

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN ALIMENTACIÓN Y DESARROLLO, A.C.

ELABORACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DE ALMIDÓN DE MANZANA REFORZADAS CON MICROCELULOSA DE LECHUGUILLA EN DIFERENTES GRADOS DE ACETILACIÓN

Por:

Irma Graciela Flores Cortés

TESIS APROBADA POR LA

COORDINACIÓN DE FISIOLOGÍA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS DE LA ZONA TEMPLADA

Como requisito parcial para obtener el grado de

MAESTRA EN CIENCIAS

APROBACIÓN

Los miembros del comité designado para la revisión de la tesis de Irma Graciela Flores Cortés la han encontrado satisfactoria y recomiendan que sea aceptada como requisito parcial para obtener el grado de Maestra en Ciencias.

> Dr. Paul Baruk Zamudio Flores Director de tesis

Dra. María Hemández González Co-directora de tesis

Dr. Carlos Horacio Acosta Muñiz Integrante del comité de tesis

Dr Claudio Rios Velasco Integrante del comité de tesis

DECLARACIÓN INSTITUCIONAL

La información generada en la tesis "Elaboración y Caracterización de Películas de Almidón de Manzana Reforzadas con Microcelulosa de Lechuguilla en Diferentes Grados de Acetilación" es propiedad intelectual del Centro de Investigación en Alimentación y Desarrollo, A.C. (CIAD). Se permiten y agradecen las citas breves del material contenido en esta tesis sin permiso especial de la autora Irma Graciela Flores Cortés, siempre y cuando se dé crédito correspondiente. Para la reproducción parcial o total de la tesis con fines académicos, se deberá contar con la autorización escrita de quien ocupe la titularidad de la Dirección General del CIAD.

La publicación en comunicaciones científicas o ele divulgación popular de los datos contenidos en esta tesis, deberá dar los créditos al CIAD, previa autorización escrita del director(a) de tesis.

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN ALIMENTACIÓN Y DESARROLLO, A.C. Coordinación de Programas Académicos

AD Dra Gra

Dra. Gracielá Caire Juvera Directora General

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencia y Tecnología (CONAHCYT) por el apoyo económico brindado para la realización de mi posgrado y la obtención de grado de Maestra en Ciencias.

Al Centro de Investigación en Alimentación y Desarrollo, A.C. (CIAD), por abrirme las puertas y formarme como profesionista, por los materiales y equipos brindados para la realización de mi trabajo de investigación.

Al Dr. Paul Baruk Zamudio Flores, por permitirme ser parte de su equipo de investigación, por la dirección y dedicación en la elaboración de esta tesis.

A la Dra. María Hernández González, por impulsar mi crecimiento y desarrollo personal y profesional, por la amistad y cariño durante estos años, por siempre brindarme las puertas abiertas en el laboratorio de Inocuidad y Empaques.

A mi comité de tesis: Dr. Juan Manuel Tirado Gallegos, Dr. Carlos Horacio Acosta y Dr. Claudio Rios Velazco por el apoyo brindado durante mi estancia en CIAD, por estar pendientes de cada etapa de mi investigación, por los ánimos y momentos compartidos, siendo pieza clave para poder llevar a cabo este proyecto.

Al Coordinador Dr. Sepúlveda por compartir su amplio conocimiento en clase, por los consejos y las risas que no faltaron.

A los técnicos de laboratorio por el apoyo brindado, Ing. Vero, MC. Javier, MC. Pedro y especialmente al Ing. Arturo e Ing. Rita María por recibirme y compartir momentos muy amenos, por el cariño, la amistad y apoyo incondicional.

Al MC. Romo, CP Luis, mis compañeros: Adrián, Gera, Anita y Lucero por todos los momentos compartidos que hicieron mi estancia muy amena.

DEDICATORIA

Dedico todos mis esfuerzos puestos en este trabajo a mi familia, mi esposo **Omar**, mis padres **Fidel** e **Irma**, mi hermano **Fidel** y mi abue **Anita** por el gran apoyo y amor incondicional, por estar presentes a la distancia motivándome día a día para llegar a concluir una etapa más en mi crecimiento personal y profesional.

Irma Flores

CONTENIDO

APROBACIÓN	2
DECLARACIÓN INSTITUCIONAL	3
AGRADECIMIENTOS	4
DEDICATORIA	5
CONTENIDO.	6
LISTA DE FIGURAS.	8
LISTA DE CUADROS	9
NOMENCLATURAS UTILIZADAS Y SUS DEFINICIONES	10
RESUMEN	12
ABSTRACT	13
1. INTRODUCCIÓN	14
2. ANTECEDENTES.	17
2.1. Películas Biodegradables de Almidón	17
2.1.1. Almidón	17
2.1.2. Alcances y Limitaciones de las Películas de Almidón	18
2.1.3. Caracterización Fisicoquímica de las Películas	18
2.1.4. Propiedades Mecánicas y de Barrera a la Permeabilidad al Vapor de Agua	19
2.1.5. Potenciales Aplicaciones de las Películas	19
2.1.6. Películas Derivadas de Fuentes Convencionales de Almidón	20
2.1.7. Películas Derivadas de Fuentes No Convencionales de Almidón	20
2.2. Almidón de Manzana Como Fuente No Convencional Para la Elaboración de	
Películas Biodegradables	21
2.2.1. Importancia Económica de la Manzana	21
2.3. Principales Componentes	22
2.3.1. Jugo de Manzana	22
2.3.2. Bagazo de Manzana	23
2.3.3. Almidón de Manzana	23
2.4. Películas de Almidón de Manzana	24
2.4.1. Principales Características de las Películas de Almidón de Manzana	24
2.4.2. Inconvenientes de las Películas de Almidón de Manzana	24
2.4.3. Alternativas Para Solucionar los Inconvenientes de las Películas de	
Almidón de Manzana	25
2.4.4. Fibras Vegetales en Películas Elaboradas a Base de Almidón	25
2.5. La Lechuguilla y Su Importancia Económica	26
2.5.1. Generalidades	26
2.5.2. Importancia Económica	27
2.5.3. Celulosa de Lechuguilla	27
2.6. Estrategias para el Refuerzo de Películas de Almidón	28
2.6.1. Modificaciones Químicas de Fibras	28
2.6.2. Acetilación	29

CONTENIDO (continuación)

3.JUSTIFICACIÓN	30
4.HIPÓTESIS	31
5.OBJETIVOS	32
5.1. Objetivo General	32
5.2. Objetivos Específicos	32
6.MATERIALES Y MÉTODOS	33
6.1. Materiales	33
6.2. Métodos	33
6.2.1. Acetilación de las Microfibras de Celulosa y Evaluación de los Grados de Sustitución (GS)	33
6.2.2. Reología de las Soluciones Formadoras de Película (SFP)	34
6.2.3. Elaboración de Películas	34
6.3. Caracterización de las Películas en Función de Estudios Físico-Químicos y de Permeabilidad al vapor de agua	35
6.3.1. Evaluación de Color	35
6.3.2. Contenido de Solubilidad, Humedad e Hinchamiento	35
6.3.3. Composición y Tipo de Enlaces Presentes en las Películas por	36
Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (EITF)	
6.3.4. Determinación del Grosor	37
6.3.5. Determinación de la Densidad de las Películas	37
6.3.6. Ángulo de Contacto (AC)	37
6.3.7. Determinación de la Permeabilidad al Vapor de Agua (PVA)	38
6.3.8. Determinación de las Propiedades Mecánicas (PM)	38
6.3.9. Análisis Térmico por Calorímetro Diferencial de Barrido (CDB)	39
6.4. Análisis Estadístico	39
7.RESULTADOS Y DISCUSIÓN	40
7.1. Acetilación de las Microfibras de Celulosa y Evaluación de los Grados de Sustitución (GS)	40
7.2. Evaluación Reológica de las Soluciones Formadoras de Película (SFP)	40
7.3. Evaluación de Color.	42
7.4. Contenido de Solubilidad, Humedad e Hinchamiento	47
7.5. Determinación de las Propiedades Estructurales y/o Moleculares	49
7.6. Determinación del Grosor.	51
7.7. Determinación de la Densidad en las Películas	53
7.8. Ángulo de Contacto (AC)	54
7.9. Determinación de la Permeabilidad al Vapor de Agua (PVA)	56
7.10. Determinación de las Propiedades Mecánicas (PM)	58
7.11. Calorimetría Diferencial de Barrido (CDB)	60
8.CONCLUSIONES	64
9.RECOMENDACIONES	66
10.REFERENCIAS.	67

LISTA DE FIGURAS

Figura		Página
1	Imágenes de las películas: a) Almidón de maíz y con microcelulosa de lechuguilla (MCL), y b) Almidón de manzana y con microcelulosa de lechuguilla (MCL)	44
2	Imágenes de las películas: a) Almidón de maíz y con microcelulosa de lechuguilla acetilada 1 hora (MCLacet1h) y b) Almidón de manzana y con microcelulosa de lechuguilla acetilada 1 hora (MCLacet1h)	45
3	Imágenes de las películas: a) Almidón de maíz y con microcelulosa de lechuguilla acetilada 3 horas (MCLacet3h) y b) Almidón de manzana y con microcelulosa de lechuguilla acetilada 3 horas (MCLacet3h)	45
4	Espectrogramas de FTIR de las películas elaboradas con almidón de maíz	50
5	Espectrogramas de FTIR de las películas elaboradas con almidón de manzana	50

LISTA DE CUADROS

Cuadro Pá		
1	Resultado de la determinación de las variables reológicas en las soluciones formadoras de película (SFP) mediante el modelo de Ley de Potencia	41
3	Evaluación de color en las muestras de almidones nativos de maíz (ANatMaiz), manzana (ANatManz), microcelulosa nativa (MNat) y acetiladas a 1 h (MCLacet1h) y 3 h (MCLacet3h)	44 46
4	Porcentaje de humedad, capacidad de hinchamiento y solubilidad	48
5 6	Resultado de la evaluación de grosor y densidad en las películas control (maíz y manzana) y con diferentes concentraciones de microcelulosa de lechuguilla (MCL)	56 55
7	Resultado de la evaluación de permeabilidad al vapor de agua (PVA) en las películas control (maíz y manzana) y con diferentes concentraciones de microcelulosa de lechuguilla (MCL)	
8 9	Propiedades mecánicas de las películas (PM)	60 62
10	Variables térmicas determinadas por calorimetría diferencial de barrido (CBD) en las películas de almidón de manzana	63

NOMENCLATURAS UTILIZADAS Y SUS DEFINICIONES

Nomenclatura	Definición
ANatMaiz	Almidón nativo de maíz
ANatManz	Almidón nativo de manzana
MCL	Microcelulosa de lechuguilla
MNat	Microcelulosa nativa
MCA	Microcelulosa acetilada
MCLacet1h	Microcelulosa acetilada por 1 h obtenida de lechuguilla
MCLacet3h	Microcelulosa acetilada por 3 h obtenida de lechuguilla
PMaiz	Película de almidón de maíz
PMaizMCL2%	Película de almidón de maíz con 2% de microcelulosa de lechuguilla
PMaizMCL3%	Película de almidón de maíz con 3% de microcelulosa de lechuguilla
PMaizMCL4%	Película de almidón de maíz con 4% de microcelulosa de lechuguilla
PMaizMCLacet1h2%	Película de almidón de maíz con 2% de microcelulosa acetilada por 1
	h obtenida de lechuguilla
PMaizMCLacet1h3%	Película de almidón de maíz con 3% de microcelulosa acetilada por 1
	h obtenida de lechuguilla
PMaizMCLacet1h4%	Película de almidón de maíz con 4% de microcelulosa acetilada por 1
	h obtenida de lechuguilla acetilada
PMaizMCLacet3h2%	Película de almidón de maíz con 2% de microcelulosa acetilada por 3
	h obtenida de lechuguilla
PMaizMCLacet3h3%	Película de almidón de maíz con 3% de microcelulosa acetilada por 3
	h obtenida de lechuguilla
PMaizMCLacet3h4%	Película de almidón de maíz con 4% de microcelulosa acetilada por 3
	h obtenida de lechuguilla
PManz	Película de almidón de manzana
PManzMCL2%	Película de almidón de manzana con 2% de microcelulosa de
	lechuguilla
PManzMCL3%	Película de almidón de manzana con 3% de microcelulosa de
	lechuguilla
PManzMCL4%	Película de almidón de manzana con 4% de microcelulosa de
	lechuguilla
PManzMCLacet1h2%	Película de almidón de manzana con 2% de microcelulosa acetilada
	por 1 h obtenida de lechuguilla
PManzMCLacet1h3%	Película de almidón de manzana con 3% de microcelulosa acetilada
	por 1 h obtenida de lechuguilla
PManMCLacet1h4%	Película de almidón de manzana con 4% de microcelulosa acetilada

por 1 h obtenida de lechuguilla

PManzMCLacet3h2% Película de almidón de manzana con 2% de microcelulosa acetilada

por 3 h obtenida de lechuguilla

PManzMCLacet3h3% Película de almidón de manzana con 3% de microcelulosa acetilada

por 3 h obtenida de lechuguilla

PManzMCLacet3h4% Película de almidón de manzana con 4% de microcelulosa acetilada

por 3 h obtenida de lechuguilla

SFP Solución formadora de película

FTIR ó EITF Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier

DSC ó CDB Calorimetría diferencial de barrido PVA Permeabilidad al vapor de agua

VTVA ó CTVA Velocidad de transmisión de vapor de agua o coeficiente de

transmisión de vapor de agua

AC Ángulo de contacto

DDPF Días después de plena floración

GS Grados de substitución

ASTM Asociación Americana para Pruebas y Materiales

PM Propiedades mecánicas
TF Tensión a la fractura

%E Porcentaje de elongación a la fractura

ANDEVA Análisis de varianza

 T_{o} Temperatura de inicio de fusión T_{p} Temperatura pico de fusión T_{f} Temperatura final de fusión

ΔH Cambio de entalpiak Índice de consistencia

n Índice de comportamiento de flujo

L* Factor de luminosidad

a* Coordenada a
b* Coordenada b
PEG Polietilenglicol
CA Acetato de celulosa
FNC Fibras de nanocelulosa

PCEA Películas comestibles para el empacado de alimentos

TPS Almidón termoplástico

RESUMEN

Debido a la problemática actual de contaminación ambiental ocasionada por el uso indiscriminado de los materiales plásticos sintéticos derivados del petróleo, investigaciones recientes han reportado que los biopolímeros a base de almidón y celulosa obtenidos de fuentes no convencionales como la manzana y la lechuguilla pueden representar una alternativa viable para sustituir en algunas aplicaciones específicas el empleo de los plásticos sintéticos. Un inconveniente en el uso de las películas biodegradables de almidón, consiste en sus bajas propiedades mecánicas y su alta permeabilidad al vapor de agua, lo cual limita su uso generalizado. Por consiguiente, en la presente investigación se determinó el efecto de adicionar microcelulosa de lechuguilla nativa (MNat) y acetilada a 1 h (MCLacet1h) y por 3 h (MCLacet3h). La microcelulosa se adicionó en diferentes cantidades (2, 3 y 4% p/p) y se evaluó su efecto en las propiedades reológicas de las soluciones formadoras de películas (SFP) y en las propiedades físicas, térmicas, mecánicas y de permeabilidad al vapor de agua (PVA) de películas de almidón de maíz y en películas de almidón de manzana. Los resultados indicaron que la adición de MCL incrementó el índice de consistencia (k) en la formulación de almidón de maíz; mientras que esta variable disminuyó en la SFP de almidón de manzana y con un mayor valor de "n". No se presentaron diferencias significativas (p > 0.05) en el grosor de las películas de almidón de manzana y maíz, pero este valor incrementó significativamente (p < 0.05) cuando se adicionó la MCL. Se determinó que la adición de MCL disminuyó el factor de luminosidad (L*). Las propiedades mecánicas de tensión a la fractura (TF) y módulo de elasticidad incrementaron significativamente (p < 0.05) en las películas de almidón cuando se adicionó incluso la menor cantidad de MCL (2%); mientras que se observaron disminuciones significativas en el porcentaje de elongación. Estos comportamientos fueron considerablemente superiores cuando se adicionaron las mayores cantidades de MCLacet1h en comparación con MCLacet3h. La PVA disminuyó significativamente (p < 0.05) cuando se adicionó MCLacet3h vs MCLacet1h y este efecto fue mayor en las películas de almidón de manzana. Los resultados sugieren que mediante la adición de las mayores cantidades de MCLacet1h es posible obtener las mayores propiedades mecánicas y disminuir el carácter hidrofílico en las películas de almidón.

Palabras clave: Materiales de empaque; películas degradables; carácter hidrofílico; fuentes no convencionales de almidón.

ABSTRACT

Due to nowadays contamination problems derived from environmental pollution caused by indiscriminate usage of petroleum derived synthetic plastic materials, current research has reported that biopolymers based on starch and cellulose obtained from unconventional sources such as apples and Lechuguilla may represent a viable alternative to replace the use of synthetic plastics in some specific applications. A drawback in the use of biodegradable starch films consists of their low mechanical properties and high-water vapor permeability, which limits their widespread usage. The aim of this work is to determine the effect of native (MNat) and acetylated at 1h (MCLacet1h) and at 3 h (MCLacet3h) microcellulose on the mechanical and barrier properties of corn and apple starch films. Microcellulose was added at different concentrations (2, 3 and 4% w/w) and its effect on the rheological properties of the film-forming solutions (FFS) and on the physical, thermal, mechanical and water vapor permeability properties of films obtained from both corn and apple starch was studied. Results indicated that the addition of MCL increased the consistency (k) index in the corn starch formulation, while this variable decreased in the FFS in the apple starch and with a higher value of "n". There were no significant differences (p > 0.05) in the thickness of apple and corn starch films, but this value significantly increased (p > 0.05) with MCL addition. It was determined that the addition of MCL decreased the luminosity factor (L*). The mechanical properties of fracture stress (TF) and elastic modulus increased significantly (p > 0.05) in the starch films when even the smallest amount of MCL (2%) was added, while significant decreases in the percentage of elongation were observed. These behaviors were considerably higher when the highest amounts of MCLacet1h were added compared to MCLacet3h. PVA decreased significantly (p > 0.05) when MCLacet3h vs MCLacet1h was added, and this effect was greater in the apple starch films. Results suggest that by adding the highest amounts of MCLact1h it is possible to obtain the highest mechanical properties and reduce the hydrophilic character in the starch films.

Keywords: Packaging materials; degradable films; hydrophilic character; starch non-conventional sources.

1.INTRODUCCIÓN

Actualmente, una de las principales problemáticas ambientales a nivel mundial es la contaminación por los envases y su disposición final, correspondiendo la mayor parte del volumen total de desechos plásticos al envasado de alimentos (Oropeza-González *et al.*, 2016). Por lo cual, la creciente preocupación por la sostenibilidad del medio ambiente, el uso desmedido de los recursos petroleros y la demanda de productos ecológicos, han incrementado el interés en la búsqueda y desarrollo de nuevos materiales para el envasado a partir de fuentes renovables. Esto se debe a que la mayoría de los polímeros sintéticos se producen a partir de productos petroquímicos, por lo que, sus desperdicios permanecen en el medio ambiente por cientos de años, produciendo un alto grado de contaminación y potenciales daños en la vida silvestre, y a pesar de que el reciclaje de estos materiales es una manera de reducir la problemática, muchos empaques no pueden ser reciclados con facilidad por la necesidad de limpiarlos previo a su reciclaje, implicando costos adicionales (Avilés, 2006).

