

Caracterización de complejos de inclusión aceites esenciales/ β -ciclodextrina en envases activos

Characterization of inclusion complexes essential oils/ β -cyclodextrin in active packaging

A. Navarro-Martínez*, G.B. Martínez Hernández, A. López-Gómez

Grupo de Ingeniería del Frío y la Seguridad Alimentaria, Departamento de Ingeniería Agronómica, Universidad Politécnica de Cartagena. Paseo Alfonso XIII, 48, 30203, Cartagena, Murcia, España.

*alejandra.navarro@upct.es

Resumen

La encapsulación de aceites esenciales (AEs) mediante complejos de inclusión en β -ciclodextrina es una tecnología eficiente y bajo coste, para conseguir una liberación controlada de AEs desde los envases activos. Este estudio determinó la concentración del complejo de inclusión AEs/ β -CD en diferentes zonas después de la impresión sobre las láminas de cartón (mediante UPLC (Ultra Performance Liquid Chromatography) y caracterizó su morfología mediante microscopio electrónico de barrido (SEM). La concentración de complejo alcanzada en las láminas activas fue de 803,1 y 937,1 mg/m² en zonas de alta concentración de complejo con y sin adhesivo, respectivamente. En el caso, de zonas de baja concentración, ésta fue de 342,9 y 480,6 mg/m² para las zonas con y sin adhesivo, respectivamente. En las imágenes obtenidas mediante SEM se observó la morfología de las partículas. Los resultados concluyeron que la concentración de complejo, así como su morfología fue óptima para asegurar una liberación controlada.

Palabras clave: complejo de inclusión; envases activos; β -ciclodextrina; aceites esenciales; microscopía electrónica de barrido.

Abstract

The encapsulation of essential oils (EOs) by means of inclusion complexes in β -cyclodextrin is an efficient and low-cost technology to achieve a controlled release of EOs from active containers. This study determined the concentration of the AEs/ β -CD inclusion complex in different areas after printing on the cardboard sheets (using UPLC (Ultra Performance Liquid Chromatography)) and characterized its morphology using scanning electron microscope (SEM). The concentration of complex reached in the active sheets was 803.1 and 937.1 mg/m² in areas of high concentration of complex with and without adhesive, respectively. In the case of areas of low concentration, this was 342.9 and 480.6 mg/m² for the areas with and without adhesive, respectively. In the images obtained by SEM the morphology of the particles was observed. The results concluded that the concentration of complex, as well as its morphology, was optimal to ensure a controlled release.

Keywords: inclusion complex; quality; β -cyclodextrin essential oils; scanning electron microscopy.

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad se estiman unas pérdidas/desperdicio del 45-55 % de frutas y hortalizas (1). El etileno, conocido como la hormona de la maduración en las plantas y sus frutos, es clave en los mecanismos que controlan el crecimiento y desarrollo de las plantas. Por otro lado, el perfil

del consumidor actual se caracteriza por exigir productos naturales saludables sin aditivos, seguros y con una larga vida útil (2).

Los aceites esenciales (AEs) son extractos naturales de plantas, ampliamente aceptados por el consumidor, los cuales poseen elevadas propiedades antimicrobianas y antioxidantes. Son capaces de reducir la producción de etileno en frutas y hortalizas (3).

Para ello, las ciclodextrinas (CD) son capaces de encapsular una amplia gama de moléculas en su interior, formando un complejo de inclusión (4). Así, gracias a la naturaleza anfifílica de las CD (es una molécula tronco-cónica con un interior hidrófobo y un exterior hidrofílico) son capaces de hacer "solubles" los AEs en agua para su incorporación en envases activos y posterior liberación controlada. Así, los AEs son las moléculas "huésped" mientras que las CD son las moléculas "anfitrionas"(4). Así, es necesario cuantificar la cantidad de complejo de inclusión cargado en el envase activo, así como la morfología para así poder determinar la idoneidad de dichos envases activos que liberen la cantidad de AEs necesaria.

