracción de rayos X del almidón de tunta

El porcentaje de cristalinidad obtenido en este trabajo fue superior a lo reportado por Pardo et al (2013) en siete variedades de papa provenientes de Boyacá-Colombia, con porcentajes de cristalinidad de 9.19% 9.31%, 12.97%, 13.77%, 14.77%, 17.31% y 17,65%, para las variedades Criolla Latina, R-12, Ica Puracé, Hica, Huila, Tuquerreña, Parda Pastusa e Ica Única respectivamente. Vermeley et al (2006) reportaron para tubérculos originarios de Japón una cristalinidad de 43%. Hoover (2001) obtuvo una cristalinidad del 28% para papa, 38% para ipomea batatas, 45% para colocasia esculenta y 38% manihot

esculenta.

Investigadores mencionados anteriormente hacen referencia de que la cristalinidad está altamente asociada al contenido de amilopectina y la fase amorfa a la amilosa, lo que indica, que a mayor contenido de amilosa el porcentaje de cristalinidad será baja y obviamente a menor contenido de la misma mayor será la cristalinidad del almidón, sin embargo indican también que no solo se limita a la varianza de la amilosa, sino también dependerá mucho del origen del almidón (sea de tubérculos, cereales o frutas), practica botánica, variedad de la cual proviene, y las practicas utilizadas para la extracción. Por otro lado, Flores (2004) menciona que la cristalinidad también se ve gravemente afectado si el almidón se encuentra dañado, siendo así que si los gránulos del almidón están dañados su cristalinidad disminuirá.

La alta cristalinidad del almidón de tunta se debe al bajo contenido de amilosa (14.30%), variedad y lugar de origen de la papa, practicas operativas realizadas previo a la obtención de la tunta, además, podríamos indicar que los gránulos no se encuentran dañadas (las cuales se pueden incluso observar intactas en la Figura 13 obtenidas por el SEM. Buléon, Colonna, Planchot y Ball (1998) indican que la cristalinidad de los almidones, independientemente de la fuente de donde provienen varían entre 15 a 45%, cuya cristalinidad obtenida para el almidón de tunta se encuentra dentro del rango establecido.

4.3. Cuantificación de compuestos fenólicos y capacidad antioxidante del extracto de tumbo

Se cuantificó el contenido de fenoles totales y su respectiva capacidad antioxidante de extracto de tumbo serrano, en la Tabla 7 se observa que el extracto presento 3411 ± 6.36 mgAG/100 ml de jugo de compuestos fenólicos y capacidad antioxidante de $255.20 \pm 3.73 \mu\text{moleET/ml}$ de jugo.

Dichos resultados, son superiores a lo reportado por León (2016) quien encontró un valor de 1014.64 mg AG/100g de fruta fresca (tumbo serrano). Inocente (2015) reportó para tumbo serrano proveniente de la provincia de Huaraz valores de 1249 mg AG/100ml de jugo de compuestos fenólicos y capacidad antioxidante de $911.941 \pm 2.345 \mu\text{mol ET/ml}$ de jugo. Tapia y Campos (2016) indicaron que los frutos de tumbo provenientes de Chile presentan valores de 882 mg AG/100g fruta fresca de fenoles totales y $32 \mu\text{mol ET/g}$ fruta fresca de capacidad antioxidante. Vasco, Ruales y Kamal (2008) reportaron para tumbo serrano provenientes de Ecuador valores de 1010 ± 198 mg AG/100g fruta fresca para compuestos fenólicos y $70 \mu\text{mol ET/g}$ fruta fresca de capacidad antioxidante. Muñoz et al (2007) reportaron valores de 1478,26 mg AG/100g fruta fresca de compuestos fenólicos totales y $41 \mu\text{mol ET/g}$ fruta fresca de capacidad antioxidante para tumbo serrano cuyo lugar de procedencia es Perú.

Tabla 7. Compuestos fenólicos y capacidad de antioxidante de tumbo serrano.

Características	Valores
Compuestos fenólicos totales (mg AG/100 mL de jugo)	3411 ± 6.36
Capacidad antioxidante ($\mu\text{mol ET/mL}$ de jugo)	255.20 ± 3.73
Ph	3.56 ± 0.3
°Brix	10.5 ± 1.0
Acidez titulable (%)	2.53
Índice de madurez	4.15

Según Vasco et al (2008) el contenido de compuestos fenólicos y la capacidad antioxidante de los alimentos varía según las diferencias en las variedades, el clima, el índice de madurez, lugar de origen, etc. No obstante, la capacidad antioxidante también dependerá de la posición del grupo hidroxilo en cada uno de los ácidos fenólicos, ya que aquellos que contengan grupos hidroxilo en las posiciones 3 y 4 del anillo B tienen mayor

capacidad antioxidante (Zavaleta, Muñoz, Blanco, Alvarado Ortiz y Loja, 2005). Algunos de ácidos fenólicos presentes en el tumbo son el ácido cafeico, rutina, ácido ferulico, Quercetina y kaenferol (Muñoz et al., 2007).

Por otro lado, el contenido de compuestos fenólicos y su capacidad antioxidante está directamente relacionado con su estado de madurez, ya que, los frutos es su estado maduro tienen mayor contenido de compuestos bioactivos (Zea y Sánchez, 2012). El estado de madurez está directamente relacionado con el pH, incide de acidez titulable, y los °Brix. El tumbo utilizado para este trabajo tuvo un pH de 3.56, 10.5°Brix y acidez titulable de 2.53%, según la FAO citado por Cardenas y Huaman (2015) señala que el fruto de tumbo debe presentar al menos 10 °brix, 2.5% de acidez y 4.0 de índice de madurez para ser cosechados. Por lo que el fruto utilizado se encuentra en su estado maduro, ya que se encuentra dentro de los parámetros estandarizados por la FAO.

4.4. Caracterización de las películas bionanocompuestos activas

4.4.1. Propiedades mecánicas

En la Tabla 8 se muestran los resultados de los análisis de fuerza de ruptura o tracción y el porcentaje de elongación aplicando diseño central compuesto rotacional para los diferentes tratamientos de películas nanobiocompuestos

Tabla 8. Valores de los resultados de las propiedades mecánicas de las películas

Tratamientos	Fuerza de Ruptura (MPa)	Elongación (%)
1	2.27±0.24	78.9875±1.04
2	3.05±0.33	83.10±7.23
3	1.33±0.06	37.95±2.90
4	1.86±0.20	89.74±1.16
5	6.09±0.35	74.18±3.97
6	1.99±0.24	80.86±8.96
7	2.05±0.08	63.53±3.64
8	3.02±0.07	93.66±2.40
9	2.48±0.07	68.00±3.11

4.4.1.1. Fuerza de ruptura

La Tabla 9 presentan los resultados de los análisis estadísticos a ($p \leq 0,05$) y la determinación de los coeficientes de regresión de la ecuación que describe la superficie para la propiedad mecánica (Fuerza de ruptura). En dicha tabla se observa que los factores (extracto de tumbo y nanocelulosa) a un nivel de confianza del 95% $p \leq 0.05$ fueron significativos en un modelo lineal y cuadrático. El modelo matemático obtenido por el diseño experimental presentó un coeficiente de determinación (R^2) del 70.7% de la variabilidad de los resultados.

Tabla 9. Análisis de varianza para fuerza de ruptura (MPa)

Factor	SC	GL	CM	F – valor	P – valor
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	15.7514	1	15.7514	391.695	0.00000
Extracto de tumbo (%) (Q)	1.84339	1	1.84339	45.8401	0.00003
(2) Nanocristales de celulosa (%) (L)	1.80002	1	1.80002	44.7616	0.00003
Nanocristales de celulosa (%) (Q)	0.83684	1	0.83684	20.8098	0.00081
1L y 2L	0.0294	1	0.0294	0.7312	0.41073
Error residual	9.18436	14	0.65603		
Falta de ajuste	8.74201	3	2.914	72.4632	0.00000
Error puro	0.44235	11	0.04021		
Total SS	31.3544	19			
R^2	0.7070				
R adj	0.6277				

Dónde: SC: Suma de cuadrados, GI: Grados de libertad, CM: Cuadrados medios.

La Figura 17, muestra la superficie de respuesta correspondiente a la respuesta de la propiedad mecánica, fuerza de ruptura. Como se puede observar en la Figura 17, la fuerza de ruptura fue significativamente influenciada lineal y negativamente por el extracto de tumbo, lo que indica que cuanto mayor sea la adición del extracto de tumbo, menor será la fuerza de ruptura (MPa). En la Tabla 9 se observa que la prueba con menor contenido de extracto de tumbo (5.85%) tiene mayor fuerza de ruptura y con una mayor concentración (30%) las películas obtienen una fuerza de ruptura menor. Por otro lado, la nanocelulosa

influenció de una manera positiva indicando que cuanto mayor sea su concentración, mayor será la fuerza de ruptura.

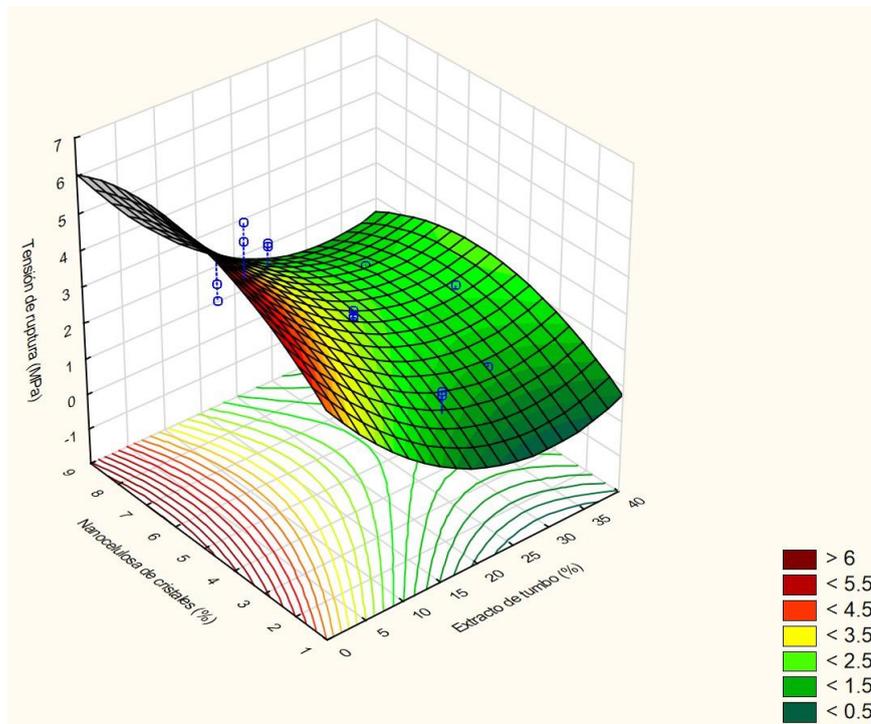


Figura 17. Superficie de respuesta de fuerza de ruptura (MPa)

Con respecto a los factores cuadráticos, estos se consideran en un diseño de planificación con la finalidad de incrementar la curvatura de la superficie, para ubicar los puntos de máximo y mínimo. Para la variable de respuesta de fuerza de ruptura los factores fueron significativos, lo que indica que existe una región de valores mínimos y máximos en la superficie de respuesta (Figura 17). En esta región se puede notar un incremento en la fuerza de ruptura cuando los valores de las formulaciones contenían valores intermedios de nanocelulosa y valores menores de extracto de tumbo (Figura 17.)

El modelo cuadrático que relaciona la respuesta de fuerza de ruptura con las variables independientes de nanocelulosa y extracto de tumbo, se presenta en la ecuación (26).

$$\text{Fuerza de ruptura} = 3.310 - 0.263E + 0.004491E^2 + 0.9639N - 0.075N^2 \quad \text{Ecuación (26)}$$

Donde:

E: Extracto de tumbo (%)

N: Nanocelulosa de cristales (%)

De acuerdo a diversos autores la nanocelulosa de cualquier fuente es responsable de mejorar las propiedades mecánicas de las películas, este efecto podría atribuirse a la fuerte compatibilidad de celulosa con el almidón debido a los grupos hidroxilos que forman enlaces de hidrógeno, y por lo tanto una red rígida. Una buena distribución de la nanocelulosa en la matriz polimérica también explicaría el refuerzo (Salas, 2017).

No obstante, se ha visto en el diagrama de superficie de respuesta (Figura 17), que a concentraciones mayores resultan también películas con baja fuerza de ruptura. según Savadekar y Mhaske (2012) y Joaqui y Castillo (2013) este efecto se debe a la pobre adhesión interfacial causado por la aglomeración de las nanopartículas de celulosa en la matriz polimérica. Sin embargo, otro factor que influencia las propiedades mecánicas es el plastificante, la cual en su mayoría a grandes concentraciones influencia negativamente sobre esta propiedad mecánica, pero positivamente en cuanto a la fuerza de elongación, este efecto es debido a que, por su naturaleza hidrofílica al interactuar con las cadenas del almidón, aumenta la movilidad molecular y en consecuencia resultan películas hidrófilas y flexibles.

Por lo tanto, concentraciones menores del plastificante y mayor de nanocelulosa resultan películas con mejores propiedades mecánicas en cuanto a la tensión de ruptura como es el caso de Lendvai, Karger Kocsis, Kmetty y Drakopoulos (2016) quienes afirman que a concentraciones de 5 a 20% de nanocelulosa y glicerol menor a 1.5%, lograron películas con una fuerza de ruptura de 9.1 a 11.9 MPa. Angellier, Molina Boisseau, Dole y Dufresne (2006) al incorporar 5% de nanocelulosa a una matriz polimérica a base de almidón termoplástico de maíz waxi plastificado con 2.5% de glicerol obtuvo 3.6 MPa.

Machado et al (2017) también reportaron una fuerza de ruptura que varía desde 0.91 ± 0.007 MPa hasta 14.09 ± 2.22 MPa, para películas desarrolladas a base de almidón de yuca, glicerol como plastificante y nanocelulosa como refuerzo, el menor valor de tensión fue para la película con 2.10 % de glicerol y 0.18% de nanocelulosa (concentración en base al agua) y la película con mayor fuerza de ruptura fue la que contenía solo el 0.5% de glicerol y 0.3% de nanocelulosa (14.09 MPa).

Por otro lado, la reducción de la fuerza de ruptura al adicionar extractos de frutas, puede estar atribuido a la poca compatibilidad entre las macromoléculas del extracto del fruto (tumbo) con el almidón, también explica que podría ser por el incremento de sólidos totales en la superficie, es decir, incremento del número de cadenas de fibras en la superficie, lo que provocaría cambios en las interacciones intra e intermoleculares (Souza, Silva y Druzian, 2012). Similares datos obtuvieron Perazzo et al (2014) al adicionar extracto de té verde en la matriz polimérica de almidón, la fuerza de ruptura varió desde 0.73 MPa a 4.36 MPa. Mismo efecto resultó al adicionar con pulpa de mango, las fuerzas de ruptura variaron entre 1.36 a 4.03 (Reis, 2011).

Los valores de resistencia a la ruptura encontrados en este trabajo son inferiores a los reportados para películas sintéticas de polietileno de baja densidad (PEBD), que varían de 6.9 a 16 MPa, a excepción del tratamiento 5 (6.09 MPa) la cual estadísticamente es igual al PEBD (Coutinho, Mello y Santa Maria, 2003)

4.4.1.2. *Elongación*

En la Tabla 10, se aprecia el análisis de varianza (ANOVA) para la variable respuesta de fuerza elongación (%E). En ella se observa que los factores tanto nanocelulosa como el extracto de tumbo a un nivel de confianza del 95% $p \leq 0.05$ fueron significativos en los modelos lineal y cuadrático, incluyendo la interacción. El modelo

matemático presentó un coeficiente de determinación (R^2) de 79.26% de la variabilidad de los resultados.