En las últimas décadas se ha tratado de crear una industria en la que se permita el remplazo de los plásticos no biodegradables por materiales naturales que sean biodegradables, como lo es la madera líquida, el aislamiento de algas y los sustitutos de biopolímeros de almidón obtenidos mediante la fermentación de plantas como las papas o el maíz. Con la utilización de estos productos naturales se puede garantizar la disminución de desperdicios plásticos, reducción de emisiones de carbono y la implementación de nuevas tecnologías (Cruz y Castro, 2021). Entre los polímeros de bases biológicas (=biopolímeros), el almidón se considera un material prometedor para el envasado de alimentos por su abundancia en la naturaleza, versatilidad, biodegradabilidad y bajo costo (Jiang et al., 2020; Othman et al., 2021). El maíz, papa y yuca, entre otros cultivos, son fuentes ricas en almidón, el cual puede ser utilizado como base para la elaboración de polímeros biodegradables para fabricar bolsas y posteriormente descomponerse y servir como abono orgánico de los suelos (Avilés, 2006).

Diversos estudios reportan el gran potencial del almidón como fuente principal para la formación de películas biodegradables, debido a que estas películas presentan las cualidades de ser inodoras e incoloras (Henning *et al.*, 2022). Los granos de almidón están formados por macromoléculas organizadas en capas, estas estructuras poliméricas que componen los almidones son la amilosa y la amilopectina presentes en un 20% y 80%, respectivamente. La resistencia mecánica y

flexibilidad son propiedades comercialmente significativas del almidón, que dependen de la resistencia y carácter de la región cristalina, la cual, a su vez, depende estrechamente de la relación de amilosa y amilopectina, y por lo tanto del tipo de fuente botánica, de la distribución del peso molecular, del grado de ramificación y del proceso de conformación de cada componente del polímero (Fritz, 1994).

Por esta razón, se ha estudiado el potencial de fuentes no convencionales de almidón para la producción de películas biodegradables (Henning *et al.*, 2022). En este sentido, el almidón de manzana representa una fuente no convencional con propiedades y características similares a los almidones obtenidos de fuentes comerciales como el maíz, la papa, el trigo y la yuca (Nordin *et al.*, 2018). Sin embargo, este biopolímero presenta la desventaja de ser fuertemente higroscópico y de propiedades mecánicas limitadas en comparación con los polímeros sintéticos (Jiménez *et al.*, 2016; Oniszczuk *et al.*, 2016). Por lo cual se realizan investigaciones con la finalidad de evaluar el almidón con mezclas de diversos componentes, esto con el objetivo de desarrollar nuevas películas biodegradables con diversos componentes, que conduzca a superar esta limitante.

Las demandas de los consumidores han motivado a la innovación de las industrias de envasado alimentario. Por lo que los materiales provenientes de bases biológicas con refuerzos de fibras de celulosa tienen un futuro prometedor, y por consiguiente presentan un mayor interés en la investigación para el desarrollo de nuevos productos. Estudios recientes han reportado la formación de materiales biopoliméricos compuestos adicionados con celulosa micro cristalina y microfibrilada obtenida generalmente por hidrólisis ácida (Maulida *et al.*, 2016; Coelho *et al.*, 2017). Diversos estudios han reportado resultados positivos con respecto a la utilización de materiales biopolímericos compuestos a partir de fibras naturales y modificadas por métodos químicos. Martínez *et al.* (2007), determinaron que la adición de fibras acetiladas en materiales termoplásticos muestra una menor capacidad de absorción de agua (en comparación con las nativas), por lo que se puede lograr una mayor estabilidad térmica. Aunado a lo anterior, los mismos autores reportaron que la acetilación incrementó la adherencia entre las fibras y los diferentes componentes de la película (material termoplástico), por lo que este resultado representa una alternativa adecuada para adicionar fibras no convencionales o poco estudiadas.

En este sentido, la lechuguilla de agave, una planta que crece en zonas áridas y semiáridas de México y sur de Estados Unidos de América, la cual ha sido utilizada desde hace 8,000 años, es un material fundamental para la economía de los recolectores y sus familias. Esta planta se considera altamente productiva o de rendimiento alto, resistente a plagas y condiciones ambientales extremas,

por lo que requiere de un manejo fundamental para su aprovechamiento (Reyes-Agüero *et al.*, 2000), y es una materia prima adecuada para el suministro de celulosa y, por lo tanto, del componente denominado microcelulosa.

En estudios recientes, se considera a la microcelulosa como uno de los materiales con mayor proyección, y cuyas propiedades pueden tener un impacto significativo en el aspecto hidrófilo de las películas de almidón. Aunque se han realizado investigaciones con la microcelulosa de lechuguilla (MCL), estudios sobre la aplicación de MCL modificada químicamente por acetilación (a diferentes niveles) en películas de almidón de manzana son escasos. Por consiguiente, en el presente trabajo se pretende evaluar las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de películas de almidón de manzana reforzadas con microcelulosa nativa y acetilada, obtenida a partir de fibra de lechuguilla, esto con la finalidad de reducir su carácter hidrofílico y adaptar su rendimiento en la conservación de varios tipos de alimentos.

2.ANTECEDENTES

2.1. Películas Biodegradables de Almidón

El desarrollo de plásticos biodegradables a base de almidón tiene sus comienzos en los años 70's (Villada *et al.*, 2007); sin embargo, en las últimas décadas se ha incrementado el interés por elaborar materiales ecológicos y biodegradables como alternativas verdes y sustentables. El almidón es un material prometedor en el envasado de alimentos debido a sus características formadoras de películas (Liu *et al.*, 2023). La elaboración de películas no pretende reemplazar a los polímeros sintéticos, sino hacer de ellos un envase auxiliar que permita incrementar una eficiencia de los materiales tradicionales, así como su rápida degradación (Fitch-Vargas *et al.*, 2019).

2.1.1. Almidón

El almidón es considerado un polímero semi-cristalino producido de manera natural (biopolímero) en forma de gránulos por algunas plantas, en las que desempeña la función de reserva energética, este biopolímero es considerado la materia prima más prometedora para la producción de polímeros biodegradables, donde el tamaño, forma y estructura de los gránulos está directamente ligada con la fuente botánica (Matheus *et al.*, 2023). Comercialmente, los almidones se obtienen de fuentes renovables y de bajo costo, por medio del aislamiento a partir de diferentes fuentes botánicas, incluyendo cereales, tubérculos y semillas de leguminosas, variando su composición y forma según la fuente botánica y variedades genéticas de cada especie (Yang *et al.*, 2023). El almidón consta de dos tipos principales de polisacáridos amilosa (25%) y amilopectina (75%), siendo la amilosa la responsable para la formación de películas biodegradables (Pirsa *et al.*, 2022). Ambos son polímeros de α-D-glucosa conectados por enlaces (1→4), la amilopectina consta de cadenas cortas unidas entre sí; mientras que la amilosa solo de unas cuantas cadenas largas, por lo que presenta una molécula ligeramente ramificada (Bertoft, 2004).

2.1.2. Alcances y Limitaciones de las Películas de Almidón

Las películas de almidón presentan ventajas superiores debido a su capacidad de renovación y el bajo costo del almidón (Liu *et al.*, 2023). El almidón se ha destacado entre muchos biopolímeros como una opción prometedora para la formación de películas gracias a su amplia disponibilidad, biodegradabilidad, rentabilidad y no toxicidad, sin embargo, las diferentes propiedades del almidón presentan limitaciones en su uso y aplicaciones a causa de una baja resistencia y de su naturaleza hidrofílica dañando directamente las propiedades mecánicas y de barrera (Dos Santos Freitas *et al.*, 2022). La amilosa representa una característica de importancia en términos de propiedades óptimas para la formación de películas, así como la forma y el tamaño de los gránulos; estas propiedades están relacionadas con la fuente botánica (Henning *et al.*, 2022). El problema principal que han presentado las películas elaboradas a partir de almidón es la gran sensibilidad a la humedad (Villada *et al.*, 2007). Por ello es necesario la combinación del almidón con otros materiales poliméricos con la finalidad de producir materiales con mejores propiedades mecánicas, resistentes al agua, al rompimiento, entre otras propiedades (Enríquez *et al.*, 2012). Dentro de los materiales poliméricos para mejorar las propiedades se han sugerido polímeros de buena biodegradabilidad, preferentemente hidrófobos o apolares propiedades (Enríquez *et al.*, 2012).

2.1.3. Caracterización Fisicoquímica de las Películas

Las diversas evaluaciones fisicoquímicas en películas alimentarias nos permiten conocer su comportamiento para su futura aplicación en la industria, parámetros como grosor, densidad, dureza, permeabilidad al vapor de agua, humedad y solubilidad permiten establecer cubiertas más adecuadas dependiendo de los requisitos de conservación y envasado de alimentos (Oregel-Zamudio *et al.*, 2016). Las propiedades físicas están directamente relacionadas el ordenamiento molecular que presenta el material, mientras que las propiedades químicas están relacionadas en función de los procesos que modifican químicamente a un material (López *et al.*, 2018). El grosor en las películas es un parámetro que está estrechamente relacionado con la resistencia mecánica de las películas, el cual está directamente influenciado por la composición de la matriz de la película

del empaque o por el contenido de aditivos (Abedi-Firoozjah *et al.*, 2023). La cantidad de transmisión de vapor de agua en las películas genera cambios en su forma; así como pérdida de fuerza o resistencia, por lo que se le atribuye la disminución con la adición de fibras vegetales (López *et al.*, 2018)

2.1.4. Propiedades Mecánicas y de Barrera a la Permeabilidad al Vapor de Agua

Las propiedades mecánicas en los materiales se pueden definir como la resistencia a la fuerza que se le aplica al material (López *et al.*, 2018). Estos atributos son importantes en el envasado, debido a que ayudan a predecir su potencial mecánico y con esto evaluar la viabilidad de su aplicación para envasado de alimentos (Bangar *et al.*, 2021). La permeabilidad al vapor de agua es un parámetro clave que regula la tasa de transmisión de agua a través de la película, las grietas, los vacíos, la morfología irregular y las concentraciones altas de grupos hidroxilo presentes, representan los principales factores que propician una mayor permeabilidad al vapor de agua y que está estrechamente relacionado con la vida útil de los alimentos envasados (Henning *et al.*, 2022). Las propiedades mecánicas de las películas poliméricas se ven afectadas por la composición química y la naturaleza de los componentes utilizados para su elaboración (Pajak *et al.*, 2022). Debido a la limitante que presenta el uso de estos materiales, se han investigado algunos métodos para mejorar las propiedades de barrera contra el agua en las películas con base de almidón, incluyendo la mezcla con otros polímeros (Liu *et al.*, 2023).

2.1.5. Potenciales Aplicaciones de las Películas

El uso de películas derivadas de nuevos estudios con fuentes no convencionales de almidón ha destacado mejoras significativas en atributos sensoriales y mejoras en el periodo de vida útil (Henning *et al.*, 2021). A partir de las nuevas alternativas tecnológicas para la aplicación de películas biodegradables, se han favorecido no solo frutas y verduras sino, también se ha encontrado su uso en productos cárnicos, ayudando a controlar su alta susceptibilidad al deterioro

por contaminación, obteniendo un retraso en la oxidación de los lípidos, con el empleo de aceites esenciales, estudios han demostrado la capacidad de generar nuevos materiales con ventajas tecnológicas relevantes en la industria de envasado de alimentos o como recubrimientos (Henning *et al.*, 2021).

2.1.6. Películas Derivadas de Fuentes Convencionales de Almidón

Debido a su versatilidad y sus propiedades funcionales, el almidón es un biopolímero ampliamente utilizado a nivel industrial (Vriesmann *et al.*, 2009). Diversos estudios han documentado que los almidones con mayor contenido de amilosa tienen la capacidad de formar geles fuertes y películas (Romero-Bastida *et al.*, 2011; Pelissari *et al.*, 2013; Vriesmann *et al.*, 2009; Zamudio-Flores *et al.*, 2015). Por tal razón, las fuentes convencionales (como el maíz, el trigo, el arroz, el camote, la yuca y la papa) han sido ampliamente explotadas con la finalidad de obtener sus respectivos almidones. Dentro de estas fuentes convencionales, el maíz destaca por ser una de las principales fuentes de almidón producidas en el mundo (65%), seguido del almidón de camote (13%) y el almidón de yuca (11%) (Henning *et al.*, 2022)

Siendo un factor importante para la formación de películas, el almidón ha demostrado ventajas para el uso en la industria de envasado de los alimentos por ser un material incoloro, inodoro, insípido, biodegradable y no toxico (Henning *et al.*, 2021; Tirado-Gallegos *et al.*, 2018). Sin embargo, la siembra generalizada y la falta de diversificación en los cultivos agrícolas pueden ocasionar pérdidas económicas e impactos ambientales como el agotamiento del suelo, así como factores de gran escala producen niveles de competitividad desalentando a los pequeños productores, por lo cual, investigadores han explorado el uso potencial de almidones aislados de cultivos no convencionales para el desarrollo de materiales novedosos (Henning *et al.*, 2022)

2.1.7. Películas Derivadas de Fuentes No Convencionales de Almidón

Debido a que el almidón representa una de las materias primas más importantes en la elaboración

de bioplásticos resulta de interés encontrar alternativas para su producción (Arreola *et al.*, 2023). El uso de fuentes no convencionales tiene el potencial de encontrar nuevas propiedades y alternativas para diversificar los recursos agrícolas para la producción de bioplásticos (Henning *et al.*, 2022). Una fuente no convencional de almidón se caracteriza por pertenecer a un cultivo en los que procedimientos de extracción de almidón y los usos tecnológicos son atípicos, por lo general este tipo de fuentes no convencionales suelen ser de vegetales o cultivos nativos que se producen con fines distintos al almidón, en los cuales tienen rendimientos mucho menores a las convencionales. Las tendencias incluyen el estudio de nuevas fuentes de aprovechamiento de almidón, con la búsqueda en propiedades mejoradas para aplicaciones alimentarias (Henning *et al.*, 2021).

2.2. Almidón de Manzana Como Fuente No Convencional Para la Elaboración de Películas Biodegradables

El almidón en frutos inmaduros de manzana representa una nueva fuente para la formación de películas con propiedades aceptables esto debido a su contenido de amilosa del 26 al 29.3% valores comparables a los obtenidos de fuentes convencionales como el maíz y el trigo (Stevenson *et al.*, 2006).

2.2.1. Importancia Económica de la Manzana

La manzana (*Malus* × *domestica* Borkh.) es considerada una fruta carnosa perteneciente al árbol de la familia de las rosáceas, existen más de 7000 variedades las cuales son responsables de la variación de color, tamaño y sabor. A nivel mundial, la manzana es el cuarto producto hortícola más importante presente en la nutrición del ser humano, con una producción aproximada a los 716.93 millones de toneladas en el mundo (Corona-Leo *et al.*, 2020).

El país líder en producir manzana es China el cual representa aproximadamente el 49% de la producción mundial, seguido de Estados Unidos de América con un 7% (Zeng *et al.*, 2022). En

México, el manzano está posicionado como el segundo frutal más importante, y a nivel mundial es el decimotercer productor, en el cual el estado de Chihuahua contiene el 70% de la producción nacional (Corona-Leo *et al.*, 2020; Ramírez *et al.*, 2011). Existen diferentes variedades de manzanas como Golden Delicious, Granny Smith y Rome Beauty por mencionar algunas, las cuales presentan diferentes tamaños, formas, contenido de azúcar, acidez y firmeza (Candrawinata *et al.*, 2013). Las manzanas contienen un alto valor nutricional debido a su rica fuente de ácido ascórbico, polifenoles (flavanoles, compuestos fenólicos, ácidos fenólicos, ácidos clorogénicos, dihidrocalconas, flavones y antocianinas) y pectina (Kumari *et al.*, 2023).

Una de las actividades practicadas dentro de la producción de la fruta es el raleo, la cual es una de las actividades más comunes realizadas en los huertos de manzana, la cual tiene como propósito promover el retorno de la floración, así como obtener frutos de mayor calidad y tamaño (Rascón-Chu *et al.*, 2016). Anualmente esta actividad produce toneladas de frutos jóvenes que no se utilizan, siendo desechadas directamente en los huertos (Hou *et al.*, 2019).

2.3. Principales Componentes

2.3.1. Jugo de Manzana

El jugo de manzana es uno de los más populares debido a sus agradables cualidades organolépticas y propiedades nutricionales destacadas (Shahbaz *et al.*, 2018). El jugo de manzana representa una alta fuente de fitoquímicos antioxidantes como los polifenoles la cual se puede ver reducida debido a numerosos factores como la variedad, región de cultivo, madurez y exposición a patógenos (Włodarska *et al.*, 2022). La clasificación tecnológica de los jugos de manzana (turbio y claro) se relaciona directamente con la composición fenólica, la cual es variante por causas como las condiciones ambientales, especialmente el nivel de oxígeno y las enzimas endógenas (Massini *et al.*, 2018). Los consumidores han mostrado una preferencia en el consumo de jugo turbio ya que se le atribuyen mayores niveles de compuestos bioactivos así como la dispersión de partículas de pulpa en el jugo (Ghinea *et al.*, 2022).

2.3.2. Bagazo de Manzana

El bagazo de manzana es un subproducto del procesamiento en la extracción de jugos, compuestos por cascaras, semillas, restos fibrosos de pulpa por lo que es considerado una fuente rica en pectinas y carbohidratos (Mora de Alba *et al.*, 2018). Factores como la madurez y las diferentes técnicas de producción afectan la composición de materia seca (14-26%), fibra (14-23%) y proteína cruda (4-8%) presente en el bagazo de manzana (Castillo-Castillo *et al.*, 2016). En los últimos años se ha declarado que el bagazo de manzana es una materia prima que puede ser aprovechada debido a su alto potencial para la producción de combustible y productos químicos, como etanol y xilitol (Serpa *et al.*, 2020). Se estima que este sub-producto puede llegar a representar hasta el 25% del peso del fruto, y su disposición implica costos elevados y contaminación ambiental (O'Shea *et al.*, 2015; Ramos-Aguilar *et al.*, 2017). Por consiguiente, es importante encontrarle valor agregado a este tipo de sub-productos, los cuales, a su vez pueden ser una fuente considerable de carbohidratos como la fibra y el almidón (Lang *et al.*, 2022; Patiño-Rodríguez *et al.*, 2020).

2.3.3. Almidón de Manzana

El almidón de manzana se encuentra directamente relacionado con el estado de maduración del fruto el cual es regulado por procesos fisiológicos y bioquímicos, su crecimiento y desarrollo propician las variaciones en las concentraciones de almidón, en las que frutos de selección comercial suelen tener una concentración de almidón casi nula (Tirado-Gallegos *et al.*, 2018). Los gránulos de almidón de manzana son partículas con forma regular (diámetro promedio = 9.21 μm), en manzanas verdes este carbohidrato está presente hasta en un 15%, y es variante según su maduración, variedad y de estación a estación (Carrín *et al.*, 2004). Se ha evaluado que los almidones presentes en el fruto de la manzana tienen la capacidad de formar películas con propiedades aceptables, atribuido a su contenido significativo de amilosa (Tirado-Gallegos *et al.*, 2018).