Los objetivos de este estudio fueron cuantificar la cantidad de complejo de inclusión en el envase activo a nivel industrial para realizar un control de calidad de dicha concentración y observar la morfología de éstos mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Extracción y análisis de β -CD en los envases activos de cartón

Se analizaron zonas de los envases activos donde se observaba visualmente que había habido una impresión del complejo activo superior que, en otras zonas, así como zonas donde se había aplicado adhesivo de contacto para formar los envases (barquetas) activos. Para ello, se cortaron muestras de envase de cartón activo de 20×20 cm, los cuales a su vez se trocearon en cuadrados de 2×2 cm, que se colocaron en un bote de cristal (tipo Pyrex) de 100 mL de capacidad. Seguidamente se añadieron 40 mL del extractante (acetonitrilo:agua, 50:50 (volumen (v):v)) y se cerró el bote de cristal. Después se incubaron durante una hora a 85 ° C en un baño de agua agitado a 60 rpm. Seguidamente, se dejó enfriar y se realizaron dos ciclos de 5 min de ultrasonidos (100 % de frecuencia). Finalmente, el extracto se filtró a 0,22 μ m mediante filtros de jeringa (6).

El extracto obtenido se analizó mediante cromatografía líquida de ultra-alta resolución (UHPLC) con las siguientes condiciones: columna UHPLC para azúcares (Shodex Asahipak NH2P-50 4E; 4.6mm×250mm;2 μ m), detector de índice de refracción, fase móvil acetonitrilo:agua (60:40, v:v), flujo isocrático de 1 mL/min, temperatura columna de 40 ° C y tiempo de análisis de 23 min.

2.2 Análisis del complejo de inclusión por microscopía electrónica de barrido (SEM).

La morfología de las β -CD y los complejos de inclusión AEs/ β -CD fue analizada utilizando un microscopio electrónico de barrido (modelo S-3500N Hitachi). Previamente a su observación, las muestras se recubrieron con una película delgada de platino y se analizaron a un aumento de 200 nm.

2.4 Análisis estadístico

El análisis estadístico se realizó con el software SPSS (v.19 IBM, Nueva York, EE. UU.) utilizando análisis de varianza multifactorial (ANOVA) con la prueba de Tukey ($p = 0,05$).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se puede observar en la figura 1 que no existieron diferencias ($p > 0.05$) significativas entre las con adhesivo y sin adhesivo, tanto en las zonas con alta como de baja concentración de complejo. Sin embargo, sí hubo diferencias significativas ($p < 0.05$) entre las zonas con alta concentración y baja concentración. La concentración de complejo obtenida fue de 803,1 y 937,1 mg/m² en zonas de alta concentración con y sin adhesivo, respectivamente, y a nivel industrial se

añaden entre 1000 y 1200 mg/m². Estas láminas activas se pueden usar en la fabricación de cartón ondulado (3 capas) o usar la lámina activa de papel en el fondo de cajas de plástico. Por lo que el análisis realizado fue de la ciclodextrina y junto con el AE que fueron 105,7 y 123,3 mg/m² (datos no mostrados) sumarian 908,8 y 1060,4 mg/m² en total, correspondiéndose así con la concentración que se aplica en la fabricación a nivel industrial de las láminas activas. Y obteniendo un resultado óptimo en el control de calidad que corrobora que las láminas activas contienen dicha concentración de complejo. Los valores obtenidos fueron superiores que los que obtuvieron (7). En comparación con estudios anteriores se puede garantizar que se produce una liberación controlada en el tiempo de la concentración que se añade de complejo a las láminas de cartón, por ejemplo, en un estudio con limón se añadió 800 mg/m² (8).

En la Figura 2, podemos observar las distintas imágenes obtenidas por el microscopio electrónico de barrido en las que se ven las partículas correspondientes a los complejos de inclusión muy compactados. Las imágenes son parecidas a las obtenidas por (9), en la cuales se observa un tamaño de partícula homogéneo, garantizando así que el proceso de fabricación del complejo fue óptimo.

4. CONCLUSIONES

El método de caracterización mediante análisis en UHPLC resultó óptimo, debido a que la concentración obtenida concuerda con la añadida a nivel industrial. La observación con el microscopio electrónico de barrido mostró unos complejos de inclusión de tamaños y morfología homogéneas en la escala nanométrica.

5. AGRADECIMIENTOS

Quería agradecer a mi director de Tesis Antonio López Gómez por brindarme esta oportunidad y a mi codirector Ginés Benito Martínez Hernández por guiarme en este camino tan apasionante. Los autores agradecen la financiación recibida por el proyecto PID2020-11982RB-I00 financiada por MCIN/AEI/10.13039/501100011033.