Tabla 10. Análisis de varianza de fuerza de elongación (%E)

Factor	SC	GL	CM	F – valor	P – valor
Extracto de tumbo (%) (L)	155.564	1	155.564	3.09809	0.1061125
Extracto de tumbo (%) (Q)	586.951	1	586.951	11.68928	0.005734
Nanocristales de celulosa (%) (L)	2426.28	1	2426.28	48.31994	0.000024
Nanocristales de celulosa (%) (Q)	667.876	1	667.876	13.30091	0.003841
1L y 2L	1136.751	1	1136.751	22.63866	0.000592
Error residual	1202.752	14	85.911		
Falta de ajuste	650.411	3	216.804	4.3177	0.030507
Error puro	552.341	11	50.213		
Total SS	5800.959	19			
R^2	0.7927				
R adj	0.7186				

Dónde: SC: Suma de cuadrados, GL: Grados de libertad, CM: Cuadrados medios.

El modelo cuadrático que relaciona la respuesta de fuerza de elongación con las variables independientes de nanocelulosa y extracto de tumbo, se presenta en la ecuación (27)

$$\text{Elongación (\%)} = 179.18 - 6.49E + 0.08E^2 - 27.11N + 2.13C^2 + 0.59EN \quad \text{Ecuación (27)}$$

(27)

Donde:

E: Extracto de tumbo (%)

N: Nanocelulosa de cristales (%)

A partir del modelo matemático mostrado en la ecuación (27), se generó la gráfica de superficie de respuesta mostrada en la Figura 18, con respecto a la fuerza de elongación. Dicha Figura muestra que la fuerza de elongación fue significativamente influenciada lineal y negativamente por el extracto de tumbo, lo que indica que, en concentraciones menores de tumbo, mayor será la fuerza de elongación (%E). La nanocelulosa influyó lineal y positivamente, indicando que cuanto mayor sea su concentración, mayor será la

fuerza de elongación. En la Tabla 9. se observa que el tratamiento 8 (7.5% de nanocelulosa y 20% de extracto de tumbo) tuvo mayor fuerza de elongación (93.66 ± 2.40) y la película con menor fuerza de elongación fue el tratamiento 3 (3% de nanocelulosa y 30% de extracto de tumbo).

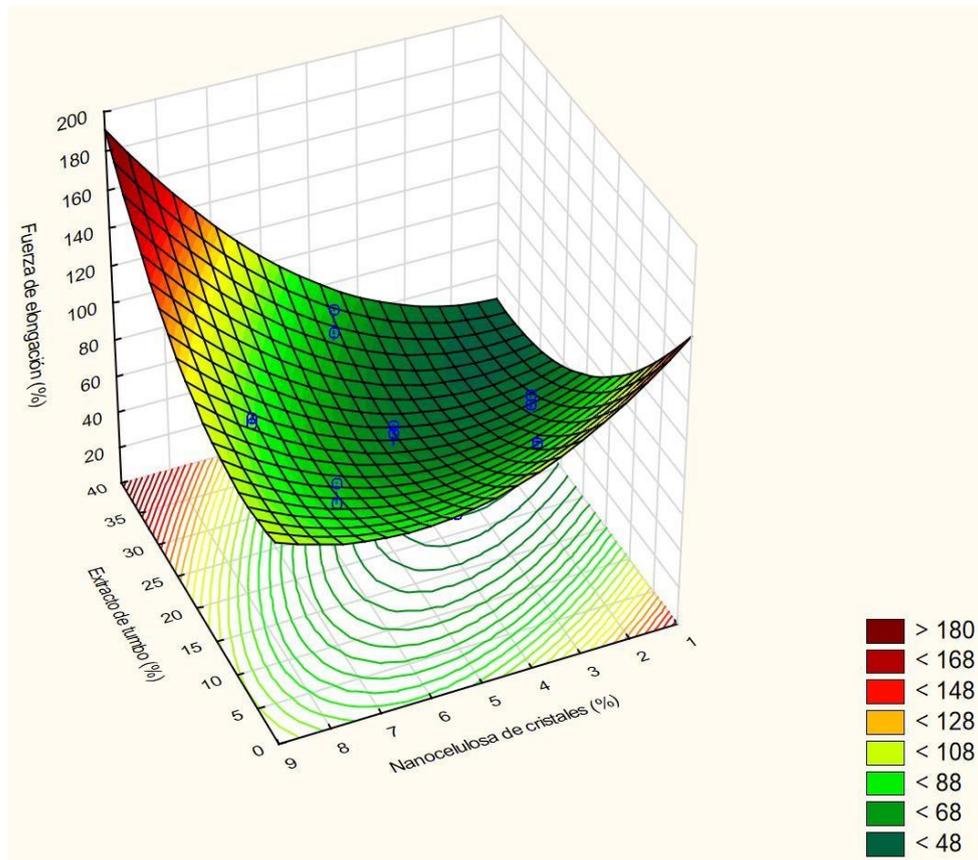


Figura 18. Superficie de respuesta de la fuerza de elongación

Con respecto a los factores cuadráticos, estos fueron significativos, lo que indica que existe una región de valores mínimos y máximos en la superficie de respuesta (figura 18). En esta región se puede observar que se obtiene mayor fuerza de elongación cuando los valores de extracto de tumbo son altos y los valores de nanocelulosa son intermedias. La interacción entre la nanocelulosa y el extracto de tumbo influyó de manera positiva a la fuerza de elongación.

Salas (2017) sustenta que las películas que en su formulación contienen una gran

cantidad de lípidos, proteínas, contenido fenólicos, capacidad de antioxidantes y amilopectina son más flexibles y en consecuencia tienen mayor fuerza de elongación. Por lo tanto, la alta elongación de las películas desarrolladas en este trabajo, probablemente se deba a la adición del extracto de tumbo la cual posee un alto contenido de compuesto fenólico y capacidad de antioxidante. Mientras que la nanocelulosa disminuye la fuerza de elongación, esto debido a que se forma una red rígida debido a la alta compatibilidad entre la nanocelulosa y el almidón (Agustin et al., 2014).

Datos similares se encontraron al formular películas con nanocelulosa y extractos de erva mate en una matriz polimérica, a mayor concentración de erva mate y menor concentración de nanocelulosa la fuerza de elongación fue mayor (57.09%) (Souza et al., 2012). mismo efecto sucedió para películas con pulpa de mango, cuanto mayor fue el porcentaje de pulpa de mango la película obtuvo mayor fuerza de elongación (69.36%) (Reis, 2011).

Los datos encontrados en este trabajo, en cuanto a la fuerza de elongación (37.95 % a 93.66 %), se encuentran dentro de los rangos de un plástico de polietileno de baja densidad (90 a 800%) (Coutinho et al., 2003).

4.4.2. Contenido de Índice de solubilidad de las películas

En la Tabla 11 se aprecian los resultados de ISA del diseño compuesto central rotativo de las bionanopelículas con replica, los valores se encuentran entre 25.34 – 35.91. Los tratamientos con menor solubilidad fueron 5, 2 y 1 con valores de 25.34, 26.18 y 26.74 % respectivamente, los que obtuvieron valores promedios fueron los tratamientos 10, 9, 8 y 7 con índices de solubilidad de 30.69, 32.03, 31.60 y 34.31 % respectivamente, por último, los valores mayores en índice de solubilidad en agua fueron los tratamientos 3,4 y 6 valores de 35.91,34.94 y 35.61 % respectivamente. Arévalo et al (2018) y Andrade et al (2015) mencionan que las películas que presentan una alta solubilidad tiene una baja

resistencia al agua.

Tabla 11. Índice de solubilidad en agua de las películas para diseño central compuesto rotacional

Experimentos	Índice de solubilidad en agua (%ISA)
1	26.18±0.32
2	26.74±0.01
3	35.91±0.34
4	34.94±0.35
5	25.34±0.35
6	35.61±0.34
7	34.31±0.01
8	31.60±0.33
9	32.03±0.16
10	30.69±0.06

En la Tabla 12, se aprecia el análisis de varianza (ANOVA) del diseño compuesto rotacional para la variable respuesta de Índice de solubilidad en agua, los factores (extracto de tumbo y nanocelulosa) en un modelo lineal, cuadrática y la interacción fueron significativos a a un nivel de confianza del 95% ($p \leq 0,05$).

Tabla 12. Análisis de varianza del índice de solubilidad de agua

Factor	SC	GL	CM	F – valor	P – valor
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	263.159	1	263.159	1185.854	0.000000
Extracto de tumbo (%) (Q)	3.679	1	3.679	16.576	0.001847
(2) Nanocristales de celulosa (%) (L)	4.493	1	4.493	20.246	0.000902
Nanocristales de celulosa (%) (Q)	3.358	1	3.358	15.131	0.00252
1L by 2L	1.173	1	1.173	5.286	0.042092
Error residual	10.6374	14	0.7598		
Falta de ajuste	8.1963	3	2.7321	12.311	0.000772
Error puro	2.4411	11	0.2219		
Total SS	291.778	19			
R ²	0.9635				
R adj	0.9505				

Dónde: SC: Suma de cuadrados, GL: Grados de libertad, CM: Cuadrados medios.

El modelo presentó un coeficiente de determinación (R^2) de 96% de la variabilidad de los resultados y $R_{adj}=95\%$. El modelo cuadrático que relaciona la respuesta de índice de solubilidad con las variables independientes de nanocelulosa y extracto de tumbo, se presenta en la ecuación (28).

$$ISA(\%)=23.904+0.7550E-0.00634E^2-1.395N+0.151N^2-0.01915EN$$

Ecuación

(28)

Donde:

E: Extracto de tumbo (%)

N: Nanocelulosa de cristales (%)

A partir de la ecuación (28) se generó la gráfica de superficie de respuesta (Figura 19) para el índice de solubilidad. Dicha figura muestra que el extracto de tumbo influyó lineal y negativamente, mientras que la nanocelulosa influyó de manera positiva. Esto quiere decir, que la solubilidad de las películas será baja cuando la concentración de extracto de tumbo sea menor y la concentración de la nanocelulosa en la matriz polimérica sea mayor.

Los factores cuadráticos de extracto de tumbo y nanocelulosa de cristales mostraron significancia, lo que indica que para obtener valores bajos de solubilidad existe un intervalo de concentraciones de máximo y mínimo, tanto para extracto de tumbo como para la nanocelulosa, y como se muestra en la Figura 19 el índice de solubilidad será menor en concentraciones intermedias de nanocelulosa y concentraciones bajas de extracto de tumbo. La Tabla 15 corrobora lo escrito anteriormente ya que la formulación que contenía una concentración del 5% de nanocelulosa y 5.86% de extracto de tumbo es aquella que obtuvo el menor valor de índice de solubilidad en agua.

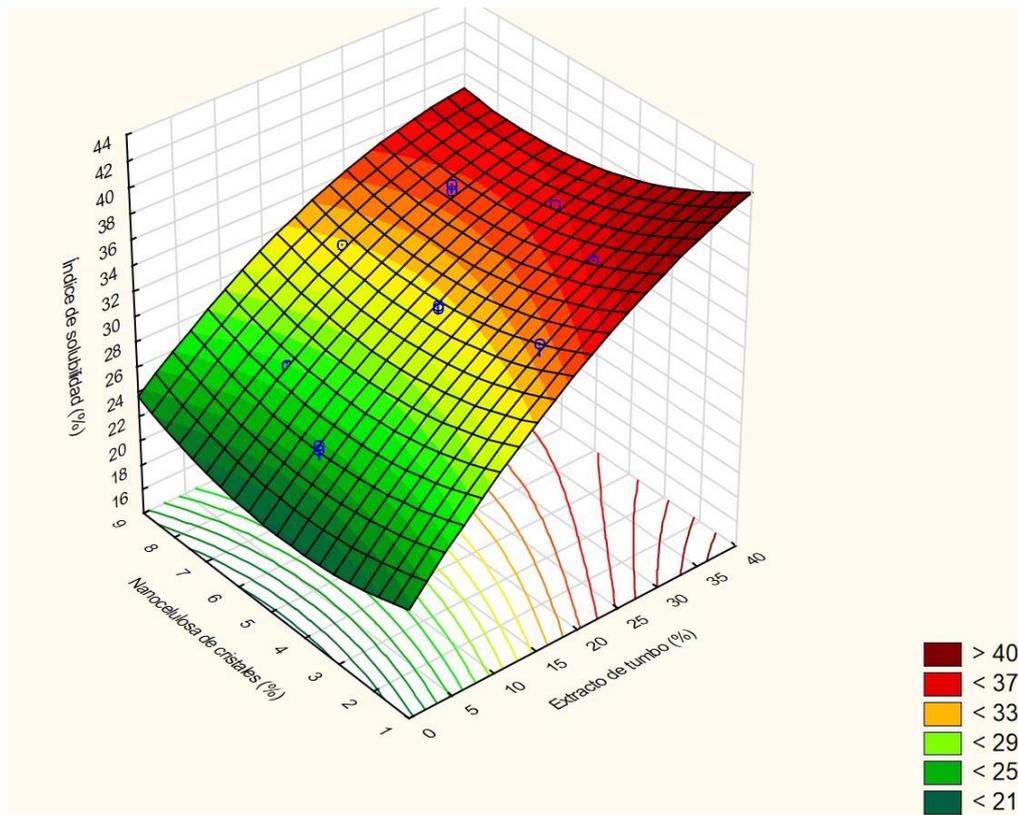


Figura 19. Superficie de respuesta de Índice de solubilidad de agua

Astilleros (2017) sostiene que la disminución de la solubilidad en agua de las películas reforzadas con nanocelulosa, se debe a su buena unión en la matriz polimérica y al desarrollo de enlaces fuertes entre polímeros a polímeros con puentes de hidrogeno, lo que impide la penetración de las moléculas de agua en las regiones cristalinas. Este investigador encontró, además, resultados similares a los encontrados en este trabajo, reportando así valores de 27.86 a 33.36 % de solubilidad, el menor valor para la prueba con mayor concentración de nanocelulosa. Por otro lado, Hernandez (2016) afirma que la solubilidad de las películas no solo depende de un factor (nanocelulosa) sino que también, es dependiente del plastificante utilizado, ya que contenidos altos de glicerol debido a su naturaleza hidrófila incrementa la solubilidad de las películas.

Po otra parte, Andrade et al (2015) informan que disminución de la solubilidad de las películas con adición de pulpas o extractos de frutos, por lo mínimos que sean, se deben

a que los sitios hidrofílicos de las fibras pueden interactuar con los grupos hidroxilo del almidón a través de enlaces de hidrógeno. Además, este investigador reportó una solubilidad de 62.51% para una película con el 20% de pulpa de mango, la cual fue inferior al control (81.62%). El índice de solubilidad encontrado en este trabajo fue bastante inferior a los reportado en otros trabajos a pesar que la concentración del extracto de tumbo fuera elevada (30%), esto indica que gran parte de la mejora en la solubilidad es el efecto de la nanocelulosa. Sin embargo, a pesar de que la adición de los extractos de frutos brinda una pequeña mejoría en la solubilidad de las películas, no es satisfactorio para aquellos envases designados para la protección y conservación de los alimentos, ya que para este fin se requieren películas con bajo índice de solubilidad, que sea resistente a la humedad. No obstante, la adición de las pulpas o extractos ayudarían considerablemente en la disminución del tiempo de biodegradabilidad (Anchundia, Santacruz y Coloma, 2016).