2.4. Películas de Almidón de Manzana

2.4.1. Principales Características de las Películas de Almidón de Manzana

La maduración del fruto es un factor importante sobre el contenido de almidón que puedan presentarse en las manzanas y posteriormente la maduración influye sobre las propiedades mecánicas en las películas, se ha comprobado que en películas de almidón de manzana cosechadas a los 70 días después de la plena floración (DDPF) presentaron mejoras mecánicas en comparación de las películas elaboradas con almidón de manzanas cosechadas en los 60, 80 y 90 (Tirado-Gallegos *et al.*, 2018).

Por lo tanto, la amplia variedad en la composición del almidón presente en las fuentes no convencionales, en el que el contenido de amilosa representa un factor importante, permite la producción de nuevos materiales para el envasado con características distintas y versátiles en comparación de las que ofrecen los almidones convencionales (Henning *et al.*, 2022).

2.4.2. Inconvenientes de las Películas de Almidón de Manzana

Las películas a base de almidón representan un gran número de características deseables; sin embargo, sus aplicaciones se limitan por su alta solubilidad y baja resistencia mecánica. Se ha comprobado que las películas de almidón de manzana poseen limitantes asociadas con la etapa de cosecha, manzanas que se han recolectado en los 60, 80 y 90 DDPF aportan diferentes propiedades mecánicas y de barrera, por lo que se ha estudiado la mejora de las propiedades físico-mecánicas (Tirado-Gallegos *et al.*, 2018).

2.4.3. Alternativas Para Solucionar los Inconvenientes de las Películas de Almidón de Manzana

Diversos estudios han buscado obtener mejoras en las propiedades de las películas de almidón, combinándolas con otros componentes orgánicos o mediante el uso de tecnologías de partículas, (Henning *et al.*, 2022). Existen materiales que se añaden para la mejora de las propiedades mecánicas, térmicas, de barrera, entre otras permitiendo hacer materiales similares a los plásticos, los materiales de relleno y de refuerzo otorgan mayor fuerza, los más utilizados son los productos derivados de celulosa, gomas, polímeros sintéticos hidrofóbicos y polímeros de origen vegetal y animal (Salazar *et al.*, 2019). Una de las mejoras que se han evaluado en películas de almidón de manzana fue la adición de ácido elágico, el cual ha demostrado cambios en las propiedades mecánicas, así como en sus capacidades antioxidante y de bloquear la luz UV (Tirado-Gallegos *et al.*, 2018)

2.4.4. Fibras Vegetales en Películas Elaboradas a Base de Almidón

El uso de fibras para el desarrollo de bioplásticos ha destacado un potencial uso para su reforzamiento, debido a su alta disponibilidad, renovabilidad y bajo costo (Fitch-Vargas *et al.*, 2019). En México se cuenta con considerables reservas de material para la obtención de fibras no maderables, obteniéndose de la planta virgen o de los residuos generados por ellas, de esta forma se logran aprovechar los desechos producidos permitiendo crear materiales con buenas aplicaciones (Prado-Martínez *et al.*, 2012).

En los últimos años se ha encontrado que la adición de fibras naturales en la elaboración de bioplásticos a base de almidón ha mejorado sus propiedades mecánicas, térmicas, así como la capacidad de reducir la afinidad por el agua (Fitch-Vargas *et al.*, 2019).

El carácter reforzante que se obtiene de la adición de fibras vegetales se debe a la similitud estructural que presenta con el almidón, lo que permite interacciones intermoleculares entre la matriz polimérica y la fibra (El Halal *et al.*, 2018). El uso de biopolímeros en combinación de fibras naturales puede evitar o al menos contribuir a la reducción de los problemas ambientales destructivos a causa de los materiales derivados del petróleo (Tarique *et al.*, 2021)

En las últimas décadas se han utilizado fibras lignocelulósicas como posible forma de mejorar las propiedades de los polímeros de almidón, debido a su baja densidad y compatibilidad (Ibrahim et al., 2018). La fibra de coco y arroz, son algunos ejemplos de fibras que han sido estudiadas y aplicadas para mejorar las propiedades de la matriz a base de almidón (Ibrahim *et al.*, 2018)

2.5. La Lechuguilla y Su Importancia Económica

2.5.1. Generalidades

Actualmente, se considera que en México existen más de 200 especies de Agave y aproximadamente el 74% de estas son endémicas del país (Campos *et al.*, 2020; Martínez-Salvador *et al.*, 2005). La lechuguilla (*Agave lechuguilla* Torrey) es considerada un recurso forestal no maderable que crece de forma silvestre en las zonas áridas y semiáridas del noreste de México y sur de Estados Unidos de América. En México, la lechuguilla crece en siete estados, siendo su producción de manera natural debido a la inexistencia de cultivos domésticos de *A. lechuguilla*. Por lo que el aprovechamiento de la planta es de manera específica y autorizada por la Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación (SAGARPA) para la protección de la especie y por lo que al menos el 20% de las plantas no deben cosecharse para promover la regeneración (Díaz-Jiménez *et al.*, 2019).

La lechuguilla es un arbusto rosetófilo que llega a medir de 30 a 40 cm de ancho y de 20 a 70 cm de alto, contiene aproximadamente de 11 a 30 hojas, las cuales se forman a partir de una yema conocida como cogollo al cual se le atribuye el 10% de la biomasa total, las hojas maduras son de color verde claro hasta un amarillo verdoso, difusas y erectas, la fibra se obtiene por medio de tallado, eliminando la epidermis de la hoja y de esta manera se separarán las fibras del bagazo (Carmona *et al.*, 2017; Reyes-Agüero *et al.*, 2000). La fibra obtenida de este arbusto, también conocida como "ixtle" es utilizada para elaborar diversos artículos y como materia prima para exportación (Morreeuw *et al.*, 2021), actualmente los residuos generados tras el tallado (guishe) y la biomasa de los cogollos se están utilizando como materia prima para la producción de energía y bioproductos (Díaz-Jiménez *et al.*, 2019; Morales-Martínez *et al.*, 2020; Oliva-Rodríguez *et al.*, 2019; Ortíz-Méndez *et al.*, 2017; Ríos-González *et al.*, 2021).

2.5.2. Importancia Económica

La lechuguilla ha sido una de las plantas que se han recolectado continuamente desde el siglo XIX, siendo un elemento fundamental en la economía para muchas familias campesinas, así mismo, representa la materia prima de diversas empresas para la elaboración de diferentes productos a nivel nacional e internacional (Reyes-Agüero *et al.*, 2000).

Los usos y la utilidad de este recurso natural son muchos y diversos, por ejemplo, la fibra de lechuguilla se utiliza en cepillos para pulir metales, en la elaboración de muebles, como relleno para asientos de automóviles, alfombras y cepillos de limpieza (Berlanga *et al.*, 1992; Flores y Perales, 1989; Pando-Moreno *et al.*, 2008). Una de las principales ventajas de la lechuguilla frente a otras especies de agave, es que se puede cosechar más de una vez sin necesidad de sacrificar toda la planta (Díaz-Blanco *et al.*, 2018). Se estima que su productividad anual es de 4 ton/ha, con una precipitación promedio de 427 mm (Díaz-Blanco *et al.*, 2018; Escamilla-Treviño, 2012). A pesar del potencial y los diversos usos que se le atribuyen, requiere de un mayor manejo para promover y proteger el recurso, por lo que el aprovechamiento de la planta permite ser una alternativa interesante (fácil, económica y eficiente) para su revalorización (Díaz-Jiménez *et al.*, 2019; Pando-Moreno *et al.*, 2008).

2.5.3. Celulosa de Lechuguilla

La celulosa es el principal componente en las paredes de las plantas, corresponde a un polisacárido formado por cadenas lineales de β (1,4)-D-glucopiranosa, y se considera como el bio-polímero más abundante en la naturaleza y de amplio uso en industrias de papel y textiles (Jiménez-Muñóz et al., 2016). Presenta una alta cristalinidad debido a los fuertes enlaces de hidrogeno intra e intermoleculares lo cual confiere a los materiales a base de celulosa una gran rigidez y resistencia (Jiang *et al.*, 2022). Las fibras aisladas de *A. Lechuguilla* están constituidas de 80% celulosa, 5% hemicelulosa y 15% de lignina, siendo un recurso renovable, destaca el interés como materia prima para la producción de nuevos productos obtenidos por funcionalización química (Vieira *et al.*, 2002). El uso de celulosa en los últimos años ha resultado ser un componente de interés debido a

su abundancia, biodegradabilidad y renovación prometedora, por lo que se sabe que la inclusión de celulosa en el diseño de biomateriales da como resultado mejora en sus propiedades mecánicas y reducción de costos (Rosli *et al.*, 2019).

La celulosa se considera adecuada para el reforzamiento de películas a base de almidón debido a la estructura y polaridad similar (Jiang *et al.*, 2022). Debido al interés del uso de polímeros, en las últimas décadas se han evaluado las aplicaciones de diferentes fuentes ligno-celulósicas para el desarrollo de películas biodegradables, un recurso de ligno-celulosa no maderera es el agave de lechuguilla *Torrey*, por ser una planta altamente fibrosa (Nepomuceno *et al.*, 2017).

Por lo tanto, una metodología de adición apropiada acompañada de un tipo de modificación química en la celulosa podría mejorar las propiedades de las películas (Jiang *et al.*, 2022). En este sentido, se ha estado trabajando con fibras modificadas de *Agave tequilana* como relleno para el desarrollo y mejora mecánica en la elaboración de películas biodegradables (Sifuentes-Nieves *et al.*, 2021). Hasta el momento, es nula la información disponible sobre el estudio de la adición de fibras de *A. lechuguilla* en las propiedades de las películas biodegradables a base de almidón, por lo cual se convierte en un área de interés para el aprovechamiento del recurso.

2.6. Estrategias Para el Refuerzo de Películas de Almidón

2.6.1. Modificaciones Químicas de Fibras

La eficacia de la capacidad reforzante con la adición de fibras vegetales depende de factores como el origen de la celulosa, sus características fisicoquímicas y el método de preparación de las películas (El Halal *et al.*, 2018). Agregar fibras naturales a los bioplásticos a base de almidón, mejora sus propiedades mecánicas y térmicas, a pesar de la afinidad ante el almidón y la celulosa suele ser necesaria la modificación de la superficie (Fitch-Vargas *et al.*, 2023), esto debido a que el carácter hidrofílico de las fibras nativas representa un gran número de grupos hidroxilo lo cual dificulta la aplicación con medios no polares (Foresti *et al.*, 2014). Los tratamientos químicos mayor empleados para la eliminación parcial de lignina y hemicelulosas en las fibras son los tratamientos de blanqueo, álcali y la acetilación los cuales permiten un aumento en el contenido de

la celulosa presente en la fibra, así como la exposición de los grupos hidroxilo en la celulosa lo cual permite aumentar la reacción de la unión química entre la matriz y la fibra (Wang *et al.*, 2014).

2.6.2. Acetilación

En las últimas décadas se han propuesto diversas metodologías para la obtención de una esterificación heterogénea en celulosa, la acetilación es un proceso de modificación química en la cual permite que los grupos acetilo hidrófobos sustituyan una parte de los grupos hidroxilo presentes en la matriz de la fibra logrando una mayor afinidad (Fitch-Vargas et al., 2023). Los tratamientos en las fibras modifican su humectabilidad, así como pueden tener la capacidad de eliminar compuestos no celulósicos y con esto tener mayor contenido de celulosa expuesta, logrando mejoras en la interacción mecánica entre las fibras (Wang et al., 2014). Estos cambios dependerán en gran medida del grado de sustitución (GS), los cuales corresponden al promedio de los grupos hidroxilo sustituidos por unidades de anhidroglucosa, siendo el número máximo teórico de GS de 3, los cuales determinan el uso por diversos campos en la industria química, farmacéutica, alimentaria, entre otras, cuando el GS se reduce la tensión superficial e interfacial también se reduce, lo que refleja la importancia de la fracción hidrofóbica (Rendon-Villalobos et al., 2019). La acetilación de fibras de celulosa ha cobrado popularidad en los últimos años, debido al interés de conseguir materiales con propiedades similares a las fibras sintéticas mediante la producción de nuevos biopolímeros (Pinos y Braulio, 2018). La acetilación corresponde a uno de los métodos más utilizados para la obtención de acetato de celulosa (CA) mejorando la estabilidad de la celulosa en ambientes húmedos, así como favorecer su dispersión en matrices hidrofóbicas (Marín et al., 2014). Fitch-Vargas et al. (2019) han estudiado materiales acetilados como lo son almidones y fibras naturales provenientes de caña de azúcar en los que resaltan las mejoras que han obtenido al modificar estas matrices, reportando una mayor estabilidad en los biocompuestos elaborados, asociándolos como aceptables por la capacidad de mantener su integridad por un tiempo determinado y con altas capacidades en aplicaciones como empaques (Fitch-Vargas et al., 2019).

3. JUSTIFICACIÓN

Debido al problema de contaminación ambiental, ocasionado por el uso indiscriminado de los materiales plásticos comunes, se propone la elaboración de películas biodegradables a partir de almidón de manzana debido a que se considera una fuente no convencional poco explorada. Se plantea, además, la utilización de fibra de lechuguilla, otro material biodegradable con carácter reforzante, la cual representa un recurso natural renovable poco investigado o aprovechado.

4. HIPÓTESIS

La inclusión de las microfibras (obtenidas de celulosa de lechuguilla) acetiladas en diferentes grados (indicados por el tiempo de acetilación por 1 y 3 h) disminuirá el carácter hidrofílico de las películas de almidones de manzana (una fuente no convencional) y maíz (una fuente comercial) e impactará positivamente en sus propiedades mecánicas de tensión a la fractura y porcentaje de elongación.

5. OBJETIVOS

5.1. Objetivo General

Elaborar y caracterizar las propiedades fisicoquímicas, mecánicas y el carácter hidrofílico de películas de almidón de manzana reforzadas con microcelulosa acetilada (MCA) en dos niveles de acetilación y en diferentes cantidades, y comparar el efecto de la MCA con películas de almidón de maíz.

5.2. Objetivos Específicos

- Determinar las propiedades reológicas de soluciones formadoras de película (SFP) de las formulaciones de almidones de maíz y manzana y con la adición de la MCA (en diferentes grados y cantidades) mediante estudios de curvas de flujo en estado estacionario.
- Evaluar las propiedades estructurales y/o moleculares de las formulaciones de películas mediante espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (EITF).
- Caracterizar las propiedades físicas y térmicas de las diversas formulaciones mediante la evaluación de grosor, densidad, color, calorimetría diferencial de barrido (CDB) y determinar sus propiedades mecánicas.
- Evaluar el carácter hidrofílico de las películas mediante estudios de humedad, poder de hinchamiento, solubilidad, ángulo de contacto y permeabilidad al vapor de agua (PVA).

6.MATERIALES Y MÉTODOS

6.1 Materiales

El almidón se obtuvo a partir de manzanas *Golden Delicious Smothee* las cuales se cosecharon a 70 días después de la plena floración (DDPF) de la huerta "La Campana" en Ciudad Cuauhtémoc, Chihuahua, México. La extracción del almidón se realizó por molienda húmeda de acuerdo con el método reportado por Singh *et al.* (2005) modificado por Tirado-Gallegos *et al.* (2016). La microcelulosa de lechuguilla se obtuvo a partir de agaves *Torrey* de Saltillo, Coahuila, México.

La microcelulosa de lechugulila se obtuvo a partir de agaves *Torrey* de Saltillo, Coanulla, Mexico. La acetilación de la microcelulosa se realizó de acuerdo con el método reportado por Foresti *et al*. (2014) con modificaciones en los tiempos de reacción, las cantidades de fibra y reactivos utilizados.

6.2. Métodos

6.2.1. Acetilación de las Microfibras de Celulosa y Evaluación de los Grados de Sustitución (GS)

Para llevar a cabo la acetilación de las microfibras de celulosa se utilizó el método modificado por Foresti *et al.* (2014). Se pesaron 18 g de microcelulosa nativa (MNat) con 4.23 g de ácido tartárico y 450 mL de anhidrido acético. Posteriormente se calentó a 120 °C con agitación y recirculación de agua por 1 y 3 h para obtener dos niveles diferentes de acetilación, y finalmente se filtró con papel filtro estándar (5-11 μm) hasta alcanzar un pH neutro (pH = 7) para finalmente secar en un horno Ecoshel (Modelo 9023A, Estados Unidos de América) por 12 h a 50 °C.

6.2.2. Reología de las Soluciones Formadoras de Película (SFP)

Se elaboraron SFP con dos tipos de almidones (maíz y manzana) utilizando 4% de almidón, 2% glicerol, agua, microcelulosa de lechuguilla (MCL) en tres concentraciones (2, 3 y 4% p/p) en estado nativo y acetilado para preparar 90 g. La SFP se dejó enfriar y se sometió a agitación en placa a temperatura ambiente (25 ± 5 °C), para evaluar su comportamiento reológico mediante curvas de flujo en estado estacionario, empleando la metodología descrita por Zamudio-Flores *et al.* (2013), para lo cual se utilizó un reómetro AR1500ex (TA Instruments, Ltd., New Castle, DE, EUA). Se utilizó una geometría de acero inoxidable de 60 mm de diámetro y un gap de 500 μm. Las pruebas reológicas se realizaron a velocidades de corte desde 5 hasta 500 s⁻¹. Los comportamientos de flujo se analizaron mediante el empleo del modelo Ley de Potencia:

$$\sigma = k \gamma^n$$
 (1)

Donde σ es el esfuerzo cortante (Pa), γ es la velocidad de corte (s⁻¹), k es el índice de consistencia (Pa·sⁿ), y n (adimensional) es el índice de comportamiento de flujo. La determinación se realizó al menos por triplicado para cada una de las formulaciones, esto con la finalidad de caracterizar el comportamiento reológico de las SFP y determinar las variables n y k.

6.2.3. Elaboración de Películas

Para la elaboración de las películas se utilizó el método descrito por Zamudio-Flores *et al.* (2015) con modificaciones. La solución formadora de película (traducida del inglés, literalmente como solución filmogénica, la cual abreviamos como SFP) se realizó en una placa de calentamiento Corning (Modelo PC-620D, EUA), iniciando a una temperatura de 24 °C y calentando progresivamente a una temperatura de 85 °C. La temperatura se mantuvo 15 min con una velocidad de 400 rpm. Después, la SFP se enfrió a 70 °C y se adicionó el plastificante a una concentración de 1.8 g por cada 90 g de solución, continuando con la agitación por 15 min a 400 rpm. Las películas

se prepararon por "casting" (vaciado en placa), depositando las suspensiones gelatinizadas en cajas de Petri de poliestireno (P100), y se secaron a temperatura ambiente e ($25 \pm ^{\circ}$ C) por 48 h. Las películas formadas se desprendieron y se acondicionaron en desecadores con una solución saturada de bromuro de sodio (HR = $50 \pm 5\%$) por 24 h. Finalmente, las películas se almacenaron en bolsas herméticas (Ziploc®, Johnson y Sons, Inc., Racine, WI, EUA) hasta su caracterización.

6.3. Caracterización de las Películas en Función de Estudios Físico-Químicos y de Permeabilidad al Vapor de Agua

6.3.1. Evaluación de Color

Para evaluar el color de la superficie de las películas, se utilizó un colorímetro Minolta CR-300 (Minolta, Osaka, Japón), calibrado con un mosaico de calibración de transmitancia cero CM-A100. Para lo cual se tomaron cinco medidas en posiciones aleatorias en la película utilizando la escala CIE L*, a*, b* de acuerdo con la metodología reportada por Abedinia *et al.* (2018).