6. REFERENCIAS

1. Thompson J, Mitchell FG, Kasmire RF. Cooling horticultural commodities. In: Postharvest technology of horticultural crops. University of California, Agriculture and Natural Resources; 2002. p. 111–30.
2. AECOSAN. Las tendencias del consumo y del consumidor en el siglo XXI. 2018.
3. Navarro-Martínez A, López-Gómez A, Benito Martínez-Hernández G. Potential of Essential Oils from Active Packaging to Highly Reduce Ethylene Biosynthesis in Broccoli and Apples. ACS Food Sci & Technol. 2021 Jun 10;1(6):1050–8.
4. Lvov Y, Abdullayev E. Functional polymer-clay nanotube composites with sustained release of chemical agents. Prog Polym Sci. 2013;38(10–11):1690–719.
5. Marques HMC. A review on cyclodextrin encapsulation of essential oils and volatiles. Flavour Fragr J. 2010 Sep;25(5):313–26.
6. Padukka I, Bhandari B, D'arcy B. Evaluation of various extraction methods of encapsulated oil from β -cyclodextrin-lemon oil complex powder. J Food Compos Anal. 2000;13(1):59–70.
7. Chen D, Jiang S, Chen Y, Hu Y. HPLC determination of sertraline in bulk drug, tablets and capsules using hydroxypropyl- β -cyclodextrin as mobile phase additive. J Pharm Biomed Anal [Internet]. 2004 Jan 27 [cited 2023 Apr 12];34(1):239–45. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0731708503004862>
8. López-Gómez A, Navarro-Martínez A, Martínez-Hernández GB. Effects of essential oils released from active packaging on the antioxidant system and quality of lemons during cold storage and commercialization. Sci Hortic (Amsterdam). 2023 Mar 15;312:111855.
9. Ren X, Yue S, Xiang H, Xie M. Inclusion complexes of eucalyptus essential oil with β -cyclodextrin: preparation, characterization and controlled release. J Porous Mater [Internet]. 2018 Dec 1 [cited 2023 Feb 8];25(6):1577–86. Available from: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10934-018-0571-x>

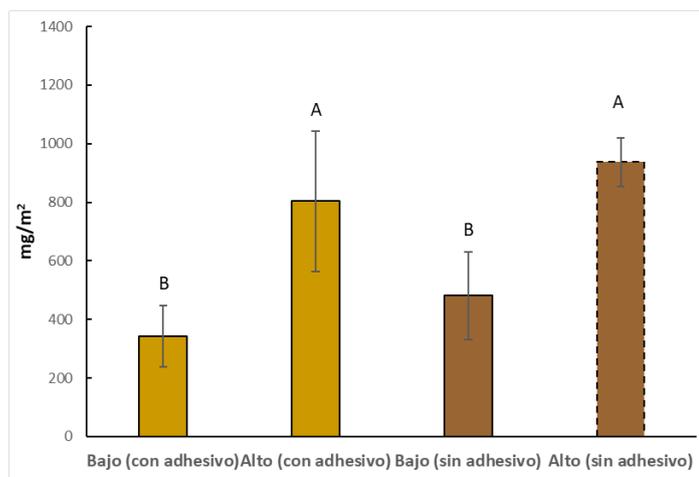


Figura 1. Concentración de β -CD (mg/m^2) en láminas de baja y alta concentración de complejo activo, y zonas con y sin adhesivo de contacto. Letras diferentes indican diferencias significativas ($p < 0,05$) entre diferentes concentraciones de complejo.

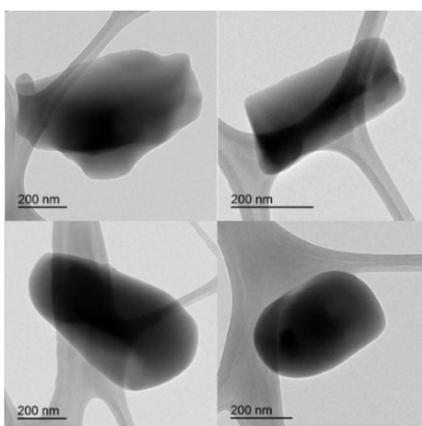


Figura 2: Imágenes obtenidas del microscopio electrónico de barrido de los complejos de β -CD con un aumento de 200 \times . Imágenes de diferentes partículas del complejo.