4.4.3. Permeabilidad al vapor de agua

En la Tabla 13 se aprecian los resultados de permeabilidad de vapor de agua de las películas nanobiocompuestos en diseño factorial. Los valores de la PVA se encuentran entre 6.70×10^{-11} a 21.86×10^{-11} ($\text{g} \cdot \text{mm} / \text{s} \cdot \text{pa} \cdot \text{m}^2$).

Tabla 13. Permeabilidad de vapor de agua de las películas

Tratamientos	PVA $\cdot 10^{-11}$ ($\text{gH}_2\text{O mm/s} \cdot \text{pa} \cdot \text{m}^2$)
1	19.04 \pm 0.68
2	13.85 \pm 4.12
3	6.95 \pm 0.74
4	6.97 \pm 0.35
5	6.70 \pm 0.39
6	7.42 \pm 0.18
7	21.87 \pm 6.38
8	8.17 \pm 1.84
9	8.33 \pm 0.49
10	8.10 \pm 0.40

La Tabla 14 presenta los resultados de los análisis estadísticos a ($p \leq 0,05$) y la determinación de los coeficientes de regresión de la ecuación que describe la superficie para la variable de respuesta de permeabilidad al vapor de agua. En dicha tabla se observa que el factor independiente (extracto de tumbo) tuvo una influencia significativa en modelo lineal sobre la variable de respuesta (permeabilidad al vapor de agua). Mientras que la nanocelulosa tuvo una influencia significativa en modelo lineal y cuadrática.

Tabla 14. Análisis de varianza de permeabilidad al vapor de agua

Factor	SC	GL	CM	F - valor	P - valor
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	80.6488	1	80.6488	14.10556	0.003178
Extracto de tumbo (%) (Q)	1.5343	1	1.5343	0.26835	0.614698
(2) Nanocristales de celulosa (%) (L)	150.5083	1	150.5083	26.32406	0.000328
Nanocristales de celulosa (%) (Q)	116.4493	1	116.4493	20.36710	0.000882
1L by 2L	13.6217	1	13.6217	2.38245	0.150970
Error residual	214.8668	14	15.3476		
Falta de ajuste	151.9741	3	50.6580	8.86014	0.002844
Error puro	62.8927	11	5.7175		
Total SS	618.2557	19			
R ²	0.6525				
R adj	0.5283				

Dónde: SC: Suma de cuadrados, GL: Grados de libertad, CM: Cuadrados medios.

La Figura 20, muestra la superficie de respuesta correspondiente a la respuesta de la permeabilidad de vapor de agua. Como se puede observar en la Figura 20, la permeabilidad al vapor de agua fue significativamente influenciada linealmente y positivamente por el extracto de tumbo, lo que indica que cuanto mayor sea la adición del extracto de tumbo, menor será la permeabilidad al vapor de agua. En la Tabla 12 se observa que las pruebas con mayor contenido de extracto de tumbo (30%), tienen una disminución en la permeabilidad al vapor de agua. Por otra parte, la nanocelulosa también influyó significativamente y positivamente en un modelo lineal, lo que indica que a mayores valores de nanocelulosa, menor PVA obtendrán las películas. La Tabla 12 muestra que la prueba con el 5% de nanocelulosa tiene una baja permeabilidad al vapor de agua.

Perazzo et al (2014) sustentan que la disminución de la PVA a mayores concentraciones de extractos de frutas, se debe a que incrementan la densidad de la película y por consiguiente evitan el paso del vapor de agua, también, indica que el ácido gálico forma enlaces covalentes por lo que la PVA se reduce. Comportamiento similar reportaron Souza, Silva y Druzian (2012) quienes al adicionar pulpa de mango y acerola obtuvieron valores de PVA que oscilaban entre 6.62×10^{-8} a 8.10×10^{-8} en comparación con el control que obtuvo un PVA de 9.50×10^{-8} , expresados en $(gH_2O\mu m/m^2.h.mmHg)$, el tratamiento con menor permeabilidad al vapor de agua fue aquella que en cuya concentración contenía el 17.10% de pulpa de mango y 17.10% de pulpa de acerola, (concentración máxima de agente antioxidante).

Por otro lado, una alta permeabilidad al vapor de agua en comparación con otras fuentes de fibra está comprobada, Souza et al (2012) y Slavutsky y Bertuzzi, (2014) sustentan que la disminución de la permeabilidad al vapor de agua de las películas se debe a los cambios estructurales de las películas de almidón, causadas por adición de fibras insolubles (nanocelulosa) que disminuirían los espacios libres en la matriz polimérica, por lo que dificultan el paso del vapor de agua a través de la matriz, Souza et al (2012) afirman que la incorporación de fibras insolubles (celulosa) en la matriz polimérica incrementa la tortuosidad del material (una barra rígida) lo que resulta en un proceso de difusión más bajo y por lo tanto una tasa de permeabilidad más baja de vapor de agua. similares comportamientos reportaron Souza (2011) quien para 17 formulaciones obtuvieron datos que varían entre 5.89×10^{-8} a 6.40×10^{-8} , siendo el mínimo valor de PVA para la formulación 0.50% de nanocelulosa (porcentual en función al agua) y el mayor PVA en la formulación que contenía el 0.18% de nanocelulosa.

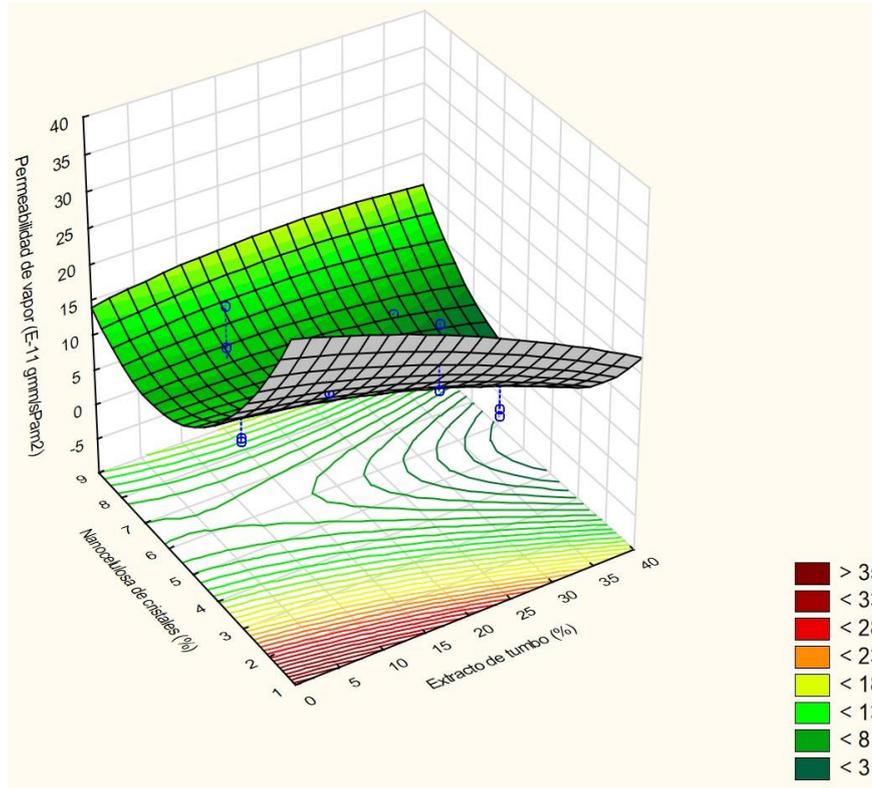


Figura 20. Superficie de respuesta de permeabilidad al vapor de agua

En cuanto a los factores cuadráticos, la Tabla 14 muestra que el factor influyente fue la nanocelulosa, lo que indica que existen valores de máximo y mínimo para esta variable. En la Figura 20 se puede observar que se requieren valores intermedios de nanocelulosa para obtener películas con baja permeabilidad al vapor de agua.

El modelo matemático presentó un coeficiente de determinación (R^2) del 70.7 % de la variabilidad de los resultados, y un R: ajustado del 62%, La falta de ajuste fue significativa. El modelo cuadrático que relaciona la variable respuesta de permeabilidad al vapor de agua con las variables independientes de nanocelulosa y extracto de tumbo, se presenta en la ecuación (29).

$$PVA=47.5416-11.7526NC+0.8915NC^2 \quad \text{Ecuación (29)}$$

Donde:

N: Nanocelulosa de cristales (%)

El incremento de la permeabilidad al vapor de agua, en concentraciones muy altas de nanocelulosa se debe a la pobre adhesión interfacial causado por la aglomeración de las nanocelulosa en la matriz polimérica. Dejando, por lo tanto, espacios libres en la matriz polimérica, lo que facilita el paso del vapor de agua a través de la matriz (Savadekar y Mhaske, 2012).

4.4.4. Determinación de fenoles totales y capacidad antioxidante

En la Tabla 15 se muestra los resultados de la cuantificación de fenoles totales y su capacidad antioxidante de las películas bionanocompuestos para el diseño central compuesto rotacional.

Tabla 15. Cuantificación de fenoles totales y capacidad antioxidantes para diseño central compuesto rotacional

Tratamientos	Fenoles totales (mg AG/100gmuestra)	Capacidad Antioxidante (μ mol Equ. Trolox/g Muestra)
1	1340.08 \pm 11.25	121.92 \pm 0.67
2	1120.49 \pm 10.01	146.79 \pm 5.68
3	3324.54 \pm 17.50	231.18 \pm 1.03
4	4491.45 \pm 13.61	289.50 \pm 6.21
5	784.54 \pm 14.21	88.17 \pm 2.23
6	3891.63 \pm 5.60	233.85 \pm 0.74
7	2130.96 \pm 4.75	141.91 \pm 0.03
8	2289.57 \pm 5.50	181.02 \pm 2.52
9	2336.93 \pm 13.11	128.41 \pm 0.48
10	1943.95 \pm 14.07	147.80 \pm 0.16

4.4.4.1. *Compuestos fenólicos*

En la Tabla 16 se aprecia el análisis de varianza (ANOVA) para la variable respuesta de compuestos fenólicos. Los factores (extracto de tumbo serrano y nanocelulosa), en modo lineal, cuadrática e interacción fueron estadísticamente significativos a $p < 0.05$, sobre la variable respuesta de fenoles totales. El modelo

matemático presentó un coeficiente de determinación (R^2) del 70.7 % de la variabilidad de los resultados, y un R: ajustado del 62%, La falta de ajuste fue significativa.

Tabla 16. Análisis de varianza de compuestos fenólicos

Factor	SC	GL	CM	F – valor	P – valor
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	2376317	1	2376317	1677.67	0.00000
Extracto de tumbo (%) (Q)	272098	1	272098	19.210	0.00109
(2) Nanocelulosa de cristales (%) (L)	343070	1	343070	24.221	0.00045
Nanocristales de celulosa (%) (Q)	107656	1	107656	7.600	0.01865
1L by 2L	961201	1	961201	67.861	0.00005
Error residual	865938	14	61853		
Falta de ajuste	710130	3	236710	16.712	0.000208
Error puro	155808	11	14164		
Total SS	2621884	19			
R^2	0.9669				
R adj	0.9551				

Dónde: SC: Suma de cuadrados, GL: Grados de libertad, CM: Cuadrados medios.

La Figura 21 muestra que en un modelo lineal los compuestos fenólicos fueron influenciados de manera positiva por los factores independientes (extracto de tumbo y nanocelulosa), esto indica que cuanto mayor sea la concentración del extracto de tumbo y de nanocelulosa en la matriz polimérica, las películas tendrán mayor contenido de compuestos fenólicos. En la Tabla 14, se muestra que el mayor valor de compuestos fenólicos (4491 ± 13.61 mg AG/100g) fue para el tratamiento 4 que contenía el 30 % de extracto de tumbo y 7% nanocelulosa, seguido por el tratamiento 6 en cuya formulación se agregó el 34.14% de extracto de tumbo y 5% de nanocelulosa (3891.63 ± 5.60 mg AG/100g).

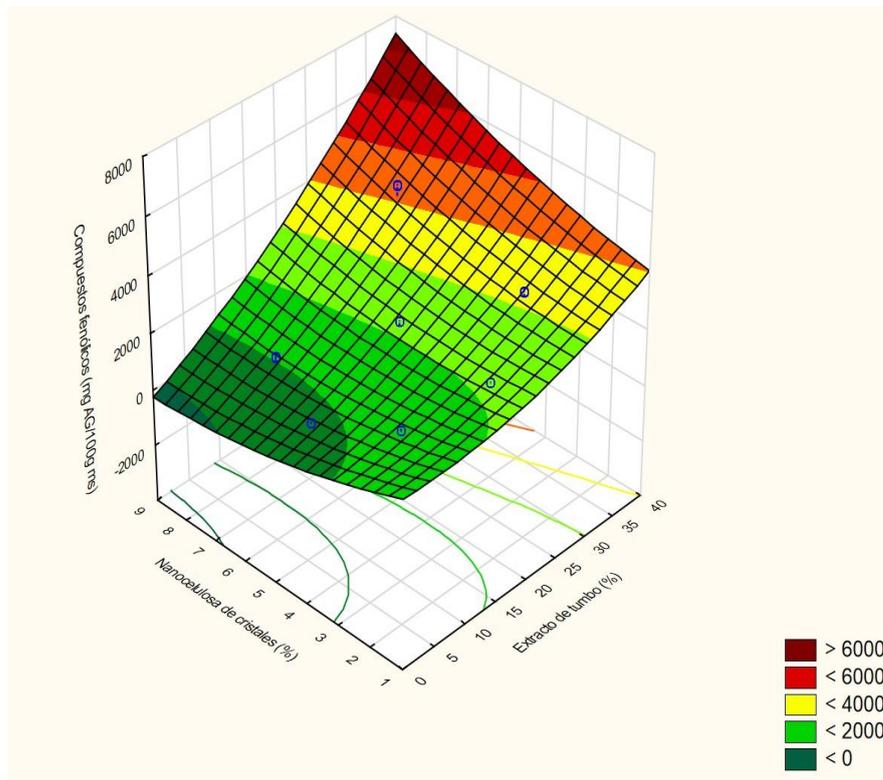


Figura 21. Superficie de respuesta de compuestos fenólicos

En cuanto al modelo cuadrático e interacción, nos indica que, para obtener una película con valores altos de compuestos fenólicos, existe un rango de concentraciones de nanocelulosa como de extracto de tumbo, dicho rango se encuentra en las concentraciones mayores o iguales al 30 % para el extracto de tumbo y concentraciones mayores o iguales al 5% para la nanocelulosa.

El modelo cuadrático que relaciona la variable respuesta de compuestos fenólicos totales con las variables independientes de nanocelulosa y extracto de tumbo, se presenta en la ecuación (30).

$$\text{Compuestos fenólicos} = 24.381 + 1.72E^2 - 544.4N + 27.1N^2 + 17.33EN \quad \text{Ecuación (30)}$$

Donde:

E: Extracto de tumbo (%)

N: Nanocelulosa de cristales (%)

4.4.4.2 Capacidad de Antioxidantes

La Tabla 17 presentan los resultados de los análisis estadísticos a ($p \leq 0,05$) y la determinación de los coeficientes de regresión de la ecuación que describe la superficie para la capacidad antioxidante. En dicha Tabla se observa que los factores (extracto de tumbo y nanocelulosa) a un nivel de confianza del 95% $p \leq 0.05$ fueron significativos en un modelo lineal, cuadrático e incluso la interacción. El modelo matemático presentó un coeficiente de determinación $R^2 = 90\%$ de la variabilidad de los resultados, indicando que el modelo es significativo y valido.