6.3.2. Contenido de Humedad, Solubilidad e Hinchamiento

Para la determinación de estas variables se utilizó la metodología descrita por Homez-Jara *et al*. (2018) con modificaciones, estas consistieron en que el tiempo de agitación para la determinación de solubilidad se redujo de un tiempo de 24 h de agitación constante a 1 min de agitación y 59 min en reposo, los tiempos de secado se redujeron a 2 h. Se determinó el contenido de humedad, solubilidad e hinchamiento, utilizando piezas de 2 × 2 cm de cada muestra. Para determinar el contenido de humedad de las muestras, se colocaron en charolas de aluminio a peso constante, se pesaron (P₀) y se llevaron a 105 °C por 2 h para determinar el contenido de humedad, posteriormente, las muestras se llevaron a enfriar en un desecador para tomar su peso (P₁), determinando el contenido de humedad a partir de la fórmula:

Contenido de humedad =
$$\left[\frac{(P0-P1)}{P0}\right] \times 100$$
 (2)

Para la determinación de la solubilidad, la muestra se adicionó en a un vaso de precipitado con 50 mL de agua destilada, permaneciendo en agitación constante (250 rpm) en una placa de calentamiento y agitación controlada (Thermo Scientific Modelo Cimarec, EUA) por 1 min a 25 °C, posteriormente se mantuvieron en reposo por 59 min. El porcentaje de materia soluble (%) solubilidad se calculó mediante la fórmula:

% Solubilidad =
$$\left[\frac{(P1-P3)}{P1}\right] \times 100$$
 (3)

Para determinar el poder de hinchamiento en las muestras, se recuperó la muestra en un colador con un filtro de cafetera para tomar el peso húmedo de las muestras (P₂), finalmente, cada muestra se llevó a una estufa a 105 °C por 2 h para su secado y obtener su peso final (P₃).

% Poder de hinchamiento =
$$\left[\frac{(P2-P1)}{P1}\right] \times 100$$
 (4)

6.3.3. Composición y Tipo de Enlaces Presentes en las Películas por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (EITF)

Se realizaron determinaciones por EITF (espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier) con el complemento de reflectancia total atenuada (ATR) marca Perkin ElmerTM (modelo Spectrum Two, Perkin Elmer Inc., Bucks, UK), para lo cual se colocó una pequeña fracción de muestra en el lector de cristal del equipo, registrando un promedio de tres espectros para cada repetición de muestra de cada tratamiento, con 32 barridos por lectura a una resolución de 4 cm⁻¹ en la región de 4000 a 550 cm⁻¹. La presencia de vibraciones del almidón y la celulosa se localizó dentro de la región 1,022 cm⁻¹ y 1,080 cm⁻¹ de acuerdo con la técnica reportada por Yao *et al.* (2021).

6.3.4. Determinación del Grosor

Para determinar el grosor de las películas se utilizó la metodología descrita por Wang *et al.* (2022) cada película se midió mediante un micrómetro digital Mitutoyo (Modelo Digimatic 293-340, Kanagawa, Japón) con una precisión de 0.001 mm, abarcando 10 puntos aleatorios y considerando el área total de la película. El grosor promedio representativo de cada formulación se determinó a partir de cinco películas. Los valores se reportaron como promedios ± error estándar.

6.3.5. Determinación de la Densidad de las Películas

Para determinar la densidad de las películas se utilizó la metodología descrita por Wang *et al*. (2022) con modificaciones en el tamaño de muestra, la muestra se cortó de forma rectangular (20 × 30 mm). La densidad de la película (ρ) se determinó de acuerdo a la siguiente formula:

$$\rho = \frac{m}{v} \qquad (5)$$

Donde, m es el peso de la película rectangular (g), y v es el volumen de la película.

6.3.6. Ángulo de Contacto (AC)

El ángulo de contacto se determinó mediante la norma ASTM D7334-08 (práctica estándar para la humectabilidad superficial de recubrimientos, sustratos y pigmentos mediante la medición del ángulo de contacto avanzado). Se aplicó una gota de 20 μL de agua destilada a 20 °C a la muestra (película) de forma rectangular (20 × 20 mm) y se fotografió con un microscopio óptico digital, utilizando la metodología descrita por Salgado-Delgado *et al.* (2022).

6.3.7. Determinación de la Permeabilidad al Vapor de Agua (PVA)

La permeabilidad al vapor de agua (PVA) de las películas (expresada como g/m s Pa \times 10⁻¹¹) se obtuvo gravimétricamente de acuerdo con la norma ASTM E-96-80, 1989, siguiendo la metodología descrita por Yao *et al.* (2021), con modificaciones en el tamaño de las muestras de las películas en forma circular con un diámetro de 9 cm, se acondicionaron en un desecador con una humedad relativa de 52% provista por una solución salina saturada de bromuro de sodio (25 \pm 3 °C, 48 h). Posteriormente se colocaron cuidadosamente sobre la parte superior de las celdas de prueba. En el interior de las celdas se colocó sílica gel para generar una humedad relativa \approx 0%; cada celda se colocó en un desecador, el cual contenía una solución saturada de cloruro de sodio (el cual generó una humedad relativa de 60%). Se registraron los cambios de peso de las celdas cada hora por al menos 6 h. Se realizó un análisis de regresión lineal de los datos registrados de la ganancia de peso en función del tiempo para calcular la velocidad (también llamado coeficiente) de transmisión de vapor de agua (VTVA o CTVA). Todas las pruebas se realizaron a una temperatura de 25 \pm 3 °C por cuadruplicado para cada formulación.

Para su cálculo se utilizó la siguiente ecuación:

$$WVP = \frac{W \times x}{t \times A \times \Lambda P}$$
 (6)

Donde W corresponde al incremento de peso de la sílica gel (g), x es el grosor de la película (m), t es el tiempo transcurrido (s), A es el área de permeación de la película (m²), y ΔP es la diferencia de presión entre las superficies de la película (en Pa).

6.3.8. Determinación de las Propiedades Mecánicas

Las pruebas mecánicas consistieron en la determinación de la tensión a la fractura (TF), porcentaje de elongación (%E) y el módulo de elasticidad (ME) de acuerdo con el método ASTM-882-95a utilizando la metodología descrita por Zamudio-Flores *et al.* (2015). Para lo cual se emplearon diez

tiras (con las dimensiones de 60 × 10 mm) para cada formulación de película. El grosor se midió en 10 puntos aleatorios a lo largo de cada tira usando un micrómetro (Mitutoyo, Kobe, Japón). El promedio del grosor se utilizó para determinar el área de sección transversal sobre la cual se ejerció la fuerza de tensión. Las películas se sometieron a una prueba de tensión en un texturómetro TAXT-Plus (Stable Micro Systems, Surrey, UK), con el software Exponent lite (versión 4.0) con una celda de carga de 30 kg y una separación ente las mordazas de 4 cm. Las pruebas de tensión se realizaron a una velocidad de deformación de 20 mm min⁻¹. La TF se calculó por la división de la fuerza máxima sobre la muestra durante la fractura entre el área de sección transversal (Área = grosor promedio × ancho). El %E se determinó como el porcentaje del cambio (deformación de Cauchy). El ME se determinó de la pendiente obtenida del comportamiento lineal de la curva de esfuerzo-deformación.

6.3.9. Análisis Térmico por Calorímetro Diferencial de Barrido (CDB)

Para la determinación de las propiedades térmicas de las películas, se utilizó la metodología descrita por Tirado-Gallegos *et al.* (2018), empleando un calorímetro diferencial de barrido modelo DSC4000 (Perkin ElmerTM, Inc., Bucks, UK). Para esto, las películas previamente acondicionadas en un desecador con sílica gel, se cortaron en pequeñas fracciones de un peso de 3 mg para posteriormente sellarlas herméticamente en recipientes de aluminio vacíos, calentándolas a la temperatura de 35 a 300 °C, con una velocidad de calentamiento de 20 °C/min. Se obtuvieron las variables T_o (temperatura de inicio de fusión), T_p (temperatura pico de fusión), T_f (temperatura final de fusión) y ΔH (cambio de entalpia) realizando al menos un triplicado para cada tratamiento.

6.4. Análisis Estadístico

Se utilizó un diseño experimental completamente aleatorizado con un tamaño de muestra de al menos tres ($n \ge 3$) por cada análisis realizado. Los resultados se analizaron mediante un análisis de varianza (ANDEVA) de una vía, y cuando se observaron diferencias significativas, las las medias se separaron mediante la prueba de Tukey ($p \le 0.05$).

7.RESULTADOS Y DISCUSIÓN

7.1. Acetilación de las Microfibras de Celulosa y Evaluación de los Grados de Sustitución (GS)

Las modificaciones químicas pueden mejorar la solubilidad, la viscosidad y las propiedades de formación de películas, siendo la acetilación un método que implica la sustitución de los grupos hidroxilo de las fibras por grupos acetilo (Yu *et al.*, 2019). El grado de sustitución (GS) de la MCL acetiladas determinado mediante la titulación fue de 0.28 y 0.47 correspondiente a 1 y 3 h respectivamente, lo que confirmó la acetilación exitosa de la microcelulosa de lechuguilla. Los grados de sustitución aprobados por la Administración de Alimentos y Medicamentos (FDA) van en un rango de 0.01–0.4, para su uso en alimentos para proveer estabilidad y textura (Rendon-Villalobos *et al.*, 2011). Foresti et al. (2014) reportaron el nivel de sustitución en nanofibras en un rango de 0.35 a 0.56, en un intervalo de 1 a 3 h, en el que destacan un ligero incremento en el valor de GS a 7 h de reacción con una obtención de tan solo 0.50 GS, observando una mayor interacción en la primera etapa de acetilación, considerando un efecto restringido debido a la ausencia de solventes.

7.2. Evaluación Reológica de las Soluciones Formadoras de Película (SFP)

En el Cuadro 2 se muestran los valores de las evaluaciones reológicas realizadas en las soluciones formadoras de película (SFP) para la determinación de las variables "k" (índice de consistencia) y "n" (índice de comportamiento de flujo); así como también se observa la bondad de ajuste (R²). Como se puede apreciar, todas las SFP se ajustaron adecuadamente (R > 0.950) al modelo de la Ley de Potencia, indicando que la bondad del ajuste fue adecuado al comportamiento descrito mediante esta ecuación. En relación a la variable "k", observamos que en las formulaciones de las películas de almidón de maíz (PMaiz); así como en sus formulaciones acetiladas de manzana (PMaizMCLacet1h, PManzMCLacet1h y PManzMCLacet3h) este valor de "k" incrementó al aumentar las concentraciones de microcelulosa de lechuguilla (MCL). Estos incrementos se

evidenciaron en mayor medida en la película de almidón de maíz (PMaiz), con valores que incrementaron progresivamente en 19, 77 y 254% cuando se adicionó la MCL al 2, 3 y 4%, respectivamente; sin embargo, en las formulaciones de almidón de maíz con MCL acetilada por 3 h (PMaizMCLacet3h) y en las películas de almidón de manzana (PManz) no se observaron incrementos con la adición de MCL.

Es importante considerar que la determinación reológica se realiza con la finalidad de observar si una SFP es un material adecuado puede ser esparcido de manera uniforme en la placa, superficie o soporte donde se formará la posterior película (López *et al.*, 2008; López-Echevarria *et al.*, 2023; Mali *et al.*, 2005). Esto, a su vez está subordinado a que se realice la gelatinización completa del almidón en las condiciones adecuadas de calor y humedad, así como de la presencia de agentes plastificantes (polioles) y agua suficiente para otorgarle la flexibilidad necesaria a la película al disminuir el esfuerzo de tensión a la fractura por el debilitamiento de las fuerzas intermoleculares (Aghazadeh *et al.*, 2018; Kramer, 2009). Finalmente, la comprensión del comportamiento reológico de la SFP o de la suspensión de la cubierta es un factor crítico clave en el escalamiento del proceso debido a que en la técnica de asperjado se requiere preferiblemente que la SFP tenga una baja viscosidad; mientras que, en la técnica de inmersión, es preferible una solución de recubrimiento de mayor viscosidad (García *et al.*, 2009).

Cuadro 1. Variables reológicas en las soluciones formadoras de película (SFP) mediante el modelo de Ley de Potencia.

SFP -		Variable reológica	
566	$k (Pa \times s^n)$	n (adimensional)	\mathbb{R}^2
PMaiz	$0.752 \pm 0.068^{\mathrm{f}}$	0.602 ± 0.016^{b}	0.981 ± 0.566
PMaizMCL2%	0.895 ± 0.032^{d}	0.619 ± 0.009^{b}	0.996 ± 0.575
PMaizMCL3%	1.329 ± 0.071^{c}	0.623 ± 0.012^{b}	0.997 ± 0.001
PMaizMCL4%	2.665 ± 0.367^{b}	$0.577 \pm 0.024^{c,d}$	0.996 ± 0.0004
PMaizMCLacet1h2%	0.982 ± 0.049^{d}	0.636 ± 0.008^{b}	0.995 ± 0.001
PMaizMCLacet1h3%	1.672 ± 0.075^{c}	0.616 ± 0.008^{b}	0.997 ± 0.001
PMaizMCLacet1h4%	5.235 ± 0.088^{a}	0.493 ± 0.007^{d}	0.999 ± 0.0004
PMaizMCLacet3h2%	5.134 ± 0.837^{a}	0.474 ± 0.019^{d}	0.992 ± 0.0003
PMaizMCLacet3h3%	3.539 ± 0.325^{a}	0.528 ± 0.020^{c}	0.992 ± 0.003
PMaizMCLacet3h4%	4.769 ± 0.600^{a}	0.493 ± 0.022^{d}	0.969 ± 0.011
PManz	$0.754 \pm 0.014^{\rm f}$	0.669 ± 0.001^{b}	0.996 ± 0.575
PManzMCL2%	0.385 ± 0.010^{h}	0.735 ± 0.005^{a}	0.997 ± 0.575
PManzMCL3%	0.240 ± 0.003^{i}	0.786 ± 0.0002^{a}	0.997 ± 0.576
PManzMCL4%	0.660 ± 0.078^{g}	0.697 ± 0.022^{b}	0.992 ± 0.573

PManzMCLacet1h2%	0.447 ± 0.009^{h}	0.746 ± 0.001^{a}	0.995 ± 0.575
PManzMCLacet1h3%	1.213 ± 0.064^{c}	0.677 ± 0.010^{b}	0.998 ± 0.576
PManMCLacet1h4%	1.353 ± 0.043^{c}	0.653 ± 0.007^{b}	0.998 ± 0.576
PManzMCLacet3h2%	0.370 ± 0.038^{h}	$0.709 \pm 0.007^{a,b}$	0.998 ± 0.576
PManzMCLacet3h3%	1.381 ± 0.048^{c}	0.615 ± 0.003^{b}	0.999 ± 0.577
PManzMCLacet3h4%	2.041 ± 0.028^{b}	$0.593 \pm 0.010^{b,c}$	0.996 ± 0.575

^{*}Media aritmética de al menos tres repeticiones ($n \ge 3$) \pm error estándar. Valores promedio con letras iguales en cada columna no son estadísticamente diferentes (p > 0.05).

7.3. Evaluación de Color

Para poder sugerir una potencial aplicación de las películas (como materiales de empaque) es necesario evaluar el color de estas. Aunado a lo anterior, para algunas aplicaciones es importante que la película no interfiera en la coloración del factible producto en el que se pueda utilizar y en algunos casos, la protección del producto de factores físicos como la luz es necesaria para evitar la rancidez (Zamudio-Flores et al., 2009). En el Cuadro 3 se observa el resultado de la evaluación de color de los almidones nativos de maíz (ANatMaiz) y de manzana (ANatManz), de la microfibra nativa de celulosa (MNat), y de las fibras acetiladas a los dos diferentes tiempos de reacción (1 y 3 h). En los almidones nativos, no se observaron diferencias significativas (p > 0.05) en el factor de luminosidad (L*) presentando valores de L* \approx 100. Estos valores cercanos a 100 en la variable L*, ya han sido previamente reportados en la literatura científica en almidones nativos obtenidos de granos de tres variedades de maíz criollo (azul, blanco y Jala con valores L* ≈ 97, 100 y 96, respectivamente) y de una variedad de maíz híbrido (L* ≈ 100) los cuales se obtuvieron de campos comerciales en México (Bustillos-Rodríguez et al., 2019); mientras que en relación a la muestra de almidón nativo de manzana, de igual forma se han reportado valores de L* ≈ 98 en almidones aislados de manzanas cosechadas a dos estados de madurez (60 y 90 días después de plena floración) obtenidos por dos métodos diferentes de aislamiento (Tirado-Gallegos et al., 2016). Claramente se evidenció un menor valor de L* (≈ 83) en la muestra de la microfibra nativa (MNat) sin que los tratamientos por acetilación a 1 h y 3 h afectaran significativamente (p > 0.05) el resultado de esta variable. Diversas publicaciones han reportado que el tratamiento por acetilación no afecta de manera significativa el valor L* en muestras de almidones de fuentes no convencionales, como los que son aislados del fruto de plátano, esto implicaría que la reacción por acetilación no interfiere con la degradación de los principales compuestos que repercuten en la coloración de estas muestras (Zamudio-Flores *et al.*, 2010).

De manera general, se observó que al adiconar la fibra nativa de celulosa (MNat) en las películas de almidón (independientemente de la fuente botánica) disminuyó el factor de luminosidad (L*) y esta disminución fue mayor cuando se incrementó la cantidad de MCL adicionada (Cuadro 3). Esto comportamiento estaría entonces directamente relacionado con las características físicas de color que presentó la MNat, ya que su valor L* (\approx 83) fue significativamente menor en comparación con los valores de L* (\approx 99) determinados en los almidones nativos (Cuadro 3). Como se puede apreciar, las películas de almidón (maíz y manzana) presentaron los mayores valores del factor de luminosidad (L*), sin que se observaran diferencias significativas (p > 0.05) entre estas formulaciones en dicha variable, siendo cercanos al valor 100, el cual se considera un material blanco (Zamudio-Flores *et al.*, 2006). Los valores obtenidos de L* (evaluados de las películas de almidones de maíz y manzana) son ligeramente superiores a los valores reportados por Tirado-Gallegos *et al.* (2018) en películas de almidones de manzanas obtenidas a 60, 70, 80 y 90 DDPF (L* \approx 95-96).

Como se puede apreciar (Cuadro 4), la adición de MCL causó un efecto significativo (p \leq 0.05) en todas las variables de color (L*, a, b, croma y °hue), incluso, a la menor cantidad (2%) en las formulaciones de las películas de ambos almidones (maíz y manzana). Esto indicaría que el aspecto físico (visual) de las películas cambia significativamente con la adición de MCL, y estaría relacionado directamente con el color y aspecto de la fibra de MCL, lo que repercutiría en la textura de las películas (Figura 1). Lo anterior se observa con la disminución en el valor del factor de luminosidad (L*), el cual osciló desde \approx 95 (para las películas controles) hasta \approx 84 y 81 para las películas de almidón de maíz y de manzana con 4% de MCL, respectivamente. Es posible visualizar una mayor rugosidad o heterogeneidad en la textura de las películas al momento de adicionar la MCL en comparación con ambos controles (películas de almidón de maíz y manzana); sin embargo, las películas no presentaron poros o fracturas, aún a la mayor cantidad (4%) de MCL adicionada.

Cuadro 2. Evaluación de color en las muestras de almidones nativos de maíz (ANatMaiz), manzana (ANatManz), microcelulosa nativa (MNat) y acetiladas a 1 h (MCLacet1h) y 3 h (MCLacet3h).

Muestra	Variables de color					
Muestra	L	a	b	Croma	°hue	
ANatMaiz	99.49 ± 0.06^{a}	-1.25 ± 0.01^{e}	4.32 ± 0.07^{c}	4.49 ± 0.06^{c}	106.13 ± 0.34^{a}	
ANatManz	98.64 ± 0.19^{a}	0.18 ± 0.01^{c}	0.06 ± 0.02^{d}	0.19 ± 0.01^{d}	5.53 ± 0.60^{d}	
MNat	82.53 ± 0.09^{b}	0.14 ± 0.03^{d}	15.05 ± 0.02^{b}	15.05 ± 0.02^{b}	89.53 ± 0.12^{b}	
MCLacet1h	83.33 ± 0.19^{b}	2.00 ± 0.01^{b}	20.25 ± 0.13^{a}	20.33 ± 0.13^{a}	84.43 ± 0.07^{c}	
MCLacet3h	83.52 ± 0.15^{b}	2.18 ± 0.02^a	19.94 ± 0.04^{a}	20.06 ± 0.04^{a}	83.83 ± 0.03^{c}	

^{*}Media aritmética de al menos tres repeticiones ($n \ge 3$) \pm error estándar. Valores promedio con letras iguales en cada columna no son estadísticamente diferentes (p > 0.05).

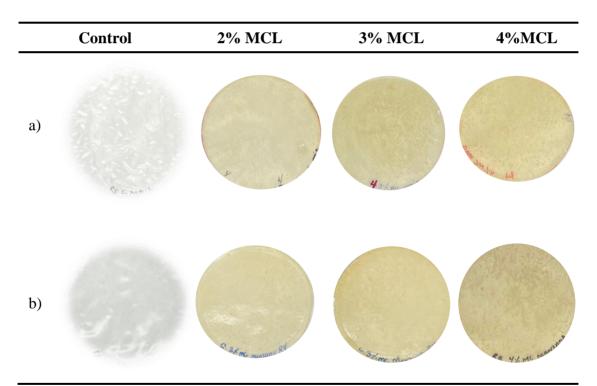


Figura 1. Imágenes de las películas: a) Almidón de maíz y con microcelulosa de lechuguilla (MCL), y b) Almidón de manzana y con microcelulosa de lechuguilla (MCL).

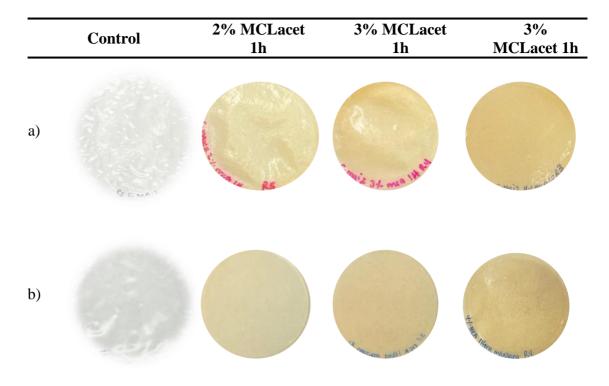


Figura 2. Imágenes de las películas: a) Almidón de maíz y con microcelulosa de lechuguilla acetilada (MCLacet1h). y b) Almidón de manzana y con microcelulosa de lechuguilla acetilada (MCLacet1h).

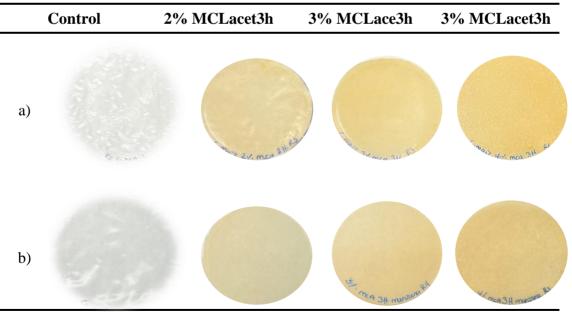


Figura 3. Imágenes de las películas: a) Almidón de maíz y con microcelulosa de lechuguilla acetilada (MCLacet3h), y b) Almidón de manzana y con microcelulosa de lechuguilla acetilada (MCLacet3h).

Los resultados de las variables de color de las películas control están de acuerdo con los valores reportados recientemente en la literatura científica sobre películas de almidón de manzana (L* ≈ 95, coordenada a ≈ 0.20 y coordenada b ≈ 2.00 ; reportado por Tirado-Gallegos et al., 2018) y en películas de almidón de maíz (L* \approx 90.0, coordenada a \approx -15.4 y coordenada b \approx 27.0; reportado por Ardjoum et al. (2022). Algunos estudios han evaluado el efecto que presentan algunos derivados esterificados de la celulosa, como son la metil-celulosa y la carboximetil-celulosa en películas de almidón. Por ejemplo, Arik Kibar y Us (2017) elaboraron películas compuestas de almidón de maíz con metil-celulosa y carboximetil-celulosa, plastificadas con glicerol o con polietilenglicol (PEG), observando que las películas plastificadas con glicerol presentaron una matriz homogénea, con una superficie suave; mientras que las películas plastificadas con polietilenglicol (PEG) presentaron una discontinuidad superficial, la cual atribuyeron a una separación de las fases (Arik Kibar & Us, 2017. En términos concretos y de acuerdo con los resultados de la evaluación de color y la apariencia física de las películas, podemos inferir que todas las películas presentaron una cierta tonalidad amarilla, la cual fue mayor en las películas control (independientemente del tipo de almidón) y que esta tonalidad cambió ligeramente hacia una tonalidad gris o café cuando se adicionó la MCL de manera proporcional a la cantidad de MCL adicionada en las películas control.

Cuadro 3. Variables de color en las películas control (maíz y manzana) y adicionadas con diferentes concentraciones de microcelulosa de lechuguilla (MCL)*.

Película -	Variables de color				
Pencuia	L*	a	b	Croma	°hue
PMaiz	96.31 ±	-0.23 ±	3.30 ± 0.05^{i}	3.30 ± 0.05^{i}	94.41 ±
	0.06^{a}	0.04^{e}			0.27^{a}
PMaizMCL2%	$89.74 \pm$	$-1.42 \pm$	$16.46 \pm$	$16.57 \pm$	$94.81 \pm$
	0.16^{c}	0.07^{h}	0.12^{g}	0.08^{g}	0.23^{a}
PMaizMCL3%	$86.20 \pm$	$-0.99 \pm 0.$	$19.68 \pm$	$19.69 \pm$	$92.84 \pm$
	$0.10^{d,e}$	05^{g}	$0.08^{\mathrm{e,f}}$	$0.08^{\mathrm{e,f}}$	0.14^{c}
PMaizMCL4%	$83.93 \pm$	$-1.06 \pm$	$22.31 \pm$	$22.33 \pm$	$92.64 \pm$
	$0.21^{\rm f}$	0.03^{g}	0.17^{d}	0.17^{d}	0.07^{c}
PMaizMCLacet1h2%	$90.54 \pm$	$-0.95 \pm$	16.33	$16.42 \pm$	$93.23 \pm$
	$0.07^{\rm b}$	0.01^{g}	$\pm 0.16^{g}$	0.13^{g}	0.15^{b}
PMaizMCLacet1h3%	$87.84 \pm$	0.34 ± 0.05^{d}	$21.55 \pm$	$21.55 \pm 0.$	$88.82 \pm$
	0.25^{d}		0.21^{d}	21 ^d	0.15^{e}
PMaizMCLacet1h4%	$83.36 \pm$	1.93 ± 0.08^{b}	$28.52 \pm$	$28.59 \pm$	$86.21 \pm$
	$0.21^{\rm f}$		0.22^{b}	0.23 ^b	$0.12^{\rm f}$

PMaizMCLacet3h2%	$89.08 \pm$	0.43 ± 0.02^{d}	19.77 ±	$19.89 \pm$	$88.85 \pm$
	0.12^{c}		$0.09^{e,f}$	$0.17^{e,f}$	0.04^{e}
PMaizMCLacet3h3%	$85.71 \pm$	1.52 ± 0.02^{c}	$25.48 \pm$	$25.69 \pm$	$86.69 \pm$
	$0.22^{\rm e}$		0.32^{c}	0.19^{c}	$0.03^{\rm f}$
PMaizMCLacet3h4%	$83.21 \pm$	2.42 ± 0.38^a	$30.44 \pm$	$30.51 \pm$	$85.13 \pm$
	$0.16^{\rm f}$		0.19^{a}	0.22^{a}	$0.14^{f,g}$
PManz	$95.07 \pm$	-0.17 \pm	4.56 ± 0.08^h	4.56 ± 0.08^h	$92.00 \pm$
	0.011^{a}	0.01^{e}			0.11^{c}
PManzMCL2%	$88.44 \pm$	-0.68 \pm	$15.27 \pm$	$15.38 \pm$	$92.62 \pm$
	0.16^{d}	$0.01^{\rm f}$	0.18^{g}	0.15^{g}	0.07^{c}
PManzMCL3%	$86.49 \pm$	$-0.68 \pm$	$18.73 \pm$	$18.75 \pm$	$92.61 \pm$
	$0.36^{d,e}$	$0.17^{\rm f}$	0.36^{f}	$0.36^{\rm f}$	0.06^{c}
PManzMCL4%	$82.40 \pm$	-1.37 \pm	$21.40 \pm$	$21.40 \pm$	$91.19 \pm$
	$0.10^{\rm f}$	0.94^{h}	0.21^{d}	0.21^{d}	0.08^{d}
PManzMCLacet1h2%	$91.48 \pm$	$-0.16 \pm$	$16.44 \pm$	$16.44 \pm$	$90.61 \pm$
	0.06^{b}	0.01^{e}	0.07^{g}	0.07^{h}	$0.04^{d,e}$
PManzMCLacet1h3%	$87.85 \pm$	-0.71 \pm	$22.78 \pm$	$22.79 \pm$	$88.29 \pm$
	0.10^{d}	0.05^{g}	0.16^{d}	0.16^{d}	0.10^{e}
PManMCLacet1h4%	$85.55 \pm$	$-1.16 \pm$	$25.93 \pm$	$25.33 \pm$	$88.03 \pm$
	0.19^{e}	0.06^{h}	0.17^{c}	0.90^{c}	1.07^{e}
PManzMCLacet3h2%	$89.84 \pm$	$-0.69 \pm$	$17.85 \pm$	$17.86 \pm$	$87.90 \pm$
	0.07^{c}	$0.02^{\rm f}$	$0.15^{f,g}$	$0.15^{f,g}$	$0.04^{e,f}$
PManzMCLacet3h3%	$86.67 \pm$	-1.57 \pm	$23.35 \pm$	$23.46 \pm$	$86.24 \pm$
	$0.30^{d,e}$	0.07^{h}	0.30^{d}	0.25^{d}	$0.12^{\rm f}$
PManzMCLacet3h4%	$83.24 \pm$	$-2.94 \pm$	$28.43 \pm$	$28.58 \pm$	$84.18 \pm$
	0.09^{f}	0.06^{i}	0.11 ^b	0.11^{b}	0.08^{g}

^{*}Media aritmética de al menos 10 determinaciones \pm error estándar. Diferentes letras dentro de la misma columna indican diferencias significativas (p \leq 0.05)

7.4. Contenido de Solubilidad, Humedad e Hinchamiento

La solubilidad de las películas se muestra en el cuadro 5, en la cual se observó que al añadir el 3 % de MCL la capacidad soluble fue disminuida, siendo materiales mayormente hidrofóbicos. La solubilidad es un parámetro que se define como el porcentaje de materia de la película solubilizada después del tiempo que se presentó en inmersión en agua destilada (Yang *et al.*, 2023).

El porcentaje de solubilidad de las películas osciló entre 14.01-17.39, teniendo la mayor solubilidad en la película sin MCL. En general, los valores presentados en esta determinación estarán directamente asociados con la aplicación de los materiales, siendo favorables valores mínimos para conservar alimentos durante el tiempo de almacenamiento; mientras que mayores valores son

necesarios si se desea utilizar como recubrimiento alimenticio (Nouri *et al.*, 2014). Los valores de solubilidad de las películas pueden indicar integridad en un sistema acuoso ya que un valor mayor se debe a una menor resistencia a la disolución en agua (Zamudio-Flores *et al.*, 2010).

El contenido de humedad disminuyó significativamente (p < 0.05) cuando se añadió la máxima cantidad de MCL (PManzMCLacet3h4%), este efecto se favoreció para las películas elaboradas con ambos almidones debido a que la fibra acetilada ayudó a mantener la resistencia al agua mejorando la adhesión interfacial entre las fibras de celulosa y almidón. Los resultados en películas elaboradas con almidón de manzana (fuente no convencional) son comparables y significativamente inferiores (con fibra acetilada) a los reportados por El Halal *et al.* (2018) en películas de almidón de papa con fibra de celulosa.

La capacidad de hinchamiento se refiere a la capacidad que presenta una película para retener agua en su matriz; esto está relacionado con la presencia de grupos hidrófilos en su estructura, como grupos carboxílicos e hidroxilo, que pueden interactuar fácilmente con el agua (Homez-Jara *et al.*, 2018). De manera general, podemos observar (Cuadro 5) la tendencia a disminuir la capacidad de hinchamiento conforme se adiciona la MCL aún en su estado acetilado, denotando los menores valores en las formulaciones PManzMCLacet3h3% y PManzMCLacet3h4%. Si bien, las discrepancias en los valores entre las películas de almidón de maíz y manzana pueden ser atribuidas a la presencia del plastificante (glicerol) el cual tiene una naturaleza hidrófila, lo que puede provocar el hinchamiento de las muestras (Homez-Jara *et al.*, 2018).

Aunado a sus limitadas propiedades mecánicas, se acepta que las películas de almidón presentan un elevado carácter hidrofílico (Mali *et al.*, 2005; Zamudio-Flores *et al.*, 2015). Por consiguiente, la incorporación de substancias o compuestos que permitan incrementar sus propiedades mecánicas y superar el carácter hidrofílico son el reto que presentan diversos tecnólogos e investigadores alrededor del mundo en relación a incrementar y diversificar la aplicación generalizada de los empaques degradables (Yacob *et al.*, 2018; Žołek-Tryznowska *et al.*, 2023).

Cuadro 4. Porcentaje de humedad, capacidad de hinchamiento y solubilidad.

Película	Humedad (%)	Hinchamiento (%)	Solubilidad (%)
PMaiz	21.77 ± 0.35^{a}	$51.98 \pm 11.60^{f,g}$	16.38 ± 0.84^{b}
PMaizMCL2%	15.58 ± 0.88^{b}	133.33 ± 4.11^{a}	15.79 ± 0.14^{c}
PMaizMCL3%	12.21 ± 0.29^{d}	100.17 ± 13.43^{b}	16.07 ± 0.30^{b}
PMaizMCL4%	9.55 ± 0.51^{g}	93.92 ± 0.84^{b}	15.44 ± 0.71^{c}
PMaizMCLacet1h2%	13.88 ± 0.17^{c}	88.84 ± 6.21^{c}	15.56 ± 0.78^{c}

PMaizMCLacet1h3%	13.06 ± 0.21^{c}	66.81 ± 8.80^{e}	14.67 ± 0.27^{d}
PMaizMCLacet1h4%	9.93 ± 0.17^{g}	79.93 ± 7.18^{d}	15.34 ± 0.53^{c}
PMaizMCLacet3h2%	14.74 ± 0.25^{b}	72.64 ± 1.98^{d}	15.45 ± 0.41^{c}
PMaizMCLacet3h3%	12.61 ± 0.40^{d}	$85.61 \pm 16.34^{\circ}$	15.34 ± 0.43^{c}
PMaizMCLacet3h4%	11.43 ± 0.47^{e}	$76.25 \pm 12.62^{c,d}$	14.01 ± 0.35^{d}
PManz	20.32 ± 0.71^{a}	120.33 ± 37.06^{b}	17.39 ± 0.39^{a}
PManzMCL2%	14.96 ± 0.30^{b}	108.63 ± 7.00^{b}	16.40 ± 0.16^{b}
PManzMCL3%	12.35 ± 0.24^{d}	108.03 ± 7.12^{b}	14.77 ± 0.39^{d}
PManzMCL4%	$10.07 \pm 0.10^{\rm f}$	125.39 ± 6.98^{b}	15.39 ± 0.14^{c}
PManzMCLacet1h2%	13.77 ± 0.76^{c}	98.85 ± 21.59^{b}	16.82 ± 0.57^{b}
PManzMCLacet1h3%	$8.58 \pm 1.98^{g,h}$	75.59 ± 4.31^{d}	$17.49 \pm 1.78^{a,b}$
PManMCLacet1h4%	$10.42 \pm 0.25^{\rm f}$	$86.27 \pm 3.10^{\circ}$	$15.39 \pm 0.40^{\circ}$
PManzMCLacet3h2%	14.95 ± 0.29^{b}	88.08 ± 3.62^{c}	16.86 ± 0.38^{b}
PManzMCLacet3h3%	11.07 ± 0.31^{e}	46.05 ± 3.84^{g}	16.45 ± 0.31^{b}
PManzMCLacet3h4%	8.71 ± 0.40^{h}	46.49 ± 3.00^{g}	15.15 ± 0.31^{c}

^{*}Media aritmética de al menos tres repeticiones ($n \ge 3$) \pm error estándar. Valores promedio con letras iguales en cada columna, no son significativamente diferentes (p > 0.05).

7.5. Determinación de las Propiedades Estructurales y/o Moleculares

Generalmente la técnica de espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier utilizada con el aditamento de reflectancia total atenuada (FTIR-ATR, por sus siglas en inglés) es empleada para analizar la interacción entre los diversos grupos contenidos en la película y los materiales adicionados (Lin *et al.*, 2023). De acuerdo con los resultados de EITF en las películas (Figuras 4-13), ciertamente observamos una gran similitud entre las películas de almidón (independientemente de la fuente botánica) y las películas con la adición de la MCL, lo cual se debe a la similitud de su cadena hidrocarbonada (Syafri *et al.*, 2018). Por consiguiente, no se observaron cambios significativos en el espectro de EITF de las películas de almidón con MCL y las películas de puro almidón, debido a que ambos biopolímeros tienen grupos químicos similares. Esto sugirió que existió una interacción intermolecular y/o intramolecular entre el almidón y la MCL, muy probablemente a través del enlace de hidrógeno, lo que indica una posible compatibilidad entre estos dos componentes (Othman *et al.*, 2021).

En todas las películas observamos una amplia banda de absorción (ubicada alrededor de 3500-2700 cm⁻¹) centrada en el número de onda $(1/\lambda = \eta)$ de 3320 cm⁻¹ la cual es asignada a la vibración del estiramiento de los grupos O-H, correspondientes a la multitud de grupos hidroxilo presentes en

las estructuras almidón/celulosa y a los enlaces de hidrógeno como recientemente reportaron Wangprasertkul *et al.* (2021) y Jiang *et al.* (2022).