Tabla 17. Análisis de varianza de cuantificación de antioxidantes

Factor	SC	GL	CM	F – valor	P – valor
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	52438.85	1	52438.85	1234.553	0.000000
Extracto de tumbo (%) (Q)	3832.49	1	3832.49	90.227	0.000001
(2) Nanocristales de celulosa (%) (L)	4795.68	1	4795.68	112.903	0.000000
Nanocristales de celulosa (%) (Q)	3912.38	1	3912.38	92.108	0.000001
1L by 2L	559.60	1	559.60	13.175	0.003959
Error residual	865938	14	61853		
Falta de ajuste	5946.78	3	1982.26	46.668	0.000002
Error puro	467.24	11	42.48		
Total SS	26218849	19			
R^2	0.90788				
R adj	0.87498				

Dónde: SC: Suma de cuadrados, Gl: Grados de libertad, CM: Cuadrados medios.

La Figura 22, muestra la superficie de respuesta correspondiente a la respuesta de la capacidad antioxidante, en ella se observa que la capacidad antioxidante fue significativamente influenciada lineal y positivamente por el extracto de tumbo y nanocelulosa, lo que indica que cuanto mayor sea la adición del extracto de tumbo y nanocelulosa, mayor será la capacidad antioxidante de las películas. En la Tabla 15, se muestra que el mayor valor de capacidad antioxidante ($289.50 \pm 6.21 \mu\text{mol Equ. Trolox/g}$ muestra) fue para el tratamiento 4 que contenía el 30 % de extracto de tumbo y 7%

nanocelulosa, seguido por el tratamiento 6 en cuya formulación se agregó el 34.14% de extracto de tumbo y 5% de nanocelulosa (233.85 ± 0.74 $\mu\text{mol Equ. Trolox/g}$ muestra). Mientras que el tratamiento 5 resulto con (88.17 ± 2.23 $\mu\text{mol Equ. Trolox/g}$ muestra) de capacidad antioxidante en las películas bionanocompuesto, a pesar de que este tratamiento resulto muy bajo en comparación con otros tratamientos (Tabla 15) fue superior a lo reportado para extractos del mismo fruto. Muñoz (2007), reportó 41 $\mu\text{mol Equ. Trolox/g}$ muestra de capacidad de antioxidante para fruta fresca del tumbo serrano provenientes de Perú. Tapia y Campos (2016) obtuvieron 32 $\mu\text{mol Equ. Trolox/g}$ Muestra del tumbo serrano provenientes de Chile y Vasco et al (2008) obtuvo un 70 $\mu\text{mol Equ. Trolox/g}$ muestra del tumbo serrano provenientes de Ecuador.

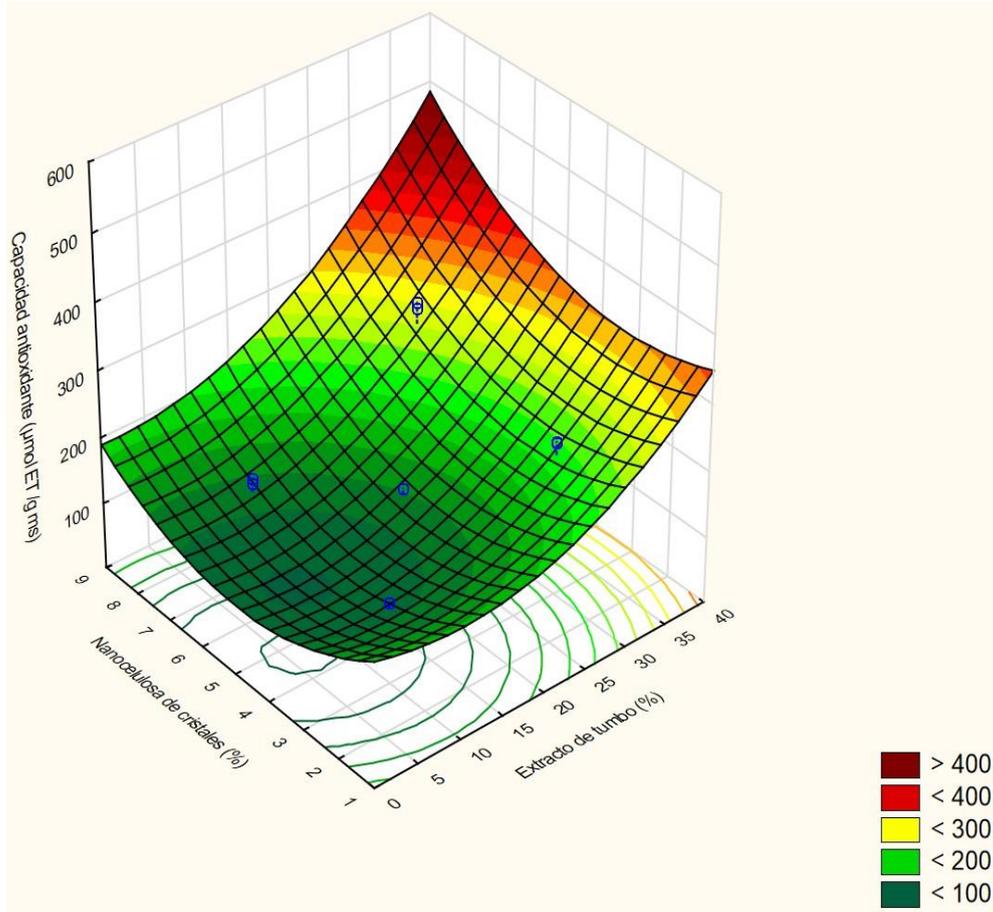


Figura 22. Superficie de respuesta de cuantificación de antioxidantes

Con respecto a los factores cuadráticos, estos se consideran en un diseño de planificación con la finalidad de incrementar la curvatura de la superficie, para ubicar los puntos de máximo y mínimo. Para la variable de respuesta de capacidad antioxidante los factores fueron significativos, lo que indica que existe una región de valores mínimos y máximos en la superficie de respuesta (Figura 22). En esta región se puede notar un incremento en la capacidad antioxidante cuando los valores de nanocelulosa y extracto de tumbo son altos.

El modelo cuadrático que relaciona la variable respuesta de capacidad antioxidante con las variables independientes de nanocelulosa y extracto de tumbo, se presenta en la ecuación (31).

$$\text{Cap. antioxidante} = 233.27 - 4.55E + 0.204E^2 - 51.38N + 5.16N^2 + 0.4182EN \quad \text{Ecuación (31)}$$

Donde:

E: Extracto de tumbo (%)

N: Nanocelulosa de cristales (%)

Investigadores coinciden que, a mayor concentración de fuentes de antioxidante en la matriz polimérica, mayor será el contenido de compuestos fenólicos y por lo tanto mayor su capacidad antioxidante. Siripatrawan y Vitchayakitti (2016) reportaron que el contenido de compuestos fenólicos totales y su capacidad antioxidante en películas basados en quitosano, incrementaban a medida que la concentración del propóleo se incrementaba. Datos similares reportaron al analizar la oxidación de los aceites en películas con diferentes concentraciones de agentes antioxidantes (extracto de frutas), Reis (2011) menciona que observo un menor incremento del índice de peróxido en el aceite de palma envasado en films que contenían una mayor concentración de pulpa de Mango y Erva-mate (agentes antioxidantes naturales). de Santana, Machado, Da Silva, Nunes y Druzian (2013) también indican que cuanto mayor es la concentración de ucurum (fuente antioxidante natural), el incremento del índice de peróxidos es menor. Andrade et al (2015) mencionan que el índice de peróxidos del aceite de palma envasados en películas activas, analizados por un periodo de tiempo de 40 días disminuyo en un 80 y 65 % para una concentración del 20 % de pulpa de mango y acerola respectivamente.

Por otro lado, en la Figura 21 y 22 también se observa que cuanto mayor sea la concentración de nanocelulosa en la matriz polimérica, se obtiene mayor contenido de compuestos fenólicos totales y capacidad antioxidante, este efecto probablemente se deba al contenido de lignina residual en los nanocristales de celulosa, ya que según García, Toledano, Andrés y Labidi (2010) la lignina es un compuesto que tiene una estructura

aromática, esta estructura hace que la lignina pueda ser utilizado como fuente de varios productos fenólicos. Además, debido a su alto contenido de diversos grupos funcionales como hidroxilos fenólicos y alifáticos, carbonilos y carboxilos, etc., y su estructura fenilpropanina puede actuar como neutralizante o inhibidor en los procesos oxidativos. Sin embargo, el contenido de compuestos fenólicos y su actividad antirradical de la lignina dependerá en gran manera del material lignocelulosica del que provenga. Encontrando este autor desde 14 hasta 22 mgAG/100g lignina de compuesto fenólicos para diferentes muestras de lignina.

Así mismo se observó que la adición de ambos factores (extracto de tumbo y nanocelulosa) tienen un efecto positivo en el contenido de compuestos fenólicos como su capacidad antioxidante. Según Montes et al (2017) este efecto se debe a la sinergia entre el extracto de tumbo serrano y la nanocelulosa, ya que este investigador también encontró que la nanocelulosa en combinación con poliacidolactico tuvo un efecto sinérgico positivo en la capacidad antioxidante.

4.4.5. Calorimetría diferencial de barrido

En la Figura 23 se muestra los resultados de calorimetría diferencial de barrido (DSC) del mejor tratamiento de las películas biodegradables, se puede observar que el T_i (temperatura de inicio de fusión) es 62.4°C , T_p (temperatura de fusión) 128.87°C , T_f (temperatura de degradación) 175°C y ΔH (Variación de entalpia) 412. Alfredo, Noé, de la Paz y Ángel (2013) mencionan que de 90°C a 206°C debe ser el aumento de degradación, esto favorece a la cristalinización, indicando que a mayor cristalinidad hace que las películas sean más resistentes, sin embargo, un polímero totalmente cristalino sería también demasiado quebradizo. por lo que recomienda que una película debe de tener un punto de fusión de 135°C . Es importante recalcar que a 438°C de punto pico (punto de fusión) puede tener baja intensidad lo cual puede significar que no es en su totalidad

material cristalina.

Aviles (2006) tuvo similares resultados donde observo su punto pico a los 118°C, Naranjo et al (2016) al analizar las películas con nanocelulosa de agave salmiana obtuvieron un pico de 110.73 °C y un punto de degradación de 200 °C y una segunda degradación a los 400 °C. Souza (2011) obtuvo una T_i 39.10, T_p 102.30 y ΔH 406.0.

Por otro lado, el tiempo de almacenamiento de las películas puede afectar el punto de gelificación y la cristalinidad, para la confirmación del índice de cristalinidad se verifica con el análisis de difracción de rayos X. (Antonio et al., 2016).

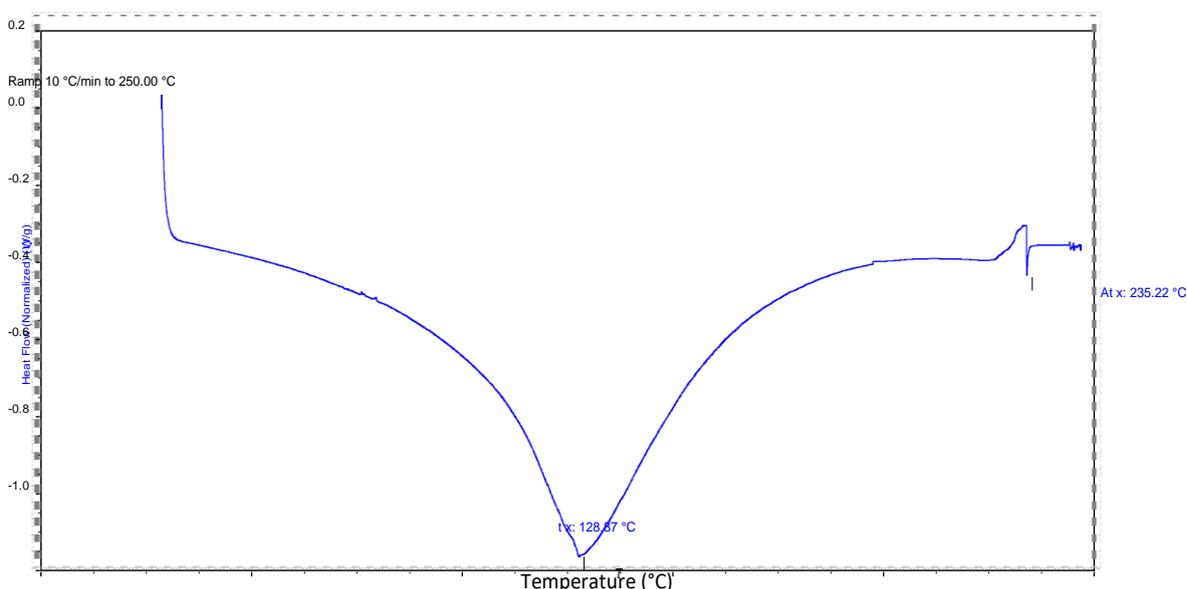


Figura 23. Análisis de Calorimetría electrónica de barrido de las películas.

4.4.6. Difracción de rayos-X

El difractograma del mejor tratamiento de la película se muestra en la Figura 24, en ella se puede observar claramente cuatro picos a los 5.94°, 16.93, 19.68° y 21.91° 2θ y con un índice de cristalinidad de 67.69%. Según Angellier et al (2006) los picos de magnitud fuerte entre los 5.6° y 17.1° 2θ son características del patrón de cristalinidad de los almidones de tipo B. Lisdayana, Fahma, Sunarti y Iriani (2018) también mencionan que el pico de difracción alrededor de 16.7° 2θ es característico de la recristalización de la

amilopectina (cristalización de tipo B), por lo tanto, cabe mencionar que la cristalinidad del almidón se conservó al menos un poco durante el procesamiento. Por otro lado, los picos que se encuentran en los 19.68° y $21.91^\circ 2\theta$ pertenecen a la nanocelulosa, lo que significa que la cristalinidad de la nanocelulosa también se mantuvo durante el procesamiento, además se puede aludir que gran parte de la cristalinidad del nanocompuesto se debe a la nanocelulosa ya que los picos tienen una gran amplitud de área.

Agustin et al (2014) indican que los materiales cristalinos tienen una alta rigidez y por consiguiente la adición de estos en una matriz polimérica incrementa sus propiedades mecánicas y de PVA. Efectivamente en la Tabla 7 y 12 se muestran que las películas tuvieron buenas propiedades mecánicas como de PVA.