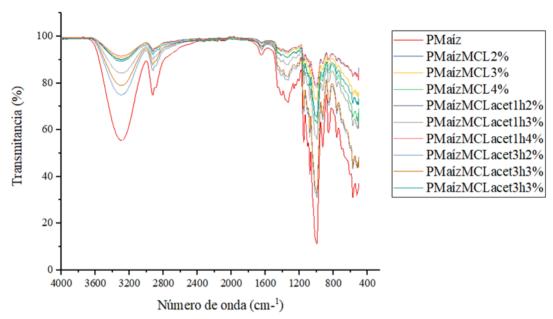


Figura 4. Espectrogramas de FTIR de las películas elaboradas con almidón de maíz

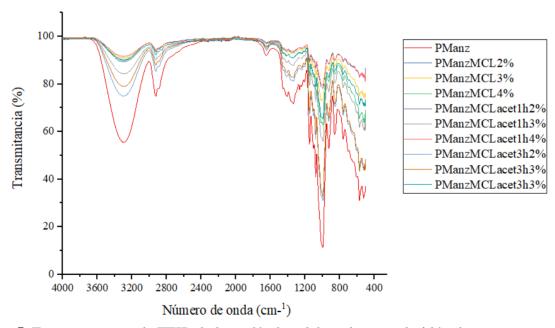


Figura 5. Espectrogramas de FTIR de las películas elaboradas con almidón de manzana

7.6. Determinación del Grosor

En el Cuadro 6 se muestran los valores de grosor y densidad para todas las películas determinadas a 25 °C. Como se puede observar, el grosor estuvo influenciado por la adición de la fibra (tanto en su forma nativa como acetilada) ya que se observaron incrementos significativos (p < 0.05) en esta variable cuando se incrementaron las cantidades de las fibras adicionadas; sin embargo, en los valores de la densidad se observó un comportamiento inverso, ya que esta variable disminuyó con la adición de la fibra, y los valores estuvieron comprendidos entre 90×10^{-5} y 187×10^{-5} g/mL para la película de almidón de maíz con fibra acetilada por 1 h adicionada al 2% (formulación PMaizMCLacet1h2%) y para la película de almidón de maíz (formulación PMaiz), respectivamente.

En relación a la determinación de grosor en películas de almidón con fibra adicionada, se ha reportado que existe un comportamiento lineal, el incremento del grosor está directamente relacionado con el aumento de la concentración de fibra añadida en las películas, asociándolos con el contenido de sólidos presentes en las muestras (Nordin et al., 2018); si bien, también se ha encontrado que la adición de fibras puede llegar a no presentar diferencias significativa en el grosor de las muestras, pero si en lograr la reducción significativa de la densidad. Müller et al. (2009) reportaron la reducción de la densidad en muestras con 0.50 g adicionados en películas de almidón en el cual encontraron una reducción de hasta 1.8 veces menor que la película sin fibras de celulosa. En relación a las películas control, observamos que la película control maíz presentó el menor grosor (0.065 mm) en comparación con la película control manzana (0.093 mm); siendo, además, la película control maíz, la que presentó significativamente (p \le 0.05) el menor grosor en comparación con todas las formulaciones de las películas. Estos valores en las películas control, son comparativamente similares a los reportados en la literatura científica en estudios realizados en películas degradables. Por citar algunos ejemplos, Tirado-Gallegos et al. (2018) reportaron valores de grosor en películas de almidón de manzana que oscilaron desde ≈ 0.097 mm para películas elaboradas con almidón de manzana cosechada a 90 días después de plena floración (DDPF) hasta ≈ 0.102 mm (para películas de almidón de manzana cosechada a 60 DDPF).

Sin embargo, estos investigadores no observaron diferencias significativas (p > 0.05) entre los grosores de las películas de almidón de manzana que se cosecharon a los diversos días después de plena floración (60, 70, 80 y 90 DDPF), atribuyendo este hecho a la estandarización del método

utilizado para la elaboración de las películas. Con respecto a la película control maíz, recientemente Wang $et\ al.\ (2022)$ reportaron un grosor de 0.089 ± 0.006 mm en películas de almidón de maíz, y en años anteriores, Mali $et\ al.\ (2006)$ publicaron un estudio sobre el efecto del almacenamiento controlado en las propiedades térmicas, mecánicas y de barrera de películas plastificadas de diferentes fuentes botánicas (maíz, cassava y yam), en donde observaron que las películas de maíz presentaron valores de grosor de 0.080 mm. Algunos estudios han reportado que las diferencias en los grosores de las formulaciones en películas de almidón pueden ser atribuibles a factores como la cantidad de muestra de la solución filmogénica (la solución previa a la formación de la película) vaciada en el soporte donde se formó la película, la cantidad de sólidos disueltos o incorporados y la cantidad y tipo de plastificante utilizado (Ardjoum $et\ al.\ 2022$; Nordin $et\ al.\ 2018$; Reddy y Rhim, 2014; Zhang $et\ al.\ 2021$).

Cuadro 5. Valores de grosor y densidad en las películas control (maíz y manzana) y adicionadas con diferentes concentraciones de microcelulosa de lechuguilla (MCL)*.

Película	Grosor (mm)	Densidad (g/mm³)
PMaiz	0.065 ± 0.001^{i}	0.00187 ± 0.00010^{a}
PMaizMCL2%	$0.112 \pm 0.018^{\mathrm{f}}$	0.00099 ± 0.00001^{e}
PMaizMCL3%	0.191 ± 0.003^{a}	0.00108 ± 0.00010^{e}
PMaizMCL4%	0.195 ± 0.002^{a}	$0.00100 \pm 0.00010^{\rm e}$
PMaizMCLacet1h2%	0.165 ± 0.002^{c}	0.00090 ± 0.00002^{e}
PMaizMCLacet1h3%	0.189 ± 0.002^{b}	0.00102 ± 0.00004^{e}
PMaizMCLacet1h4%	0.197 ± 0.002^{a}	0.00092 ± 0.00005^{e}
PMaizMCLacet3h2%	0.178 ± 0.008^{c}	0.00105 ± 0.00003^{e}
PMaizMCLacet3h3%	0.184 ± 0.003^{b}	0.00100 ± 0.00002^{e}
PMaizMCLacet3h4%	0.201 ± 0.005^{a}	0.00093 ± 0.00002^{e}
PManz	0.093 ± 0.004^{h}	$0.00143 \pm 0.00060^{\circ}$
PManzMCL2%	0.148 ± 0.009^{d}	0.00129 ± 0.00010^{d}
PManzMCL3%	0.142 ± 0.006^{d}	0.00110 ± 0.00002^{e}
PManzMCL4%	0.160 ± 0.002^{c}	0.00110 ± 0.00002^{e}
PManzMCLacet1h2%	$0.110 \pm 0.002^{\mathrm{f}}$	0.00170 ± 0.00010^{b}
PManzMCLacet1h3%	0.137 ± 0.005^{e}	0.00160 ± 0.00003^{b}
PManMCLacet1h4%	0.136 ± 0.004^{e}	0.00140 ± 0.00003^{c}
PManzMCLacet3h2%	0.103 ± 0.003^{g}	0.00100 ± 0.00002^{e}
PManzMCLacet3h3%	0.106 ± 0.002^{g}	$0.00100 \pm 0.00010^{\rm e}$
PManzMCLacet3h4%	$0.126 \pm 0.003^{\mathrm{f}}$	$0.00100 \pm 0.00010^{\rm e}$

^{*}Media aritmética de al menos 10 determinaciones \pm error estándar. Diferentes letras dentro de la misma columna indican diferencias significativas (p \leq 0.05).

No se observaron diferencias significativas (p > 0.05) en el grosor de las películas de almidón de manzana y maíz, pero este valor incrementó significativamente (p < 0.05) cuando se adicionó la MCL. Este resultado es consistente con estudios reportados previamente sobre la adición de fibras de nanocelulosa (FNC) en el grosor de películas comestibles para el empacado de alimentos (PCEA). Por ejemplo, se reportó que la incorporación de FNC en películas de aislados de proteína de soya incrementó el grosor de las películas resultantes (González *et al.*, 2019). Similarmente, Yu *et al.* (2019) también observaron que la incorporación de FNC incrementó el grosor de películas de aislados de proteína de soya; mientras que, en otro estudio, Mujtaba *et al.* (2019) reportaron que la adición de FNC incrementó el grosor de las películas de nanocompositos de mucílago. Estos investigadores concluyeron que el grosor de la película de mucílago dependió de la concentración adicionada de FNC y argumentaron que debido a que el tamaño de FNC fue demasiado grande, entonces incluso, la menor concentración de FNC pudo tener un gran efecto sobre el grosor de la película.

Todos estos trabajos indican que el efecto de la incorporación de FNC sobre el grosor de diferentes matrices de películas varía grandemente y que esto finalmente, puede ser debido a los diferentes modos de interacción entre la FNC y las diferentes constituyentes o materiales de que están hechas las películas, ya que en el caso de las película de quitosano, se observó que el grosor de sus películas incrementó al adicionar la FNC posiblemente debido a la aglomeración a través de la interacción electrostática entre el quitosano y la FNC (Zhao *et al.*, 2020); sin embargo, en el caso específico del efecto de la adición de fibras de microcelulosa en el grosor de películas de almidón, todo parece indicar que esto es debido al contenido de sólidos disueltos en la matriz biopolimérica de almidón (Nordin *et al.*, 2018; Reddy y Rhim, 2014).

7.7. Determinación de la Densidad en las Películas

Las películas control (maíz y manzana) presentaron una mayor densidad ($\approx 1.30 \text{ g/mm}^3$) sin que se observaran diferencias significativas (p > 0.05) entre ambos controles (Cuadro 6). Claramente es posible observar que la adición de la MCL disminuye la densidad en las películas de almidón, independientemente del tipo de almidón utilizado. Las disminuciones de la densidad de las películas en valores de porcentaje (considerados con respecto a los valores de la densidad a partir de las películas controles) fueron de: 32.6% (maíz 2% MCL), 25.9% (maíz 3% MCL), 21.5% (maíz

4% MCL), 21.2% (manzana 2% MCL), 26.1% (manzana 3% MCL) y 23.5% (manzana 4% MCL). Los resultados de densidad de las películas son congruentes con los reportados recientemente por Wang *et al.* (2022) en películas compuestas a base de almidón de maíz adicionadas con diferentes concentraciones de aceite de café arábica y aceite de café robusta, reportando valores que oscilaron desde 1.43 × 10-3 g/mm³ (en la película control, sin la adición de aceite de café) hasta 1.11 × 10⁻³ g/mm³ (en la película con 1% de aceite de café arábiga). Finalmente, los resultados de densidad de las películas sugieren que la microcelulosa nativa (MNat) podría estar ocasionando discontinuidades en la matriz biopolimérica de la película de almidón, lo cual crea la textura mayormente rugosa que es posible apreciar en la Figura 1.

7.8. Ángulo de Contacto (AC)

La determinación de ángulo de contacto (AC) puede considerarse como una medida directa e indicativa del carácter hidrofílico que presentan algunos materiales como las películas de almidón, esto debido principalmente a que presentan una gran cantidad de grupos hidroxilo en las cadenas de amilosa y amilopectina, permitiendo la formación de enlaces de hidrógeno con el agua y su superficie (Salgado-Delgado *et al.*, 2022; Wei *et al.*, 2016).

La evaluación del AC en las películas indica que, a mayor ángulo, se presenta un mayor carácter hidrofóbico y, por el contrario, a un menor ángulo, es mayor el predominio hidrofílico. Por tal razón, de acuerdo con nuestros resultados (Cuadro 7), observamos que las películas de almidón de maíz con 4% de MCL (formulación PMaizMCL4%) presentaron el mayor valor de AC (AC ≈ 97°), seguidas por la películas PMaizMCL3% (AC ≈ 86°); mientras que las películas de almidón de manzana con MCL acetilada por 3 h y adicionada al 4% (formulación PManzMCLacet3h4%) y las películas de almidón de maíz con MCL acetilada por 3 h adicionada al 2% (películas PMaizMCLacet3h2%) presentaron los menores valores, con AC ≈ 43° y 39°, respectivamente.

Esto indica que la acetilación realizada por 3 h de la MNat, promovió un incremento en el carácter hidrofóbico de las películas, independientemente de la fuente botánica. Es importante mencionar que en la literatura científica, en relación a esta determinación en películas degradables de almidón, no existe mucha información sobre las cualidades o valores que puede tomar el AC; sin embargo, en películas elaboradas con almidones silanizados (un tipo de modificación química realizada en almidones, la cual está basada en la reticulación) se ha reportado que de acuerdo con el estándar

D7334 (Práctica estándar para la humectabilidad superficial de recubrimientos, sutratos y pigmentos), cuando el valor de AC es mayor de 90°, los almidones silanizados son hidrofóbicos y se reduce la humectación de estos polisacáridos (Bergel *et al.*, 2020; Salgado-Delgado *et al.*, 2022). Por consiguiente, los valores del AC estuvieron comprendidos dentro de los valores de 90° (película PMaizMCL3%) y 39° (película PMaizMCLacet3h2%, los cuales son similares a los valores reportados Kim *et al.* (2021) en películas a base de celulosa utilizando tres tipos de esta nanofibras de celulosa (carboximetilada, tratada enzimáticamente y oxidado con reactivo TEMPO).

Cuadro 6. Valor promedio del ángulo de contacto (AC) e imagen representativa de cada película.

Película	Valor promedio	Imagen representativa
PMaiz	$60.3 \pm 0.85^{\rm e}$	
PMaizMCL2%	65.0 ± 0.46^{d}	
PMaizMCL3%	85.8 ± 3.43^{b}	& ment
PMaizMCL4%	96.6 ± 1.14^{a}	(and
PMaizMCLacet1h2%	70.7 ± 1.12^{c}	
PMaizMCLacet1h3%	66.8 ± 0.46^{d}	-
PMaizMCLacet1h4%	49.3 ± 0.56^{g}	
PMaizMCLacet3h2%	39.1 ± 0.38^k	
PMaizMCLacet3h3%	49.7 ± 0.43^{g}	A STATE OF THE PARTY OF THE PAR

PMaizMCLacet3h4%	$45.8\pm0.37^{\mathrm{i}}$	
PManz	44.8 ± 1.00^{i}	
PManzMCL2%	$60.1 \pm 1.36^{\rm e}$	
PManzMCL3%	$47.7 \pm 0.79^{\rm h}$	-
PManzMCL4%	48.3 ± 0.81^{h}	
PManzMCLacet1h2%	$56.4 \pm 0.76^{\mathrm{f}}$	
PManzMCLacet1h3%	49.1 ± 0.43^{g}	
PManMCLacet1h4%	49.8 ± 0.61^{g}	
PManzMCLacet3h2%	$46.7 \pm 0.74^{\rm h}$	
PManzMCLacet3h3%	$47.4 \pm 0.58^{\rm h}$	
PManzMCLacet3h4%	42.8 ± 1.15^{j}	

^{*}Media aritmética de al menos cuatro repeticiones ($n \ge 4$) \pm error estándar. Valores promedio con letras iguales en la columna, no son significativamente diferentes (p > 0.05).

7.9. Determinación de la Permeabilidad al Vapor de Agua (PVA)

Debido a que una de las principales funciones de las cubiertas (o películas) utilizadas para cubrir o almacenar alimentos, es la de evitar o al menos disminuir la transferencia de humedad entre el

alimento y el ambiente circundante, o entre dos componentes de un producto alimenticio heterogéneo, la PVA se prefiere que sea lo más baja posible (Mali *et al.*, 2006); sin embargo, esto no siempre es así, ya que dependerá del tipo de alimento que se requiera empacar y de las condiciones necesarias para su protección del medio ambiente (Cheng *et al.*, 2018; Wan *et al.*, 2023). En el Cuadro 8 se observa el resultado de la evaluación de la permeabilidad al vapor de agua en las películas. Como se puede apreciar, los resultados oscilaron desde $\approx 5.9 \times 10^{-11}$ g/m s Pa (película PManzMca3h2%) hasta $\approx 13.9 \times 10^{-11}$ g/m s Pa (película PMaizMc3%). Los resultados de PVA en la película control maíz (8.17 \times 10⁻¹¹ g/m s Pa) fueron superiores en comparación con la película control manzana (10×10^{-11} g/m s Pa).

En investigaciones anteriores se han reportado valores de PVA relativamente menores, por ejemplo Tirado-Gallegos *et al.* (2018) reportaron valores de 6.77, 7.36, 9.71, y 11.97 × 10⁻¹¹ g/m s Pa para películas elaboradas con almidón de manzana cosechada a diferentes estados de plena floración, y Mali *et al.* (2006) realizaron películas de almidón de maíz (además de cassava y yam) de las cuales reportaron valores de PVA de 8.33, 5.37 y 6.70 × 10⁻¹⁰ g/m s Pa. Observamos que la inclusión de MCL en los niveles del 2, 3 y 4% aumento el valor de PVA en la película elaborada con almidón de maíz; sin embargo, se percibió un comportamiento similar en el caso de la formulación de la película elaborada con almidón de manzana, debido a que los valores de PVA incrementaron cuando se agregaron las diferentes cantidades de MCL.

El comportamiento observado en la película control maíz con la adición de MCL está de acuerdo con algunos estudios en los que se ha reportado que los enlaces fuertes de hidrógeno entre las cadenas o enlaces de la celulosa minimizan la distancia intermolecular en las películas, lo que produce una red compacta con menores valores en la PVA (Arik Kibar y Us, 2017; Kowalczyk *et al.*, 2021). Ma *et al.* (2008) reportaron que la adición de carboximetilcelulosa y de celulosa microcristalina en películas de almidón de chícharo disminuyó la PVA.

Mientras que, en el caso de la adición de la MCL en las películas de almidón de manzana, podríamos hipotetizar que los grupos –CH₃ laterales que se repiten en las cadenas de celulosa pueden conducir a una mayor capacidad de adsorción de humedad al aumentar la distancia intermolecular entre las cadenas poliméricas, lo que facilita la penetración de las moléculas de agua en la matriz biopolimérica de almidón (Arik Kibar y Us, 2017). Estos comportamientos disimiles o inconsistencias en los valores de PVA pueden estar relacionados a las diferentes técnicas para la determinación de la PVA (por ejemplo, el método que utiliza el agua *vs* el método que utiliza algún material desecante para la conformación del gradiente de humedad relativa), así como la cantidad

y tipo de plastificante utilizado en las películas, y la presencia de materiales hidrofóbicos y/o hidrofílicos (Kowalczyk *et al.*, 2021).

Cuadro 7. Resultado de la evaluación de permeabilidad al vapor de agua (PVA) en las películas control (maíz y manzana) y con diferentes concentraciones de microcelulosa de lechuguilla (MCL)*.

Película	PVA $(g/m s Pa) \times 10^{-11}$
PMaiz	8.17 ± 0.12^{d}
PMaizMCL2%	11.14 ± 1.78^{b}
PMaizMCL3%	13.91 ± 0.28^{a}
PMaizMCL4%	8.66 ± 0.33^{d}
PMaizMCLacet1h2%	8.98 ± 0.14^{d}
PMaizMCLacet1h3%	$9.90 \pm 0.30^{c,d}$
PMaizMCLacet1h4%	$10.01 \pm 0.25^{b,c}$
PMaizMCLacet3h2%	8.40 ± 0.14^{d}
PMaizMCLacet3h3%	8.13 ± 0.20^{d}
PMaizMCLacet3h4%	10.86 ± 0.16^{b}
PManz	10.76 ± 0.40^{b}
PManzMCL2%	11.63 ± 0.00^{b}
PManzMCL3%	11.20 ± 0.00^{b}
PManzMCL4%	$9.83 \pm 0.48^{c,d}$
PManzMCLacet1h2%	$7.50 \pm 0.20^{\rm e}$
PManzMCLacet1h3%	8.53 ± 0.14^{d}
PManMCLacet1h4%	$9.58 \pm 0.12^{\mathrm{c,d}}$
PManzMCLacet3h2%	$7.91 \pm 0.15^{d,e}$
PManzMCLacet3h3%	$5.93 \pm 0.08^{\mathrm{f}}$
PManzMCLacet3h4%	$7.22 \pm 0.33^{\rm e}$

^{*}Media aritmética de al menos tres determinaciones \pm error estándar. Diferentes letras dentro de la misma columna indican diferencias significativas (p \leq 0.05).

7.10. Determinación de las Propiedades Mecánicas (PM)

Indudablemente que las propiedades mecánicas junto con la permeabilidad al vapor de agua son consideradas como las cualidades o factores importantes que todos los materiales de empaque deben de poseer y diversos trabajos han reportado que las películas de almidón son consideradas relativamente buenas barreras a los gases (como el oxígeno) pero por el contrario son consideradas pobres barreras a la PVA (Collazo-Bigliardi et al., 2018; Csiszár et al. 2021; Othman et al., 2019).

En el área de la tecnología de los empaques, las propiedades mecánicas (PM) de los materiales o películas de biopolímeros representan una cualidad o atributo importante, debido a que, mediante la determinación de las PM resultantes, es posible sugerir sus potenciales aplicaciones (García *et al.*, 2009). En este aspecto, las principales variables que representan las PM son la tensión a la fractura (TF), el porcentaje de elongación a la fractura (%E) y el módulo de elasticidad (ME), también conocido como módulo de Young, el cual representa la relación entre TF/%E (Avérous, 2001).

Como se puede apreciar en el Cuadro 9, la adición de la MNat claramente incrementó la TF y el ME, y redujo el %E en todas las formulaciones de las películas de almidón (independientemente de la fuente botánica), comportamiento similar al reportado anteriormente por Müller et~al.~(2009) en películas de almidón de cassava adicionadas con 0.10, 0.30 y 0.50 g de fibra/g de almidón. Recientemente, Thipchai et~al.~(2023) reportaron que la variable de TF en películas de almidón de cassava adicionadas con nanocristales de celulosa (obtenidos por un método químico-mecánico a partir de la celulosa aislada de diferentes especies de bambú) fue dependiente de la cantidad de nanocristales adicionados en la formulación; sin embargo, estos investigadores indicaron un valor máximo de TF \approx 4.2 MPa cuando se adicionó la cantidad de 0.4 g de nanocristales/g almidón, cuyo valor es muy inferior al mayor valor (TF \approx 33 MPa) determinado en la formulación de almidón de manzana con fibra acetilada por 1 h adicionada al 2% (ver Cuadro 9, película PManzMCLacet1h2%).

Ahora bien, si comparamos las películas de los almidones nativos de maíz vs manzana, observamos que la película PMaiz presenta una mayor TF ($\approx 15 \ vs \ 12 \ MPa$), %E ($\approx 40 \ vs \ 38\%$) y ME, y un menor ME ($\approx 575 \ vs \ 593 \ MPa$), respectivamente; sin embargo, cuando se adicionó la MCL, se observó un marcado y lineal efecto en el incremento de todas la PM en la formulación de la película de almidón de manzana.

Diversos trabajos e investigaciones han reportado que algunas PM, como es el ME aumentan tanto con la longitud de la fibra, así como con el contenido (cantidad) de este material biopolimérico, e indican de manera concluyente que el efecto reforzante de las fibras de celulosa es mucho más eficiente en una matriz de almidón termoplástico (TPS) que en una matriz de poliolefina (Alsufyani *et al.*, 2023; Avérous, 2001; Müller *et al.*, 2022).

Cuadro 8. Propiedades mecánicas de las películas (PM).

Película -	Propiedad mecánica			
i encuia —	TF (MPa)	%E	ME (MPa)	
PMaiz	15.01 ± 0.49^{g}	39.71 ± 3.90^{a}	$575.36 \pm 44.57^{\mathrm{f}}$	
PMaizMCL2%	$18.50 \pm 1.86^{\mathrm{f}}$	6.47 ± 0.48^{c}	743.26 ± 104.76^{e}	
PMaizMCL3%	24.39 ± 0.54^{d}	$5.32 \pm 0.44^{c,d}$	$955.92 \pm 43.03^{\circ}$	
PMaizMCL4%	17. $85 \pm 0.67^{f,g}$	$4.64 \pm 0.40^{\rm e}$	871.16 ± 55.60^{d}	
PMaizMCLacet1h2%	$22.40 \pm 0.54^{\rm e}$	5.15 ± 0.01^{d}	879.36 ± 68.98^{d}	
PMaizMCLacet1h3%	$20.95 \pm 1.24^{\rm f}$	$5.83 \pm 0.77^{c,d}$	782.18 ± 62.44^{e}	
PMaizMCLacet1h4%	26.30 ± 1.06^{c}	$4.60 \pm 0.30^{\rm e}$	$1,056.28 \pm 60.57^{b,c}$	
PMaizMCLacet3h2%	$19.34 \pm 1.80^{\rm f}$	$3.50 \pm 0.30^{\rm f}$	970.46 ± 28.64^{c}	
PMaizMCLacet3h3%	24.63 ± 0.65^{d}	$3.89 \pm 0.44^{\rm f}$	$1,017.82 \pm 140.31^{b,c}$	
PMaizMCLacet3h4%	26.79 ± 0.42^{c}	$3.15 \pm 0.14^{\rm f}$	$1,342.63 \pm 32.77^{a}$	
PManz	12.38 ± 0.34^{h}	37.51 ± 2.98^{a}	$593.45 \pm 38.81^{\rm f}$	
PManzMCL2%	21.03 ± 1.67^{e}	9.23 ± 1.53^{b}	$738.07 \pm 79.02^{\rm e}$	
PManzMCL3%	24.63 ± 1.25^{d}	6.19 ± 1.25^{c}	861.48 ± 207.17^{d}	
PManzMCL4%	$30.65 \pm 1.08^{b,c}$	7.75 ± 0.47^{c}	$1,149.42 \pm 150.70^{a}$	
PManzMCLacet1h2%	33.40 ± 1.41^{a}	$7.33 \pm 1.53^{\circ}$	$1,043.04 \pm 177.39^{b,c}$	
PManzMCLacet1h3%	$30.08 \pm 0.90^{b,c}$	4.95 ± 0.49^{d}	$1,246.96 \pm 85.25^{a}$	
PManMCLacet1h4%	28.03 ± 1.47^{c}	5.02 ± 0.46^{d}	$1,061.28 \pm 71.26^{b,c}$	
PManzMCLacet3h2%	27.28 ± 1.35^{c}	6.48 ± 0.55^{c}	$941.78 \pm 53.81^{\circ}$	
PManzMCLacet3h3%	$19.24 \pm 0.23^{\rm f}$	4.70 ± 0.45^{e}	$875.32 \pm 23.53^{\circ}$	
PManzMCLacet3h4%	$23.36 \pm 0.40^{d,e}$	$5.93 \pm 0.66^{c,d}$	$1,049.58 \pm 10.56^{b,c}$	

^{*}Media aritmética de al menos tres repeticiones ($n \ge 3$) \pm error estándar. Valores promedio con letras iguales en cada columna no son estadísticamente diferentes (p > 0.05).

7.11. Calorimetría Diferencial de Barrido (CDB)

Dentro de las técnicas analíticas de análisis térmico, la calorimetría diferencial de barrido (o propiamente, traducido más adecuadamente como "calorimetría de barrido diferencial") se ha convertido en la principal herramienta de caracterización de los eventos térmicos que suceden en los materiales termoplásticos (como son las películas de almidón) debido a su precisión y reproducibilidad (García *et al.*, 2009; Laye, 2002). Los resultados del análisis térmico por CDB se observan en el Cuadro 10 para las películas de almidón de maíz, y las películas de almidón con celulosa nativa y acetilada adicionada en las diferentes cantidades. Las variables térmicas, obtenidas mediante la CDB indicaron una mayor estabilidad térmica al adicionar la celulosa nativa a la mayor cantidad y cuando la celulosa se acetiló por 1 h, en el caso de las películas elaboradas con almidón de maíz; sin embargo, en las películas realizadas con almidón de manzana, se observó

que la mayor estabilidad térmica se logró con la adición del 2% de fibra de celulosa nativa (Cuadro 11, formulación de película PManzMCL2%).

Para ambos estudios, el proceso de degradación inicial ocurrió debajo de los 100 °C atribuyéndose a la eliminación de moléculas de agua presentes en las muestras de las películas, asociándose a una deshidratación o vaporización de sustancias químicas con bajo peso molecular y la presencia de agua unida a la muestra, lo cual fue común en todas las muestras analizadas (Tarique *et al.*, 2022). Las discrepancias en los valores de las variables térmicas entre las películas de almidón de maíz y manzana, pueden ser debidas a las diferencias en la proporción de amilosa/amilopectina atribuibles a las diferentes fuentes botánicas de las cuales provienen estos carbohidratos, debido a que recientemente se reportó que esta relación (amilosa/amilopectina) es una de las principales razones directamente relacionadas con la calidad de las películas en sus propiedades térmicas, mecánicas y de barrera (Alsufyani y M´sakni, 2023; Gamage *et al.*, 2022).

Así mismo estas variaciones son atribuidas a la fusión de las estructuras cristalinas de almidón que son menos estables y la fusión de los cristales de almidón en unión con la celulosa, siendo la celulosa capaz de inhibir la fluidez de las cadenas de almidón, llegando a la formación dobles hélices de amilopectina; así como la re-cristalización de la amilosa lo que produce la captura de la celulosa. Por consiguiente, esto resulta en la formación de cristales de mayor tamaño, produciendo con ello una mejor adhesión interfacial entre el almidón y la celulosa (Zhang *et al.*, 2023).

De manera general, observamos dos picos endotérmicos en todas las formulaciones de las películas, independientemente de la fuente botánica del almidón (Cuadro 10 y 11). Al adicionar la fibra de celulosa, se incrementó la variable de T_p de la endoterma 1, lo cual está directamente relacionado con la mayor temperatura de fusión que presenta la fibra de celulosa en comparación con el almidón, aunado a esto, se ha reportado que las nano-fibras de celulosa (NFC) se comportan como agentes nucleantes y que la adición de NFC en los polímeros tiene el potencial de incrementar algunas variables térmicas como la temperatura de fusión (T_p), la temperatura de cristalización (T_c) y el grado de cristalinidad de los polímeros (Chen *et al.*, 2017).

Aunque las muestras adicionadas con MCL acetilada a diferentes concentraciones producen materiales más estables que los OH⁻ debido a la presencia de los grupos acetilo, sucede algo opuesto, en presencia de altos grados de acetilación se ha reportado que produce de manera significativa una disminución en la cristalinidad lo que resulta una menor estabilidad térmica, a lo cual se le pueden atribuir la inexistencia del endoterma 2 para la formulación de película PManzMCLacet3h4% (Cheng *et al.*, 2018).

Cuadro 9. Variables térmicas determinadas por calorimetría diferencial de barrido (CDB) en las películas de almidón de maíz

	Propiedades térmicas								
Película	Endoterma 1				Endoterma 2				
	T _o (°C)	T _p (°C)	$T_f(^{\circ}C)$	Δ H (J / g)	T _o (°C)	T_p (°C)	T _f (°C)	Δ H (J / g)	
PMaiz	51.9 ±	91.1 ±	129.6	28.1 ±	194.4 ±	218.8	237.5 ±	8.3 ±	
	5.9^{c}	1.4 ^d	$\pm 2.5^{c}$	8.5^{c}	8.8^{d}	$\pm 5.6^{\circ}$	1.2^{c}	1.2^{b}	
PMaizMCL2%	$53.5 \pm$	$101.8 \pm$	140.4	$50.0 \pm$	$216.9 \pm$	239.8	$257.0 \pm$	$26.3 \pm$	
	7.6^{c}	3.5^{c}	$\pm 4.0^{\mathrm{b}}$	5.9^{a}	8.8^{c}	$\pm9.3^{\rm b}$	10.6^{a}	3.9^{a}	
PMaizMCL3%	$72.1 \pm$	$116.4 \pm$	156.3	$35.9 \pm$	$239.3 \pm$	242.0	$242.9 \pm$	$0.3 \pm$	
	2.0^{a}	2.4^{b}	$\pm 2.9^{a}$	4.4^{b}	2.4^{b}	$\pm 1.9^{b}$	2.0^{b}	0.1^{d}	
PMaizMCL4%	$72.5 \pm$	$114.4 \pm$	143.6	$33.9 \pm$	$238.8 \pm$	241.2	$244.2 \pm$	$1.8 \pm$	
	4.9^{a}	4.5^{b}	$\pm 6.7^{\rm b}$	4.1 ^b	1.3 b	$\pm 1.8^{b}$	$1.7^{\rm b}$	0.5°	
PMaizMCLacet1h2%	$76.3 \pm$	$115.3 \pm$	145.5	$14.3 \pm$	$244.5 \pm$	248.2	$253.2 \pm$	$0.6 \pm$	
	6.3^{a}	2.6^{b}	$\pm 1.3^{b}$	3.6^{d}	0.7^{a}	$\pm 1.9^{a}$	5.6^{b}	0.1^{d}	
PMaizMCLacet1h3%	$65.1 \pm$	$115.6 \pm$	154.4	$33.9 \pm$	$241.1 \pm$	239.0	$243.4 \pm$	$1.4 \pm$	
	6.1 ^b	4.9^{b}	$\pm 7.2^{a,b}$	$8.8^{\rm b}$	2.1^{a}	$\pm 5.9^{\rm b}$	3.9^{b}	0.1^{c}	
PMaizMCLacet1h4%	$72.7 \pm$	$123.3 \pm$	158.1	$20.0 \pm$	$229.0 \pm$	233.6	$236.8 \pm$	$0.5 \pm$	
	6.2^{a}	2.5^{a}	$\pm 3.6^{a}$	$6.2^{c,d}$	$15.1^{a,b}$	$\pm 12.4^{b}$	9.9°	0.2^{d}	
PMaizMCLacet3h2%	$70.8 \pm$	$113.0 \pm$	148.7	$37.2 \pm$	$237.2 \pm$	257.5	$270.7 \pm$	$10.2 \pm$	
	$6.1^{a,b}$	$7.0^{\rm b,c}$	$\pm 6.0^{\rm b}$	4.5^{b}	$7.3^{a,b}$	$\pm 8.9^{a}$	9.4^{a}	$2.7^{\rm b}$	
PMaizMCLacet3h3%	$63.3 \pm$	$100.6 \pm$	133.3	$31.5 \pm$	$212.9 \pm$	229.8	$243.4 \pm$	$9.3 \pm$	
	2.6^{b}	3.8^{c}	$\pm 5.4^{c}$	$1.2^{b,c}$	8.8^{c}	$\pm 11.5^{b}$	$12.1^{a,b}$	1.5 ^b	
PMaizMCLacet3h4%	$64.1 \pm$	$104.3 \pm$	137.9	$39.6 \pm$	$197.4 \pm$	234.8	$268.5 \pm$	$29.2 \pm$	
	5.1 ^b	8.4 ^c	$\pm9.7^{\rm c}$	5.2 ^b	5.4 ^d	$\pm 3.6^{b}$	5.9 ^a	5.7a	

^{*}Media aritmética de al menos tres determinaciones ($n \ge 3$) \pm error estándar. Valores promedios con letras iguales en cada columna no son estadísticamente significativos (p > 0.05).

Finalmente, el aumento de la temperatura de fusión está asociado con las laminillas gruesas del biopolímero de celulosa (Bangar y Whiteside, 2021; Morelli *et al.*, 2016). Debido a estos fenómenos podemos destacar que la adición de microcelulosa en las películas de almidón produce un aumento en las propiedades térmicas, conllevando a una menor afinidad por el agua.

Cuadro 10. Variables térmicas determinadas por calorimetría diferencial de barrido (CDB) en las películas de almidón de manzana

	Propiedades térmicas								
Película	Endoterma 1				Endoterma 2				
	T₀ (°C)	T_p (°C)	$\mathbf{T_f}$ (°C)	Δ H (J / g)	T _o (°C)	T_p (°C)	$T_f(^{\circ}C)$	$\Delta \mathbf{H}$ $(\mathbf{J/g})$	
PManz	61.4 ± 3.4 ^{c,d}	89.8 ± 3.3°	118.7 ± 4.3 ^f	45.6 ± 3.0 ^b	220.1 ± 1.8 ^b	247.9 ± 2.9 ^a	263.2 ± 4.1 ^a	17.0 ± 5.2 ^a	
PManzMCL2%	$89.7 \pm 20.0^{a,b}$	127.0 ± 11.2 ^a	168.3 ± 5.6^{a}	11.8 ± 3.6 ^e	244.0 ± 2.1^{a}	248.0 ± 0.3^{a}	251.7 ± 0.6^{b}	2.0 ± 0.5^{d}	
PManzMCL3%	68.3 ± 2.7 ^b	110.1 ± 3.7 ^a	141.1 ± 3.0 ^d	22.4 ± 4.7^{d}	241.0 ± 1.9^{a}	242.9 ± 1.3^{a}	$244.0 \pm 1.0^{\circ}$	$0.3 \pm 0.1^{\mathrm{f}}$	
PManzMCL4%	68. 1 ± 5.9 ^b	113.0 ± 7.5 ^a	151.3 ± 6.2 ^{b,c}	$25.4 \pm 4.7^{c,d}$	239.7 ± 0.5^{a}	241.6 ± 0.7^{a}	$242.8 \pm 1.0^{\circ}$	0.8 ± 0.0^{e}	
PManzMCLacet1h2%	67.7 ± 2.6 ^b	110.6 ± 4.5 ^a	132.8 ± 3.8e	$27.6 \pm 5.0^{\circ}$	229.6 ± 19.5 ^b	240.8 ± 13.4^{a}	250.2 ± 7.9 ^b	10.6 ± 0.2 ^b	
PManzMCLacet1h3%	70.8 ± 4.6 ^b	102.8 ± 4.3 ^b	132.3 ± 4.1e	16.0 ± 5.3 ^e	201.6 ± 7.8°	224.5 ± 9.5 ^b	243.7 ± 11.0°	$11.5 \pm 2.4^{a,b}$	
PManMCLacet1h4%	58.7 ± 2.4 ^d	104.7 ± 3.6 ^b	146.2 ± 5.3 ^{c,d}	46.5 ± 10.7 ^b	217.7 ± 19.5 ^b	234.3 ± 11.6 ^{a,b}	228.8 ± 20.4 ^d	$4.6 \pm 1.0^{\circ}$	
PManzMCLacet3h2%	57.6 ± 0.6 ^d	101.1 ± 3.4 ^b	141.3 ± 2.9 ^d	53.8 ± 5.7a	220.8 ± 11.9 ^{b,c}	243.0 ± 11.3 ^a	246.4 ± 3.8°	$11.3 \pm 0.9^{a,b}$	
PManzMCLacet3h3%	62.4 ± 1.2°	112.8 ± 2.4a	151.9 ± 3.0 ^{b,c}	33.0 ± 2.5°	210.8 ± 4.3°	230.0 ± 3.6 ^b	245.8 ± 3.6°	$3.2 \pm 1.0^{c,d}$	
PManzMCLacet3h4%	56.9 ± 1.2 ^d	112.2 ± 1.5 ^a	160.5 ± 2.0^{a}	51.0 ± 5.4 ^a	Bs	Np	Np	Np	

^{*}Media aritmética de al menos tres determinaciones ($n \ge 3$) \pm error estándar. Valores promedios con letras iguales en cada columna no son estadísticamente significativos (p > 0.05).