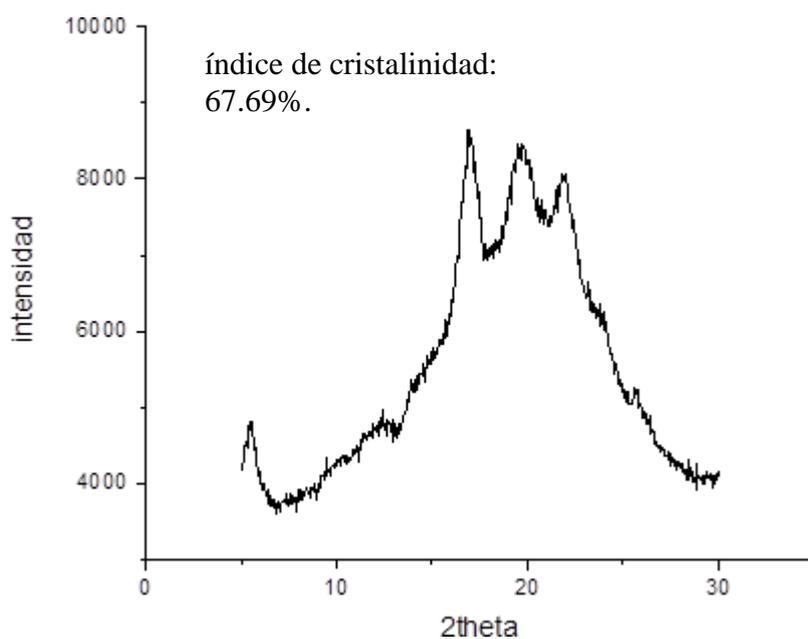


Figura 24. Difracción de rayos-X

4.4.7. Microscopia electrónica de barrido

En la Figura 25 se muestran las imágenes de SEM para el mejor tratamiento de película (5% de nanocelulosa y 5.86% de extracto de tumbo), en dichas imágenes se pueden observar claramente que las partículas de nanocelulosa tienen una distribución

homogénea sin aglomeraciones en la matriz polimérica, y ellas aparecen en forma de tubos o varillas.

La distribución homogénea de la nanocelulosa se debe a su gran área superficial y a la red de enlaces de hidrogeno interfibrilares dentro de la matriz polimérica. Este último fenómeno que resulta a partir de la eliminación del agua del gel resultando así películas rígidas y fuertes (Ilyas, Sapuan, Ishak, Zainudin y Atikah, 2018). Otro factor por la que las partículas de nanocelulosa tiene una buena exfoliación en la matriz del almidón es por la similitud química que existe entre ambas moléculas (Slavutsky y Bertuzzi, 2014). Por otro lado, Lisdayana et al (2018) y Savadekar y Mhaske (2012) mencionan que el tamaño del almidón juega un papel muy importante en la homogeneidad de los nanocompuestos reforzados con nanocelulosa, siendo así que tamaños menores a $100\ \mu\text{m}$ tienen una buena contribución en el aumento de la homogeneidad, los tamaños de los gránulos del almidón de tunta analizados en este trabajo son menores a los $100\ \mu\text{m}$. Una buena distribución de la nanocelulosa dentro de la matriz polimérica es clave para tener buenas propiedades generalmente la de tracción.

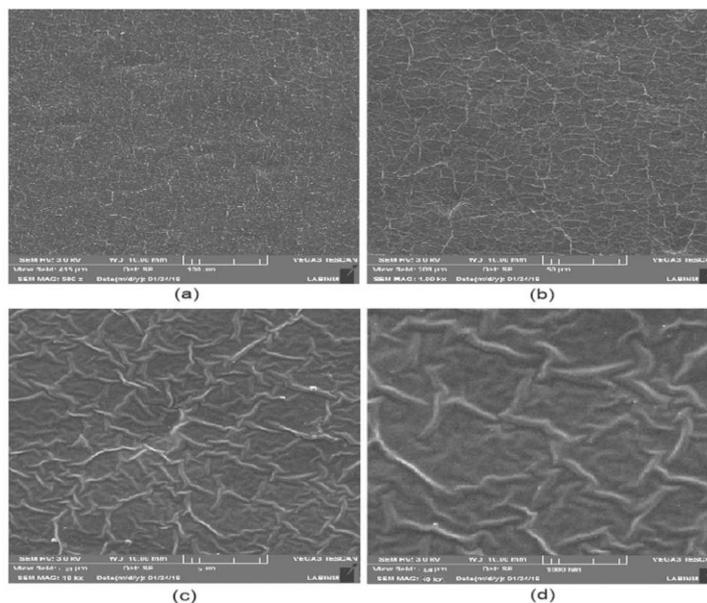


Figura 25. Microscopia electrónica de barrido de la película nanobiocompuesto

CAPÍTULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

Se obtuvo nanocelulosa a partir de tallos de quinua, con una forma característica de las nanocelulosas (forma de varilla), con un tamaño de 90.5nm y un índice de cristalinidad del 89.5%.

El almidón nativo de tunta (*Solanum tuberosum*) obtenido presentó un 10.57 % de humedad, 0.33 % de ceniza, 0.81 % de proteína, 0.23% de grasa y 89.17% de carbohidratos, el contenido de amilosa fue de 14.30 % y de amilopectina 84.46 %, las propiedades tecnofuncionales en cuanto al índice de solubilidad, índice de absorción de agua y poder de hinchamiento fueron 1.46 %, 6.57 y 6.49 respectivamente. Microscópicamente se observaron que los gránulos de almidón tenían formas esféricas de tamaños de 8.5 μm a 19.73 μm y elípticas de 26.71 μm a 51.10 μm . El análisis de las propiedades térmicas mostró que la temperatura de gelatinización del almidón es a los 68.59°C. Por último, presentó un patrón de difracción de rayos-X de tipo B, característico de los almidones de tubérculos, con un índice de cristalinidad de 38.72 %.

El extracto de tumbo presentó 3411 mgAG/100 ml de extracto de compuestos fenólicos y una capacidad antioxidante de 255.10 $\mu\text{mol ET/ml}$ de extracto. Fisicoquímicamente el extracto presentó un pH de 3.56, 2.53% de Acidez titulable, 10.5 °Brix y 4.15 de índice de madurez.

Se obtuvo películas bionanocompuestos con una fuerza de ruptura entre 1.33 a 6.09 MPa, elongación entre 37.10 a 93.66 %. índice de solubilidad entre 25.34 a 35.91%, permeabilidad al vapor de agua que varía de 6.70×10^{-11} a 21.81×10^{-11} $\text{gH}_2\text{O.mm/S.pa.m}^2$, compuestos fenólicos de 784 mg AG/100 g película a 4491.45 mg AG/100 g película y capacidad antioxidante de 88.17 $\mu\text{mol ET/g}$ película a 289.50 $\mu\text{mol ET/g}$ película.

Las propiedades morfológicas, térmicas y estructurales fueron analizadas al

tratamiento óptimo (T5). Esta película morfológicamente mostró una distribución homogénea de la nanocelulosa en la matriz polimérica, con respecto a las propiedades térmicas la temperatura de fusión de la película fue de 118°C y el índice de cristalinidad fue del 67.69%.

5.2. Recomendaciones

En la presente investigación realizada permite hacer las siguientes recomendaciones, según los análisis realizados y los resultados obtenidos y hay aspectos que son necesarios a investigar.

- Estudiar el efecto reológico estacionarios e oscilatorio de las soluciones filmogénicas de las películas
- Realizar pruebas de transición de fases Tg, Tc y Tm (°C) para verificar el comportamiento de transiciones calorimétricas de la película nanocompuesto.
- Evaluar el tiempo de vida útil de las películas bionanocompuestos en alimentos oleaginosos o productos
- Evaluar la actividad antimicrobiana de la película a base del almidón de tunta.

REFERENCIAS

- A.O.A.C. (2005). Normas de análisis bromatológico para: Cenizas totales (923.03) Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists.
- A.O.A.C. (2005). Normas de análisis bromatológico para: Fibra cruda (985.29) Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists. Whashington.
- A.O.A.C. (2005). Normas de análisis bromatológico para: Grasas (920.39) Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists. Whashington.
- A.O.A.C. (2005). Normas de análisis bromatológico para: Humedad (925.10) Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists. Whashington.
- A.O.A.C. (2005). Normas de análisis bromatológico para: Proteínas (1920.152) Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists. Whashington.
- Agustin, M. B., Ahmmad, B., Alonzo, S. M., & Patriana, F. M. (2014). Bioplastic based on starch and cellulose nanocrystals from rice straw. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33(24), 2205-2213.
- Alcon Callejas, D. (2016). *Caracterización morfológica del tubérculo y criterios de calidad culinaria en variedades de papa amarga (Solanum juzepczukii y Solanum curtilobum) en el municipio de San Andrés de Machaca*. (Tesis de pregrado). Universidad Mayor de San Andrés, Bolivia.
- Alfredo, M. H., Noé, H. R., de la Paz, C. J., & Ángel, M. L. (2013). Estudio de la temperatura de crecimiento sobre la cristalinidad en películas delgadas de BaTiO₃. *Ingeniería, investigación y tecnología*, 14(3), 317-323.
- Alvis, A., Vélez, C. A., Villada, H. S., & Rada Mendoza, M. (2008). Análisis físico-químico y morfológico de almidones de ñame, yuca y papa y determinación de la viscosidad de las pastas. *Información Tecnológica*, 19(1), 19-28.
- Amaralian , N., Annamalai, P. K., Memmott, P., & Martin, D. J. (2015). Isolation of cellulose nanofibrils from *Trioda pungens* via differents mechanical methods. *Cellulose*, 22(4), 2483-2498.

- Anchundia, K., Santacruz, S., & Coloma, J. (2016). Caracterización física de películas comestibles a base de cáscara de plátano (*Musa Paradisiaca*). *Revista chilena de nutrición*, 43(4), 394-399.
- Anderson, R. A. (1982). Water absorption and solubility and amylograph characteristics of roll-cooked small grain products. *Cereal Chem*, 59(4), 265-269.
- Andrade, D. E., Costa, S. S., Santos Cruz, L., Bramont, W. B., Costa, S. A., Druzian, F. F., & Machado, B. A. (2015). Caracterização e avaliação das propriedades antioxidantes de filmes biodegradáveis incorporados com polpas de frutas tropicais. *Ciencia rural*, 45(1), 142-149.
- Angellier, H., Molina Boisseau, S., Dole, P., & Dufresne, A. (2006). Thermoplastic starch– waxy maize starch nanocrystals nanocomposites. *Biomacromolecules*, 7(2), 531-539.
- Antonio, R., Gonzalez, O., Hernandez, M., Alberto, C., Pereira, P., & M., V. (2016). Películas biodegradables a base de almidón: propiedades mecánicas, funcionales y biodegradación. *Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 7(1), 65-93.
- Araujo Farro, P. C. (2008). *Desenvolvimento de filmes biodegradaveis a partir de derivados do grão de quinoa (Chenopodium quinoa Willdenow) da variedade "Real"*. (Tesis de Maestría). Universidad Campinas., Sao Paulo, Brasil.
- Arévalo Alvarenga, V. L., Azucena Peña, G. A., & Laínez Amaya, S. E. (2018). “*Formulación y caracterización de una biopelícula comestible elaborada a partir de almidón de sorgo (Sorghum Bicolor (L.) Moench) y yuca (Manihot Esculenta)*”. (Tesis de pregrado). Universidad de el Salvador, San Salvador.
- Aristizábal, J., & Sánchez, T. (2007). *Guía técnica para producción y análisis de almidón de yuca* (Vol. 163). Italia: Boletín de servicios agrícolas de la FAO.
- Astilleros Rosas, N. (2017). *Evaluación de la biodegradación en el suelo de películas elaboradas con mezclas de almidón de sorgo*. (Tesis de Maestría). Instituto Politécnico Nacional, Yautepec, Morelos.
- ASTM. (1992). Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting Standard. D882-91. ASTM, annual book of ASTM. Philadelphia ASTM. 162–170.

- ASTM Standard E96/E96M-05, ASTM. (2005). Standard test method for water vapor transmission of material. West Conshohocken, PA: ASTM International. doi:doi:10.1520/ E0096_E0096M-05. www.ESc.org/Standards.
- Avila Sosa, R., & López Malo, A. (2008). Aplicación de sustancias antimicrobianas a películas y recubrimientos comestibles. *Temas selectos de ingeniería de alimentos.*, 2(2), 4-13.
- Aviles, G. R. (2006). Obtención y caracterización de un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca. *Ingeniería y ciencia*, 2(4), 5-28.
- Ayala Peñafiel, C. M. (2016). *Evaluación de la reducción química de montmorillonita como parte del proceso de obtención de nanoarcillas organofílicas*. (Tesis de pregrado). Escuela Politécnica Nacional, Quito.
- Barros, N. B., Scarminio, I. S., & Bruns, R. E. (2001). Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. *Campinas: Unicamp*.
- Bolio López, G. I., Valdez Gonzalez, A., Veleza, L., & Andreeva, A. (2011). Whiskers de celulosa a partir de residuos agroindustriales de banano: Obtención y caracterización. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 10(2), 291-299.
- Bulón, A., Colonna, P., Planchot, V., & Ball, S. (1998). Starch granules: structure and biosynthesis. *International journal of biological macromolecules*, 23(2), 85-112.
- Calsina Cuchurumi, F. G. (2015). *Digestibilidad y valor energético de residuos de quinua "JIPI" en cuyes*. (Tesis de pregrado). Universidad Nacional del Altiplano, Puno, Perú.
- Cardenas Orihuela, P. E., & Huaman Valle, M. A. (2015). *Evaluación de tipo de encapsulante y temperatura de aire de secado por atomización en el contenido de ácido ascórbico, carotenoides totales y capacidad antioxidante de Tumbo (Passiflora mollissima L.)*. (Tesis de pregrado). Universidad Nacional del Centro del Perú, Huancayo, Perú.
- Carchi Maurat, D. E. (2014). *Aprovechamiento de los residuos agrícolas provenientes del cultivo de banano para obtener nanocelulosa*. (Tesis de pregrado). Universidad de Cuenca, Cuenca.
- Carvalho, D. d., Pereira Takeuchi, K., Geraldine, R. M., Moura, C. J., & Araujo Silveira, M. F. (2017).

- Filme ativo de acetato de celulose incorporado com nanosuspensão de curcumina. *Polímeros*, 27, 70-76.
- Chambi Quispe, G., & Cancapa Caceres, V. (2012). *Determinación de parámetros del equipo refinador de pasta para la obtención de papel kraft a partir de tallos de quinua (chenopodium quinoa willd.)*. (Tesis pre-grado). Universidad Nacional Del Altiplano, Puno.
- Chen, W. J., Gu, J., & Xu, S. H. (2014). Exploring nanocrystalline cellulose as a green alternative of carbon black in natural rubber/butadiene rubber/styrene-butadiene rubber blends. *eXPRESS Polymer Letters*, 8(9), 659-668.
- Coutinho, F., Mello, I. L., & Santa Maria, L. C. (2003). Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações. *Polímeros*, 13(1), 1.13.
- de Moraes Teixeira, E., Corrêa, A. C., Manzoli, A., Lima Leite, F., Ribeiro de Oliveira, C., & Capparelli Mattoso, L. H. (2010). Cellulose nanofibers from white and naturally colored cotton fibers. *Cellulose*, 17, 595-606.
- de Santana, M. C., Machado, B. A., da Silva, T. D., Nunes, I. L., & Druzian, J. I. (2013). Incorporação de urucum como aditivo antioxidante em embalagens biodegradáveis a base de quitosana. *Ciencia Rural*, 43(3), 544-550.
- Dobrucka, R., & Cierpiszewski, R. (2014). Active And Intelligent Packaging Food – Research And Development – A Review. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 64(1), 7-15.
- Escobar, D., Sala, A., Silvera, C., & Harsipe, R. (2009). Películas biodegradables y comestibles desarrolladas en base a aislado de proteínas de suero lácteo: estudio de dos métodos de elaboración y del uso de sorbato de potasio como conservador. *Laboratorio tecnologico del Uruguay*, 4, 33-36.
- Flores Farias, S. (2004). *Obtención de almidón con tamaño de partícula reducido mediante pulverizado mezclado con alta energía*. (Tesis de Maestría). Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, Mexico DF, Mexico.
- García, A., Toledano, A., Andrés, M. Á., & Labidi, J. (2010). Study of the antioxidant capacity of

- Miscanthus sinensis lignins. *Process Biochemistry*, 45(6), 935-940.
- Granados C, C., Guzman C, L. E., Avecedo C, D., Díaz M, M., & Herrera A, A. (2014). Propiedades funcionales del almidon de sagu (*maranta arundinacea*). *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 12(2), 90-96.
- Granda Restrepo, D., Medina Pineda, Y., Culebras Rubio, M., & Gomez Clari, C. (2014). Desarrollo y caracterización de una película activa biodegradable con antioxidante (Alfa-Tocoferol) a partir de las proteínas del lactosuero. *VITAE, Revista de la Facultad de Química Farmacéutica*, 21(1), 11-19.
- Guidi, A., Esprella, R., Aguilera, J., & Devaux, A. (2002). *Características de la Cadena Agroalimentaria de Chuño y Tunta para el Altiplano Central de Bolivia*. Cochabamba - Bolivia: Fundación PROINPA.
- Gunaratne, A., & Hoover, R. (2002). Effect of heat–moisture treatment on the structure and physicochemical properties of tuber and root starches. *Carbohydrate Polymers*, 49(4), 425-437.
- Gutiérrez Pulido, H., & De la vara Salazar, R. (2008). *Análisis y diseño de experimentos* (Vol. Segunda Edicion.). México: Editorial. McGraw-Hill/Interamericana editores, S.A de C.V.
- Hernandez Medina, M., Torruco Uco, J. G., Chel Guerrero, L., & Betancur Ancona, D. (2008). Caracterización fisicoquímica de almidones de tubérculos cultivados en Yucatán, México. *Ciênc. Tecnol. Aliment*, 28(3), 718-726.
- Hernandez Cabrera, K. A. (2016). *Formulación y Caracterización de Películas Comestibles de Almidón de Papa Nativo y Modificado*. (Tesis Doctoral). Universidad Veracruzana, Xalapa de Enríquez-Veracruz, México.
- Herrera, M., Sinche, L., & Bonilla, O. (2019). Obtención de nanocelulosa a partir de celulosa de puntas de abacá. *AFINIDAD LXXVI*, 586, 123-131.
- Hetzer, M., & De Kee, D. (2008). Wood/polymer/nanoclay composites, environmentally friendly sustainable technology: A review. *Chemical Engineering Research and Design*, 86(10), 1083-

1093.

- Hoover, R. (2001). Composition, molecular structure, and physicochemical properties of tuber and root starches: a review. *Carbohydrate Polymers*, 45(3), 253-267.
- Ilyas, R. A., Sapuan, S. M., Ishak, M. R., Zainudin, E. S., & Atikah, M. S. (2018). Nanocellulose reinforced starch polymer composites: A review of preparation, properties and application. In *Proceeding. 5th International Conference on Applied Sciences and Engineering (ICASEA, 2018)*, 325-341.
- Inocente Camones, M. A. (2015). *Diseño e implementación de una cadena de valor viable y sostenible para productos alimenticios y cosméticos elaborados con extractos estabilizados de Passiflora mollissima L. (tumbo serrano)*. (Tesis de Maestría). Universidad Nacional Mayor de San Marcos., Lima, Perú.
- Jiang, S., Liu, C., Wang, X., Xiong, L., & Sun, Q. (2016). Physicochemical properties of starch nanocomposite films enhanced by self-assembled potato starch nanoparticles. *LWT-Food Science and Technology*, 69, 251-257.
- Joaqui, D. F., & Castillo, H. S. (2013). propiedades ópticas y permeabilidad de vapor de agua en películas producidas a partir de almidón. *Bioteología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, 11(1), 59-68.
- Joshi, P., Mandot, A., & Patel, B. (2018). Enzymatic extraction of nano cellulose from banana stem: morphological, structural and thermal characterization. *Scholars Research Library*, 8(1), 1-11.
- Juntaro, J., Pommet, M., Mantalaris, A., Shaffer, M., & Bismarck, A. (2007). Nanocellulose enhanced interfaces in truly green unidirectional fibre reinforced composites. *Composite Interfaces*, 14(7-9), 53-762.
- Lagos, P. W. (2016). *Comparación de la Cinética de Gelatinización de Almidón de Papa Mediante: DSC y Microscopía de Luz Polarizada*. (Tesis Doctoral). Universidad Austral de Chile. Valdivia – Chile .
- Lazo, J. C., Navarro, A. E., Sun-Kou, M. R., & Llanos, B. P. (2008). Síntesis y caracterización de

- arcillas organofílicas y su aplicación como adsorbentes del fenol. *Rev. Soc. Quim. Perú.*, 74(1), 3-19.
- Lendvai, L., Karger Kocsis, J., Kmetty, Á., & Drakopoulos, S. X. (2016). Production and characterization of microfibrillated cellulose-reinforced thermoplastic starch composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(2).
- León Toanpanta, G. P. (2016). *Obtención de una base deshidratada a partir de pulpa de taxo (Passiflora mollissima) conservando carotenos y compuestos fenólicos.* (Tesis pre-grado). Escuela Politécnica Nacional, Quito.
- Lipa Sosa, Y., & Maquera Ccalle, M. N. (2013). *Hidrolisis enzimática del almidón de chuño y tunta para la obtención de jarabe de glucosa.* (Tesis pre-grado). Universidad Nacional del Altiplano, Puno, Perú.
- Lisdayana, N., Fahma, F., Sunarti, T. C., & Iriani, E. S. (2018). Thermoplastic starch–PVA nanocomposite films reinforced with nanocellulose from oil palm empty fruit bunches (OPEFBs). *Journal of Natural Fibers*, 1-12.
- Lívia Cássia, V., Potulski, D. C., Muniz de Bolzon, G. I., Sulato de Andrade, A., & Lopes da Silva, E. (2018). Nanofibrillated cellulose as an additive for recycled paper. *CERNE*, 24(2), 140-148.
- Lopes da Silva, M. d., Santos, L., & Choupina, A. (2015). A extrusão em tecnologia alimentar: tipos, vantagens e equipamentos. *Revista de Ciências Agrárias*, 38(1), 3-10.
- Louli, V., Ragoussis, N., & Magoulas, K. (2004). Recovery of phenolic antioxidants from wine industry by-products. *Bioresource technology*, 92(2), 201-208.
- Ma Xiaofei, Yu, J., He, K., & Wang, N. (2007). The effects of different plasticizers on the properties of thermoplastic starch as solid polymer electrolytes, *Macromol. Macromolecurar Materiales and Engineering*, 292(4), 503-510.
- Ma, P. C., Siddiqui, N. A., Maron, G., & Kim, J. K. (2010). Dispersion and functionalization of carbon nanotubes for polymer-based nanocomposites: A review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41, 1345-1367.

- Ma, X., & Yu, J. (2004). Formamide as the plasticizer for thermoplastic starch. *Journal of Applied Polymer Science*, 93(4), 1769-1773.
- Machado, B. A., Reis, J. H., Cruz, L. S., Leal, I. L., Azevedo, J. B., Barbosa, J. D., & Druzian, J. I. (2017). Characterization of cassava starch films plasticized with glycerol and strengthened with nanocellulose from green coconut fibers. *Afr. J. Biotechnol*, 16, 1567-1578.
- Machado, B. A., Reis, J. H., Silva, J. B., Cruz, L. S., Nunes, I. L., Pereira, F. V., & Druzian, J. L. (2014). Obtenção de nanocelulose da fibra de coco verde e incorporação em filmes biodegradáveis de amido plastificados com glicerol. *Quim. Nova.*, 37(8), 1275-1282.
- Mali, S., Grossmann, M. V., García, M. A., Martino, M. N., & Zaritzky, N. E. (2005). Mechanical and thermal properties of yam starch films. *Food Hydrocolloids*, 19(1), 157-164.
- Mancera García, K. M. (2017). *Diseño y optimización multicriterio de procesos de fabricación, mediante extrusión de nanocompositos con base en polímeros reciclados reforzados con nanocelulosa cristalina*. (Tesis Doctoral). Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., San Luis de Potosí.
- Mandal, A., & Chakrabarty, D. (2011). Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization. *Carbohydrate Polymers*, 86(3), 1291-1299.
- Maquera, E., Rosas, N., Debut, A., & Guerrero, V. H. (2015). Síntesis y caracterización de nanopartículas de dióxido de titanio obtenidas por el método de sol-gel. *Revista Politécnica*, 36(3), 3-11.
- Martínez Tenorio, Y., & López Malo Vigil, A. (2011). Envases activos con agentes antimicrobianos y su aplicación en los alimentos. *Temas selectos de Ingeniería de Alimentos*, 5(2), 1-12.
- Martínez, P., Málaga, A., Betalleluz, I., Ibarz, I., & Velezmoro, C. (2015). Caracterización funcional de almidones nativos obtenidos de papas (*Solanum phureja*) nativas peruanas. *Scientia Agropecuaria*, 6(4), 291-301.
- Maximow, S. (2008). *Análisis calorímetro y de difracción de rayos x de aleaciones base cobre, obtenidas por aleado mecánico*. (Tesis Doctoral), Tesis de Ingeniero Civil Mecánico.

Universidad de Chile, Santiago.

- Medina, J. A., & Salas, J. C. (2008). Caracterización morfológica del gránulo de almidón nativo: Apariencia, forma, tamaño y su distribución. *Revista de Ingeniería*, 1(27), 56-62.
- Melian Subiabre, D. E. (2010). *Ensayo comparativo de dos metodologías de extracción de almidón de papa usando muestras de diez variedades nativas de chiloé y dos variedades comerciales*. (Tesis pre-grado). Universidad Austral de Chile., Valdivia – Chile.
- Mendoza Vargas, L. P., & Jimenez Forero, J. A. (2018). Efecto de inclusión de anticoagulantes durante el beneficio de *Hevea brasiliensis*; (Willd. ex A.Juss.) Müll.Arg. *Comlombia Forestal*, 21(1), 91-101.
- Miranda Villa, P. P., Marrugo Ligardo, Y. A., & Montero Castillo, P. M. (2013). Caracterización funcional del almidón de fríjol zaragoza (*Phaseolus Lunatus L.*) y cuantificación de su almidón resistente. *Tecno.Lógicas*, 30, 17-32.
- Mishra, S., & Rai, T. (2006). Morphology and functional properties of corn, potato and tapioca starches. *Food Hydrocolloids*, 20(5), 557-566.
- Montes Hernández, A. I., Oropeza González, R. A., Padrón Pereira, C. A., Araya Quesada, Y., Wexler Georing, L., & Cubero Castillo, E. M. (2017). Películas biodegradables con propiedades bioactivas. *Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos.*, 8(1), 57-89.
- Montgomery, D. C. (2004). *Diseño y análisis de experimentos* (Vol. Segunda edición). México: Editorial. Limusa, S.A. de C.V. Grupo noriega editores.
- Mullen, K., & Ennis, D. M. (1979). Rotatable designs in product development. *Food Technology (USA)*.
- Muñoz Jauregui, A. M., Ramos Escudero, D. F., Alvarado Ortiz Ureta, C., & Castañeda Castañeda, B. (2007). Evaluación de la capacidad antioxidante y contenido de compuestos fenólicos en recursos vegetales promisorios. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 73(3), 142-149.
- Naranjo, C. D., Alamilla Beltrán, L., Gutiérrez Lopez, G. F., Terres Rojas, E., Solorza Feria, J., Romeo Vargas, S., & Mora Escobedo, R. (2016). Aislamiento y caracterización de celulosas

- obtenidas de fibras de Agave salmiana aplicando dos métodos de extracción ácido-alcáli. *Revista mexicana de ciencias agrícolas*, 7(1), 31-43.
- Nasution, H., Yurnaliza, Veronicha, Irmadani, & Sitompul, S. (2017). Preparation and characterization of cellulose microcrystalline (mcc) from fiber of empty fruit bunch palm oil. *IOP Conf. Series: Materials science and engineering*, 180, 2-8.
- Nuruddin, M., Hosur, M., Uddin, M., Baah, D., & Jeelani, S. (2015). A novel approach for extracting cellulose nanofibers from lignocellulosic biomass by ball milling combined with chemical treatment. *Journal of applied polymer science*, 133(9), 1-10.
- Ochoa Ospina, C. I., Sepúlveda Valencial, J. U., Maldonado, M. E., Zapata Acosta, K., & Rojano, B. A. (2014). Propiedades antioxidantes de extractos de curuba (*Passiflora mollissima* Bailey) en crema de leche. *Perspectivas En Nutrición Humana*, 16(2), 186-199.
- Oliveira de Moraes, J. (2009). *Propiedades de filmes de amido incorporados de nanoargilas e fibras de celulose*. (Tesis de Maestría). Universidad Federal de Santa Catarina, Florianópolis-SC.
- Ordoñez Neyra, E. 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*)*. (Tesis pre-grado). Universidad Nacional del Altiplano, Puno.
- Oropeza Noruega, D. C. (2006). *Aplicación de diseño central compuesto para la formulación de un néctar a base de melón, parchita y limón*. (Tesis de Maestría). Universidad Simón Bolívar.
- Pardo, O. H., Castañeda, J. C., & Ortiz, C. A. (2013). Caracterización estructural y térmica de almidones provenientes de diferentes variedades de papa. *Acta Agronómica*, 62(4), 289-295.
- Park, H. M., Li, X., Jin, C. Z., Park, C. Y., Cho, W. J., & Ha, C. S. (2002). Preparation and properties of biodegradable thermoplastic starch/clay hybrids. *Macromolecular materials and Engineering*, 287(8), 553-558.
- Pastor, M. V., Costell, E., & Izquierdo, L. (1996). Optimizing Acceptability of a High Fruit-Low Sugar Peach Nectar using Aspartame and Guar Gum. *Journal of food science*, 61(4), 852-855.
- Peña Carrasco, E. F. (2017). *Extracción y caracterización físicoquímica y funcional de almidones de*

- cinco variedades de papas nativas procedentes de Ilave (Puno).* (Tesis pre-grado), Universidad Agraria la Molina, Lima. 131.
- Perazzo, K. K., de Vasconcelos Conceição, A. C., dos Santos, J. C., de Jesus Assis, D., Souza, C. O., & Druzian, J. I. (2014). Properties and antioxidant action of actives cassava starch films incorporated with green tea and palm oil extracts. *PLoS one*, 9(9).
- Plaza Villanueva, G. O. (2017). *Caracterización de la propiedades fisicoquímicas y térmicas de almidones extraídos de papa nativa (Solanum tuberosum L.), variedades "yameina blanca" y "yameina colorada". cultivadas en el distrito de Chugay, departamento de la Libertad.* (Tesis pre-grado). Universidad Nacional de Trujillo, Trujillo-Perú.
- Porras Loaiza, A. P., & López Malo, A. (2009). Importancia de los grupos fenólicos en los alimentos. *Temas selectos de ingeniería de alimentos*, 3(1), 121-134.
- Reis, L. C. (2011). *Formulação e caracterização de filmes biodegradáveis de fécula de mandioca incorporados com polpa de manga e extrato de erva-mate, e seu efeito na preservação de alimentos.* (Tesis de Maestría). Universidade Federal Da Bahia , Salvador-BA.
- Repo Carrasco, R., & Encina Zelanda, C. R. (2008). Determinación de la capacidad antioxidante y compuestos fenólicos de cereales andinos: quinua (*Chenopodium quinoa*), kañiwa (*Chenopodium pallidicaule*) y kiwicha (*Amaranthus caudatus*). *Rev. Soc. Quím. Perú*, 74(2), 85-99.
- Rivas Martínez, M. J., Ganzer, J. R., & Cosme Huertas, M. L. (2007). *Informe de Vigilancia Tecnológica madri+d “Aplicaciones actuales y futuras de los nanotubos de carbono”.* Madrid: Fundación madri+d para el Conocimiento Velázquez, 76. E-28001 Madrid.
- Rodrigues, M. I., & Iemma, A. F. (2014). Experimental design and process optimization. CRC Press. *CRC Press*.
- Rodríguez Aguilar, D. E. (2013). *Efecto de la concentración de almidones resistentes de la papa común (Solanum tuberosum) y criolla (Solanum phureja) sobre la digestibilidad de nutrientes, energía metabolizable e integridad del tracto gastrointestinal de pollos de engorde.* (Tesis de

- Maestría). Universidad Nacional de Colombia, Bogotá D.C-Colombia.
- Rodríguez Saucedo, R., Rojo Martínez, G. E., Martínez Ruiz, R., Piña Ruiz, H. H., Ramírez Valverde, B., Vaquera Huerta, H., & Cong Hermida, M. (2014). Envases inteligentes para la conservación de los alimentos. *Ra Ximhai*, 10(6), 151-173.
- Rodríguez, P., San Martín, M. E., & Gonzales de la Cruz, G. (2001). Calorimetría diferencial de barrido y rayos-x del almidón obtenido por nixtamalización fraccionada. *Superficies y Vacío*, 13, 61-65.
- Rojano, B. A., Zapata Acosta, K., & Cortes Correa, F. B. (2012). Capacidad atrapadora de radicales libres de *Passiflora mollissima* (Kunth) L. H. Bailey (curuba). *Revista Cubana de Plantas Medicinales*, 17(4), 408-419 .
- Ruland, W. (1961). X-ray determination of crystallinity and diffuse disorder scattering. *Acta Crystallographica*, 14(11), 1180-1185.
- Salas Cepeda, R. (2014). *Estudio de Materiales Nanométricos con Microscopio Electrónico de Barrido SEM*. (Tesis de maestría). Centro de Investigación en Materiales Avanzados S. C.
- Salas Pérez, L., Gaucín Delgado, J. M., Preciado Rangel, P., Fortis Hernández, M., Valenzuela García, J. R., & Ayala Garay, A. V. (2016). Efecto del ácido benzoico en la capacidad antioxidante de germinados de trigo. *Revista Mexicana de Ciencias Agrícolas*, 17, 3397-3404.
- Salas Valero, L. M. (2017). *Produção e caracterização de filmes biodegradáveis a base do pseudocereal canihua (Chenopodium pallidicaule)*. (Tesis Doctoral). Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- Sanchez Ortiz, A. (2015). *Síntesis de nanopartículas derivadas de biopolímeros extraídos de biomasa por métodos térmicos*. (Tesis de Maestría). Universidad Autónoma de Nuevo León, Nuevo León.
- Savadekar, N. R., & Mhaske, S. T. (2012). Synthesis of nano cellulose fibers and effect on thermoplastics starch based films. *Carbohydrate polymers*, 89(1), 146-151.
- Siquiera, G., Bras, J., & Dufresne, A. (2010). New process of chemical grafting of cellulose

- nanoparticles with a long chain isocyanate. *Langmuir*, 26(1), 402-411.
- Siripatrawan, U., & Vitchayakitti, W. (2016). Improving functional properties of chitosan films as active food packaging by incorporating with propolis. *Food Hydrocolloids*, 61, 695-702.
- Slavutsky, A. M., & Bertuzzi, J. M. (2014). Water barrier properties of starch films reinforced with cellulose nanocrystals obtained from sugarcane bagasse. *Carbohydrate polymers*, 110, 53-61.
- Sosiati, H., Wijayanti, D. A., Triyana, K., & Kamiel, B. (2017). Morphology and crystallinity of sisal nanocellulose after sonication. *AIP Conference Proceedings*, 1-8.
- Souza Machado, B. A. (2011). *Desenvolvimento e caracterização de filmes flexíveis de amido de mandioca com nanocelulose de coco*. (Tesis de maestría). Universidade Federal da Bahia., Salvador-Brasil.
- Souza Machado, B. A., Larroza Nunes, I., Vargas Pereira, F., & Druzian, J. I. (2012). Desenvolvimento e avaliação da eficácia de filmes biodegradáveis de amido de mandioca com nanocelulose como reforço e com extrato de erva-mate como aditivo antioxidante. *Ciencia rural*, 7 - 5.
- Souza, C. O., Silva, L. T., & Druzian, J. I. (2012). Estudo comparativo da caracterização de filmes biodegradáveis de amido de mandioca contendo polpas de manga e de acerola. *Química Nova*, 35(2), 262-267.
- Suriñach, S., Baro, M. D., Bordas, S., Clavaguera, N., & Clavaguera Mora, M. T. (1992). La calorimetría diferencial de barrido y su aplicación a la ciencia de materiales. *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.*, 31(1), 11-17.
- Tapia F, F., & Campos M, A. (2016). Boletín INIA. (329).
- Trifol Guzman, J., Sillard, C., Plackett, D., Szabo, P., Bras, J., & Daugaard, A. E. (2017). Chemically extracted nanocellulose from sisal fibres by a simple and industrially relevant process. *Cellulose*, 24(1), 107-118.
- Valenzuela V, C., & Pérez M, P. (2016). Actualización en el uso de antioxidantes naturales derivados de frutas y verduras para prolongar la vida útil de la carne y productos cárneos. *Revista*

- chilena de nutrición*, 43(2), 188-195.
- Vargas, G., Martínez, P., & Vlezmor, C. (2016). Propiedades funcionales de almidón de papa (*Solanum tuberosum*) y su modificación química por acetilación. *Scientia Agropecuaria*, 7(3), 223-230.
- Vasco, C., Ruales, J., & Kamal Eldin, A. (2008). Phenolic compounds and antioxidant capacities of major fruits from Ecuador. *Food Chemistry*, 111(4), 816-823.
- Vermeley, R., Goderis, B., & Delcour, J. A. (2006). An X-ray study of hydrothermally treated potato starch. *Carbohydrate polymers*, 64(2), 364-367.
- Wang, Y., Tian, H., & Zhang, L. (2010). Role of starch nanocrystals and cellulose whiskers in synergistic reinforcement of waterborne polyurethane. *Carbohydrate Polymers*, 80(3), 665-671.
- Yam, K. L., Takhistov, P. T., & Miltz, J. (2005). Intelligent packaging: concepts and applications. *Journal of food science*, 70(1), R1-R10.
- Zaidu, I. S., Absar, N. A., Kim, S. J., Suzuki, T., Karim, A. A., Yamauchi, H., & Nada, T. (2008). DSC study of mixtures of wheat flour and potato, sweet potato, cassava, and yam starches. *Journal of Food Engineering*, 86(1), 68-73.
- Zamudio Flores, P. B., Ochoa Reyes, E., Ornelas Paz, J., Tirado Gallegos, J. M., Bello Pérez, L. A., Rubio Ríos, A., & Cárdenas c Ortiz, C., & Loja, B. (2005). Capacidad antioxidante y principales ácidos fenólicos y flavonoides de algunos alimentos. *Horizonte Médico*, 5(2).
- Zea, J. A., & Sánchez, L. P. (2012). Estudio del contenido de fenoles y actividad antioxidante de guayaba en diferentes estados de madurez. *Acta Biológica Colombiana*, 17(3), 611-624.

ANEXOS

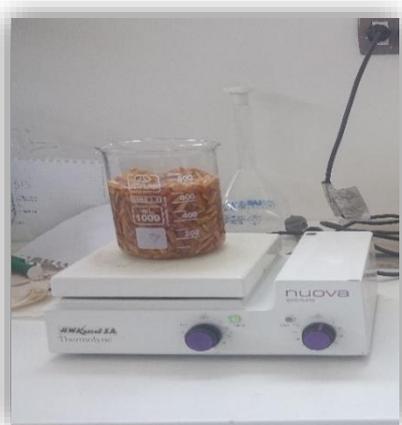
Anexo 1. Proceso de extracción de celulosa de tallo de quinua



Recopilación de la materia prima (Tallos de quinua)



Preparación para la extracción de la celulosa



Cocción de los tallos de quinua con NaOH (deslignificación)



Lavado a pH neutro



Blanqueado de la celulosa de tallos de quinua



Lavado de la celulosa de tallos de quinua llevando a pH neutro

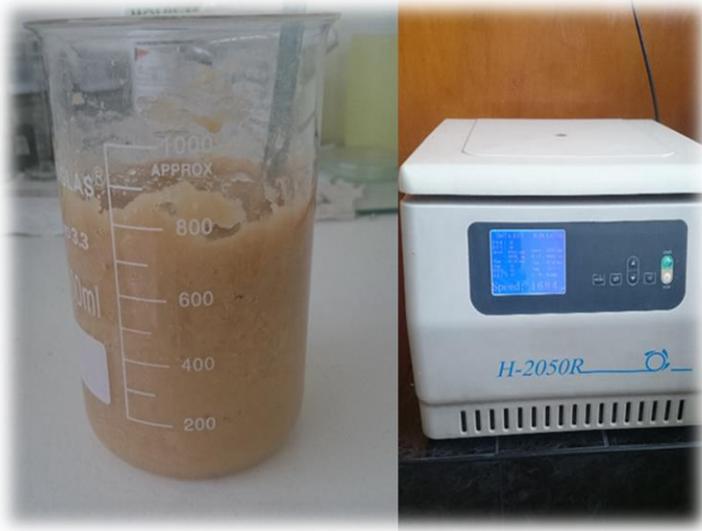


Secado de la celulosa de tallos de quinua



Molienda de la celulosa de tallos de quinua

Anexo 2. Obtención de la nanocelulosa



Hidrolisis acida y centrifugado de la nanocelulosa



Lavado a pH Neutro



Secado de la nanocelulosa



Molienda de la nanocelulosa

Anexo 3. Obtención del almidón de tunta



Tunta



Molienda de la tunta



Tamizado el almidón de tunta en una malla de 100 micras



Decantación de la tunta



Secado del almidón de tunta



Molienda del almidón de tunta



Tamizado del almidón en malla de 100 micras

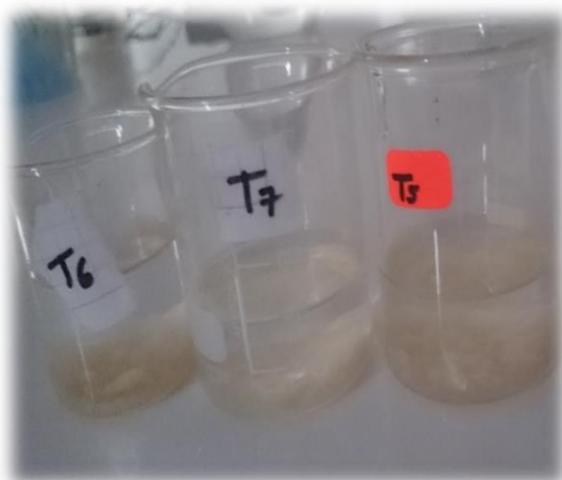


Almidón de tunta

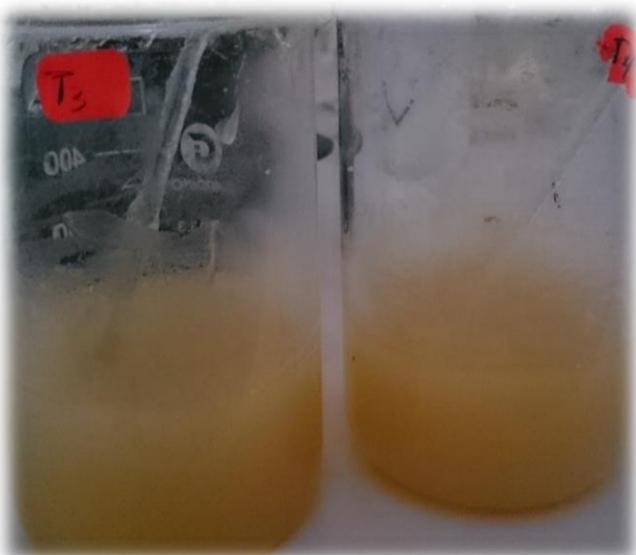
Anexo 4. Obtención de películas



Almidón



Nanocelulosa



Tumbo más glicerol



Homogenización de la película



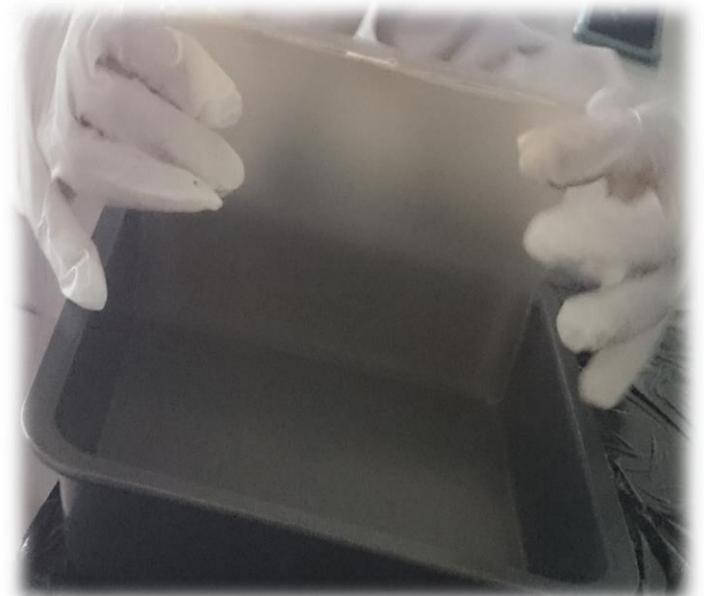
Películas



Película



Secado de películas

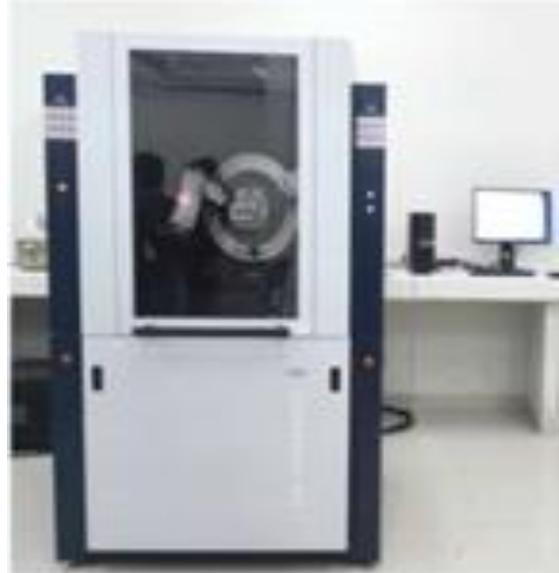


Películas

Anexo 5. Equipos



Microscopia electrónica de barrido



Difractómetro de rayos X

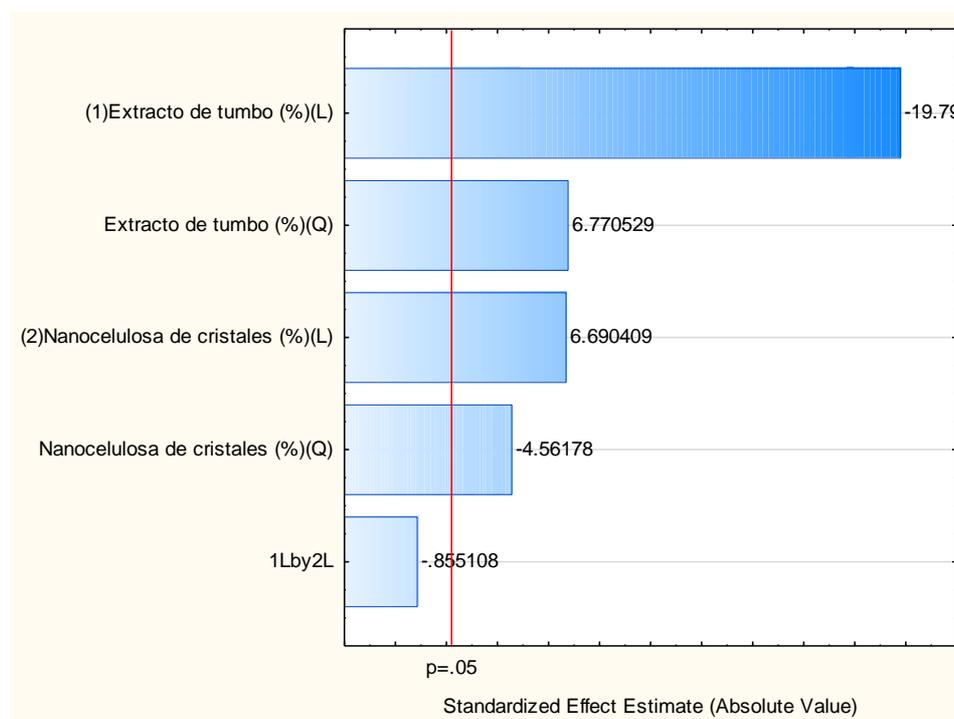


Texturómetro

Anexo 6. Coeficiente de regresión lineal de fuerza de ruptura (MPa).

FACTOR	Regres s Coef,	Std, Err	t(11)	P	(-) 95% Cnf,Limit	(+) 95% Cnf,Limit
Mean/Interc.	3.310	0.628	5.270	0.000	1.928	4.693
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	-0.263	0.032	-8.164	0.000	-0.334	-0.192
Extracto de tumbo (%) (Q)	0.004	0.000	6.770	0.000	0.003	0.005
(2) Nanocelulosa de cristales (%) (L)	0.983	0.181	5.408	0.000	0.583	1.384
Nanocelulosa de cristales (%) (Q)	-0.075	0.016	-4.561	0.000	-0.112	-0.039

Anexo 7. Gráfica de Pareto de fuerza de ruptura (MPa)

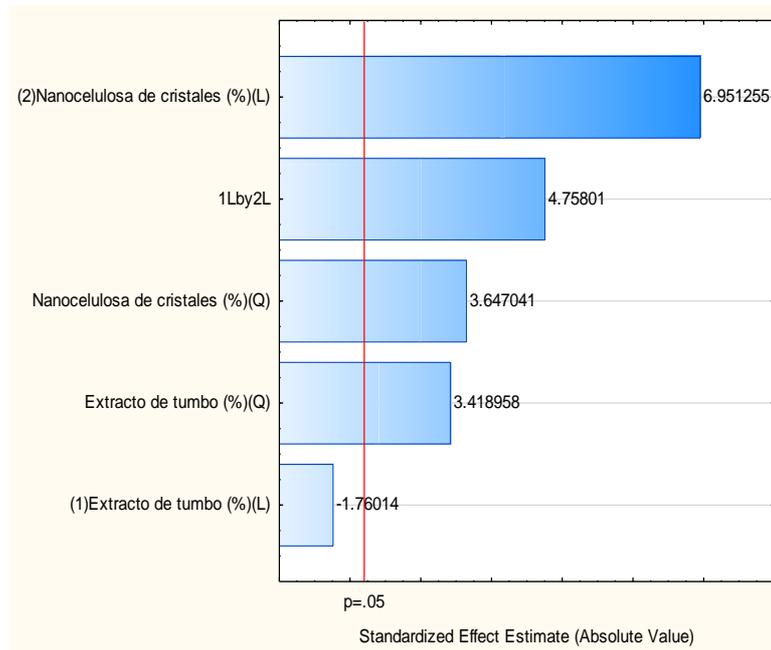


Anexo 8. Coeficiente de regresión para la fuerza de elongación (%E)

FACTOR	Regress Coef,	Std, Err	t(9)	P	(-) 95% Cnf,Limit	(+) 95% Cnf,Limit
Mean/Interc.	179.181	22.198	8.072	0.000	130.324	228.038
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	-6.497	1.141	-5.693	0.000	-9.009	-3.985
Extracto de tumbo (%) (Q)	0.080	0.023	3.419	0.006	0.029	0.132
(2) Nanocelulosa de cristales	-27.114	6.429	-4.218	0.001	-41.264	-12.965

(%)(L)						
Nanocelulosa de cristales (%)(Q)	2.135	0.585	3.647	0.004	0.847	3.423
1L by 2L	0.596	0.125	4.758	0.001	0.320	0.872

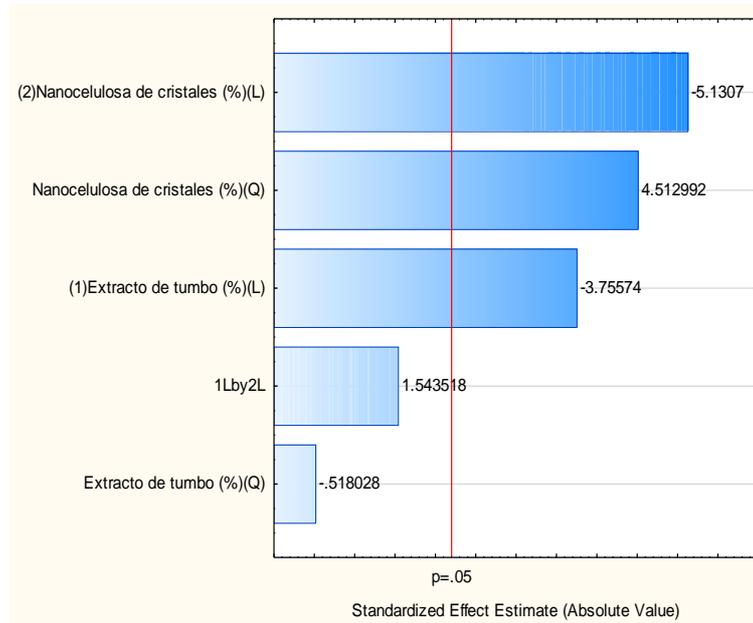
Anexo 9. Gráfica de Pareto para la fuerza elongación (%E)



Anexo 10. Coeficiente de regresión de permeabilidad al vapor de agua.

FACTOR	Regress Coef,	Std, Err	t(11)	P	(-) 95% Cnf,Limit	(+) 95% Cnf,Limit
Mean/Interc.	47.542	7.490	6.347	0.000	31.055	64.028
(1) Extracto de tumbo (%)(L)	-0.387	0.385	-1.004	0.337	-1.235	0.461
Extracto de tumbo (%)(Q)	-0.004	0.008	-0.518	0.615	-0.022	0.013
(2) Nanocelulosa de cristales (%)(L)	-11.753	2.169	-5.418	0.000	-16.527	-6.978
Nanocelulosa de cristales (%)(Q)	0.891	0.198	4.513	0.001	0.457	1.326
1L by 2L	0.065	0.042	1.544	0.151	-0.028	0.158

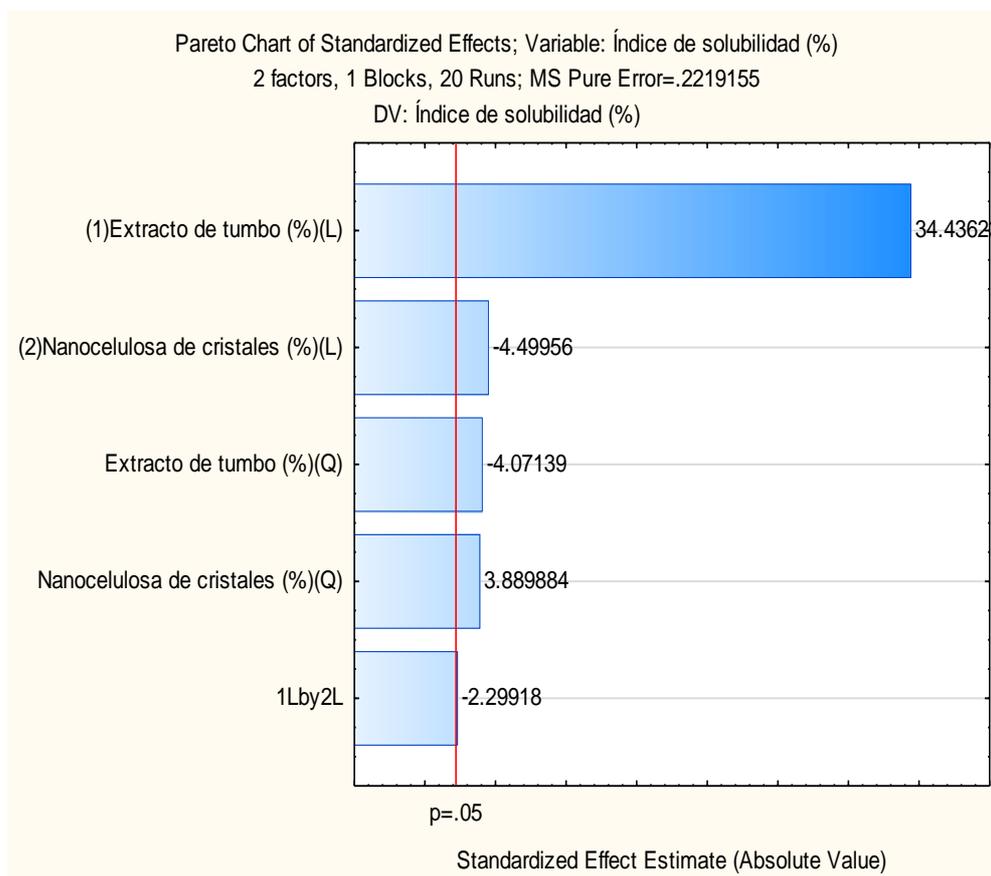
Anexo 11. Gráfica de pareto de permeabilidad al vapor de agua.



Anexo 12. Coeficiente de regresión de índice de solubilidad en agua

FACTOR	Regress Coef,	Std, Err	t(11)	P	(-) 95% Cnf,Limit	(+) 95% Cnf,Limit
Mean/Interc.	23.905	1.476	16.199	0.000	20.657	27.153
(1) Extracto de tumbo (%)(L)	0.755	0.076	9.951	0.000	0.588	0.922
Extracto de tumbo (%)(Q)	-0.006	0.002	-4.071	0.002	-0.010	-0.003
(2) Nanocelulosa de cristales (%)(L)	-1.396	0.427	-3.266	0.008	-2.336	-0.455
Nanocelulosa de cristales (%)(Q)	0.151	0.039	3.890	0.003	0.066	0.237
1L by 2L	-0.019	0.008	-2.299	0.042	-0.037	-0.001

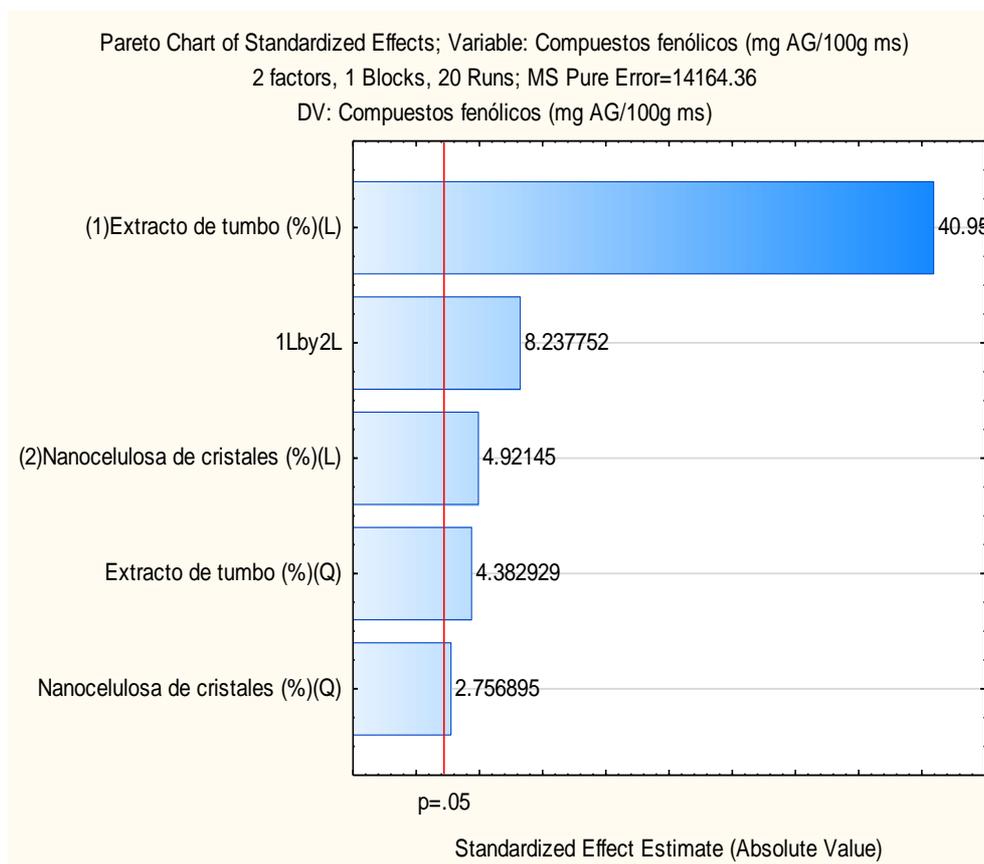
Anexo 13. Gráfica de Pareto de índice de solubilidad en agua



Anexo 14. Coeficiente de regresión de compuestos fenólicos (mg AG /100g ms)

FACTOR	Regress Coef,	Std, Err	t(11)	P	(-) 95% Cnf,Limit	(+) 95% Cnf,Limit
Mean/Interc.	2438.158	372.820	6.540	0.000	1617.587	3258.730
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	-33.801	19.169	-1.763	0.106	-75.992	8.389
Extracto de tumbo (%) (Q)	1.725	0.394	4.383	0.001	0.859	2.592
(2) Nanocelulosa de cristales (%) (L)	-544.486	107.973	-5.043	0.000	-782.134	-306.838
Nanocelulosa de cristales (%) (Q)	27.105	9.832	2.757	0.019	5.466	48.745
1L by 2L	17.331	2.104	8.238	0.000	12.701	21.962

Anexo 15. Gráfica de pareto de compuestos fenólicos (mg AG /100g ms).



Anexo 16. Anova de capacidad antioxidante ($\mu\text{mol ET/g}$).

FACTOR	Regress Coef,	Std, Err	t(11)	P	(-) 95% Cnf,Limit	(+) 95% Cnf,Limit
Mean/Interc.	233.271	20.416	11.426	0.000	188.336	278.207
(1) Extracto de tumbo (%) (L)	-4.557	1.050	-4.341	0.001	-6.867	-2.246
Extracto de tumbo (%) (Q)	0.205	0.022	9.499	0.000	0.157	0.252
(2) Nanocelulosa de cristales (%) (L)	-51.382	5.913	-8.690	0.000	-64.396	-38.368
Nanocelulosa de cristales (%) (Q)	5.167	0.538	9.597	0.000	3.982	6.352
1L by 2L	0.418	0.115	3.630	0.004	0.165	0.672

Anexo 17. Grafica de Pareto de capacidad de antioxidante ($\mu\text{mol ET /g}$).