Bs = Baja señal para ser determinado, Np = No presentó.

8.CONCLUSIONES

Todas las soluciones formadoras de películas presentaron un comportamiento no-Newtoniano del tipo pseudoplástico, en la cual la variable del índice de consistencia (k) aumentó conforme se adicionaron las mayores cantidades de MCL, y esta variable fue menor en las soluciones con almidón de manzana.

Los espectrogramas de FTIR indicaron una gran similitud en las películas de almidón de maíz y manzana; así mismo no se presentaron diferencias significativas al adicionar la MCL, esto debido a la similitud de los grupos químicos que comparten.

La adición de MCL incrementó significativamente el grosor de las películas en su forma nativa y acetilada, produciendo un aumento de manera lineal o proporcional; mientras que, para la densidad, se obtuvo un efecto inverso en los valores, es decir, esta variable disminuyó con la adición de fibra. Las películas de almidones provenientes de la fuente comercial (maíz) y no convencional (manzana) presentaron similitud en el factor de luminosidad (L*). De manera general, observamos que al adicionar fibra de celulosa en las películas de almidón causó un efecto significativo ($p \le 0.05$) en todas las variables de color (L*, a, b, croma y °hue), incluso a la menor cantidad (2%). Este efecto está directamente relacionado con las características físicas del color de la fibra.

La mayor estabilidad térmica se logró con la adición del 2% de MNat para ambas formulaciones de película (almidón de maíz y manzana).

La adición de MCL impactó positivamente en las propiedades mecánicas aportando una mayor resistencia mecánica. Este efecto fue significativo incluso a la menor cantidad de MCL adicionada (2%) y en el menor tiempo de acetilación (1 h). La tensión a la fractura incrementó en las películas de almidón de maíz y manzana. El módulo de elasticidad incrementó significativamente en las películas de almidón cuando se adicionó incluso la menor cantidad (2%); mientras que se observaron disminuciones significativas en el porcentaje de elongación.

Las películas elaboradas con 2% de MCL acetilada a 1 h adquirieron la mayor capacidad reforzante (necesitando mayor fuerza para su fractura).

En general, el carácter hidrofílico presente en las películas se afectó con la adición de MCL en sus diferentes concentraciones, en los cuales la acetilación causó un efecto positivo, de manera que los valores de solubilidad fueron menores y comparables con películas a base de almidón; así como el contenido de humedad disminuyó a altas concentraciones de MCL, logrando una resistencia al

agua, para finalmente confirmar esta tendencia con la capacidad de hinchamiento en la que la capacidad de retener agua fue menor, demostrando la eficiencia en la modificación química de la fibra, logrando la obtención de materiales de mayor estabilidad y fuerza.

La acetilación de la fibra a 3 h causó un efecto significativo con el uso de almidón de maíz, en el cual se presentaron los menores valores del AC; mientras que el uso de fibras nativas presentó menor afinidad por el agua.

La PVA incrementó (de 8.2 a 10.9 × 10-11 g/m s Pa) en la película de almidón de maíz; sin que se observaran cambios significativos en la película de almidón de manzana. La PVA disminuyó cuando se adicionó microcelulosa acetilada de 3 h *vs* microcelulosa acetilada por 1h teniendo un efecto mayor en las películas de almidón de manzana.

De manera general, las películas obtenidas con almidones de manzana mostraron similitud con las películas de los almidones de la fuente comercial (maíz); por consiguiente, es factible considerar los almidones provenientes del fruto de manzana como una fuente no convencional alternativa con uso potencial en la fabricación de empaques degradables.

Los resultados sugieren que mediante la adición de las mayores cantidades de microcelulosa acetilada a un nivel moderado (1 h) es posible disminuir el carácter hidrofílico de las películas de almidón (independientemente de la fuente botánica) y con ello obtener las propiedades mecánicas más adecuadas.

9. RECOMENDACIONES

Mediante la realización del presente estudio se amplió en mayor medida el uso de materiales reforzantes, como lo son las fibras naturales en películas biodegradables de almidón obtenido de una fuente no convencional; sin embargo, se sugiere enfocar el estudio en el reforzamiento de películas de almidón con MCL acetilada durante 1 h.

Por lo que estos resultados podrían considerarse un paso prometedor en el desarrollo de nuevos materiales sub-utilizados obtenidos de fuentes no convencionales de almidón adicionadas con fibras naturales.

10. REFERENCIAS

- Abedi-Firoozjah, R., Chabook, N., Rostami, O., Heydari, M., Kolahdouz-Nasiri, A., Javanmardi, F., Abdolmaleki, K., & Mousavi Khaneghah, A. (2023). PVA/starch films: An updated review of their preparation, characterization, and diverse applications in the food industry. In Polymer Testing (Vol. 118). Elsevier Ltd.
- Abedinia, A., Ariffin, F., Huda, N., & Mohammadi Nafchi, A. (2018). Preparation and characterization of a novel biocomposite based on duck feet gelatin as alternative to bovine gelatin. International Journal of Biological Macromolecules, 109, 855–862.
- Aghazadeh, M., Karim, R., Rahman, R.A., Sultan, M.T., Johnson, S.K. & Paykary, M. (2018). Effect of glycerol on the phsyicochemical properties of cereal starch films. Czech J Food Sci. 36(5): 403-409.
- Alsufyani, T. & M'sakni, N.H. (2023). Part A: Biodegradable bio-composite film reinforced with cellulose nanocrystals from *Chaetomorpha linum* into thermoplastic starch matrices. Polymers. 15: 1542.
- Ardjoum, N., Chibani, N., Shankar, S., Salmieri, S., Djidjelli, H., & Lacroix, M. (2022). Incorporation of *Thymus vulgaris* essential oil and ethanolic extract of propolis improved the antibacterial, barrier and mechanical properties of corn starch-based films. International Journal of Biological Macromolecules.
- Arik Kibar, E. A., & Us, F. (2017). Starch–Cellulose Ether Films: Microstructure and Water Resistance. Journal of Food Process Engineering, 40(2).
- Arreola, M. M. S., Álvarez, E. R., Barragán, M. G., & Rodríguez, G. O. (2023). Caracterización de almidones obtenidos de fuentes alternativas. Brazilian Journal of Development, 9(1), 5368–5379.
- ASTM D7334-08. (2013). Standard Practice for Surface Wettability of Coatings, Substrates and Pigments by Advancing Contact Angle Measurement.
- ASTM E-96-80. (1989). Standard Methods of Test for Water Vapor Transmission of Materials in Sheet Form.
- Avérous, L. (2001). Interactions between cellulose and plasticized wheat starch-properties of biodegradable multiphase systems. In: Plant Biopolymer Science. Food and Non-Food Applications. Renard, D., Della Valle, G. and Popineau, Y. RSC. Cambridge, UK. 304 p.
- Avilés, G.R. (2006). Obtención y caracterización de un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca. Ingeniería y Ciencia, 2(4), 5–28.
- Bangar, S. P., Purewal, S. S., Trif, M., Maqsood, S., Kumar, M., Manjunatha, V., & Rusu, A. V. (2021). Functionality and applicability of starch-based films: An eco-friendly approach. In Foods (Vol. 10, Issue 9). MDPI.
- Bangar, S.P. & Whiteside, W.S. (2021). Nano-cellulose reinforced starch bio composite films –A review on green composites. International Journal of Biological Macromolecules. 185: 849-860.
- Bergel, B.F., Araujo, L.L., da Silva, A.L.D.S. & Santana, R.M.C. (2020). Effects of silylated starch

- structure on hydrophobization and mechanical properties of thermoplastic starch foams made from potato starch. Carbohydrate Polymers. 241: 116274.
- Berlanga, C., García, M. & González, L. (1992). Técnicas para el establecimiento y manejo de una plantación de lechuguilla. Folleto Divulgativo Núm. 1. Instituto Nacional de Investigación Forestal, SARH, Saltillo, México, 7 pp.
- Bertoft, E. (2004). Analysing starch structure. In Starch in Food (pp. 57–96). Elsevier.
- Bustillos-Rodriguez, J.C., Ordóñez-García, M., Tirado-Gallegos, J.M., Zamudio-Flores, P.B., Ornelas-Paz, J. de J., Acosta-Muñiz, C.H., Gallegos-Morales, G., Sepúlveda-Ahumada, D.R., Salas-Marina, M.Á., Berlanga-Reyes, D.I., Aparicio-Saguilán, A. & Rios-Velasco, C. (2019). Physicochemical, thermal and rheological properties of native and oxidized starch from corn landraces and hybrids. Food Biophysics. 14: 182-192.
- Campos, H., Trejo, C., Peña-Valdivia, C.B., García-Nava, R., Conde-Martínez, F.V. & Cruz-Ortega, R. (2020). Water availability effects on germination, membrane stability and initial growth of *Agave lechuguilla* and *A. salmiana*. Flora. 268: 151606.
- Candrawinata, V. I., Golding, J. B., Roach, P. D., & Stathopoulos, C. E. (2013). From Apple to Juice-The Fate of Polyphenolic Compounds. Food Reviews International. 29(3): 276–293.
- Carmona, J. E., Morales-Martínez, T. K., Mussatto, S. I., Castillo-Quiroz, D., Ríos-González, L. J., De, A., & México, C. (2017). Propiedades químicas, estructurales y funcionales de la lechuguilla (*Agave lechuguilla* Torr.). In Revista Mexicana de Ciencias Forestales (Vol. 8, Issue 42).
- Carrín, M. E., Ceci, L. N., & Lozano, J. E. (2004). Characterization of starch in apple juice and its degradation by amylases. Food Chemistry, 87(2), 173–178.
- Castillo-Castillo, Y., Ruiz-Barrera, O., Burrola-Barraza, M. E., Marrero-Rodriguez, Y., Salinas-Chavira, J., Angulo-Montoya, C., Corral-Luna, A., Arzola-Alvarez, C., Itza-Ortiz, M., & Camarillo, J. (2016). Isolation and characterization of yeasts from fermented apple bagasse as additives for ruminant feeding. Brazilian Journal of Microbiology, 47(4), 889–895.
- Cheng, L., Zhang, D., Gu, Z., Li, Z., Hong, Y., & Li, C. (2018). Preparation of acetylated nanofibrillated cellulose from corn stalk microcrystalline cellulose and its reinforcing effect on starch films. International journal of biological macromolecules, 111, 959-966.
- Collazo-Bigliardi, S., Ortega-Toro, R. & Boix, A.C. (2018). Reinforcement of thermoplastic starch films with cellulose fibres obtained from rice and coffee husks. Journal of Renewable Materials. 6: 599-610.
- Corona-Leo, L., Hernandez-Martinez, D., & Meza-Marquez, O. (2020). Analysis of physicochemical parameters, phenolic compounds and antioxidant capacity of peel, pulp and whole fruit of five apple varieties (*Malus domestica*) harvested in Mexico. Revista de Ciencias Biológicas y de La Salud, 166–174.
- Cruz, E. C., & Castro, F. M. C. (2021). Alternativas biodegradables para el embalaje y la conservación del material aeronáutico. ESUFA.
- Csiszár, E., Kun, D. & Fekete, E. (2021). The role of structure and interactions in thermoplastic starch-nanocelluose composites. Polymers. 13: 3186.
- Díaz-Blanco, D.I., de la Cruz, J.R., López-Linares, J.C., Morales-Martínez, T.K., Ruiz, E., Rios-González, L.J., Romero, I. & Castro, E. (2018). Optimization of dilute acid pretreatment of

- *Agave lechuguilla* and ethanol production by co-fermentation with *Escherichia coli* MM160. Industrial Crops and Products. 114: 154-163.
- Díaz-Jiménez, L., Carlos-Hernandez, S., Jasso de Rodríguez, D. & Rodríguez-García, R. (2019). Conceptualization of a biorefinery for guishe revalorization. Industrial Crops and Products. 138: 114441.
- Dos Santos Freitas, M. M., Barbosa, J. R., Dos Santos Martins, E. M., da Silva Martins, L. H., de Souza Farias, F., de Fátima Henriques Lourenço, L., & da Silva e Silva, N. (2022). KNN algorithm and multivariate analysis to select and classify starch films. Food Packaging and Shelf Life, 34, 100976.
- El Halal, S. L. M., Bruni, G. P., do Evangelho, J. A., Biduski, B., Silva, F. T., Dias, A. R. G., da Rosa Zavareze, E., & de Mello Luvielmo, M. (2018). The properties of potato and cassava starch films combined with cellulose fibers and/or nanoclay. Starch/Staerke, 70(1–2).
- Enríquez, M., Velasco, R., & Ortiz, V. (2012). Composición y procesamiento de películas biodegradables basadas en almidón composition and processing of starch-based biodegradable films. composição e transformação de filmes biodegradáveis à base de amido. Biotecnología En El Sector Agropecuario y Agroindustrial, 10(1), 182–192.
- Escamilla-Treviño, L.L. (2012). Potential of plants from the genus agave as bioenergy crops. BioEnergy Research. 5(1): 1-9.
- Fitch-Vargas, P. R., Camacho-Hernández, I. L., Martínez-Bustos, F., Islas-Rubio, A. R., Carrillo-Cañedo, K. I., Calderón-Castro, A., Jacobo-Valenzuela, N., Carrillo-López, A., Delgado-Nieblas, C. I., & Aguilar-Palazuelos, E. (2019). Mechanical, physical and microstructural properties of acetylated starch-based biocomposites reinforced with acetylated sugarcane fiber. Carbohydrate Polymers, 219, 378–386.
- Fitch-Vargas, P. R., Camacho-Hernández, I. L., Rodríguez-González, F. J., Martínez-Bustos, F., Calderón-Castro, A., Zazueta-Morales, J. de J., & Aguilar-Palazuelos, E. (2023). Effect of compounding and plastic processing methods on the development of bioplastics based on acetylated starch reinforced with sugarcane bagasse cellulose fibers. Industrial Crops and Products, 192.
- Flores, F.J. & Perales, G.M. (1989). Primer reporte nacional de las plagas asociadas a la lechuguilla (*Agave lechuguilla* Torr.). Agraria. 5: 57-73.
- Foresti, M. L., Tupa, M. V, Ávila Ramírez, J. A., Cerrutti, P., & Vázquez, A. (2014). Acetilación sostenible de biopolímeros mediada por un α-hidroxiácido de origen natural. In Anales Acad. Nac. de Cs. Ex., Fís. y Nat., tomo (Vol. 66).
- Fritz, H. G. Study of production of thermoplastics and fibers based mainly on biological material. European commission. Stuttgart German, 392 (1994).
- Gamage, A., Thiviya, P., Mani, S., Ponnusamy, P.G., Manamperi, A., Evon, P., Merah, O. & Madhujit, T. (2022). Environmental properties and applications of biodegradable starch-based nanocomposites. Polymers. 14: 4578.
- García, M.A., Pinotti, A., Martino, M.N. & Zaritzky N.E. (2009). Characterization of Starch and Composite Edible Films and Coatings. In: Edible Films and Coatings for Food Applications. Embuscado, M.E. and Huber, K.C. (Editors). Springer. New York, USA. 403 p.
- Ghinea, C., Prisacaru, A. E., & Leahu, A. (2022). Physico-chemical and sensory quality of

- pasteurized apple juices extracted by blender and cold pressing juicer. Ovidius University Annals of Chemistry, 33(1), 84–93.
- González, A., Barrera, G. N., Galimberti, P. I., Ribotta, P. D., & Igarzabal, C. I. A. (2019). Development of edible films prepared by soy protein and the galactomannan fraction extracted from *Gleditsia triacanthos* (*Fabaceae*) seed. Food Hydrocolloids, 97, 105227.
- Henning, F. G., Ito, V. C., Demiate, I. M., & Lacerda, L. G. (2021). Non-conventional starches for biodegradable films: A review focusing on characterization and recent applications in food packaging. Carbohydrate Polymer Technologies and Applications.
- Homez-Jara, A., Daza, L. D., Aguirre, D. M., Muñoz, J. A., Solanilla, J. F., & Váquiro, H. A. (2018). Characterization of chitosan edible films obtained with various polymer concentrations and drying temperatures. International Journal of Biological Macromolecules, 113, 1233–1240.
- Hou, Y., Gong, T., Zhang, J., Yang, X., & Guo, Y. (2019). Structural characterization and emulsifying properties of thinned-young apples polysaccharides. Biochemical and Biophysical Research Communications, 516(4), 1175–1182.
- Ibrahim, H., Mehanny, S., Darwish, L., & Farag, M. (2018). A Comparative Study on the Mechanical and Biodegradation Characteristics of Starch-Based Composites Reinforced with Different Lignocellulosic Fibers. Journal of Polymers and the Environment, 26(6), 2434–2447.
- Jiang, J., Zhang, X., Gao, S., Li, M. & Hou, H. (2022). Effects of adding methods and modification types of cellulose on the physicochemical properties of starch/PBAT blown films. International Journal of Biological Macromolecules. 223: 1335-1343.
- Jiang, T., Duan, Q., Zhu, J., Liu, H. & Yu, L. (2020). Starch-based biodegradable materials: Challenges and opportunities. Advance Industrial and Engineering Polymer Research. 3: 8-18.
- Jiménez-Muñóz, E., Prieto-García, F., Prieto-Méndez, J., Acevedo-Sandoval, O. A., & Rodríguez-Laguna, R. (2016). Caracterización fisicoquímica de cuatro especies de agaves con potencialidad en la obtención de pulpa de celulosa para elaboración de papel. DYNA (Colombia), 83(197), 233–243.
- Kowalczyk, D., Szymanowska, U., Skrzypek, T., Basiura-Cembala, M., Materska, M., & Łupina, K. (2021). Corn starch and methylcellulose edible films incorporated with fireweed (*Chamaenerion angustifolium L.*) extract: Comparison of physicochemical and antioxidant properties. International Journal of Biological Macromolecules, 190, 969–977.
- Kramer, M.E. (2009). Structure and Function of Starch-Based Edible Films and Coatings. In: Edible Films and Coatings for Food Applications. Embuscado, M.E. and Huber, K.C. Springer. New York, USA. 403 p.
- Kumari, S., Manohar, S., Kumari, P., Krishnan, V., Maheshwari, C., Narwal, S., Prakash Gupta, O., Gowda, V. T., Bansal, N., & Dahuja, A. (2023). The Role of Major Phenolics in Apple to Total Antioxidant Capacity. The Role of Major Phenolics in Apple to Total Antioxidant Capacity.
- Lang, C.V., Jung, J., Wang, T. & Zhao, Y. (2022). Investigation of mechanisms and approaches for improving hydrophobicity of molded pulp biocomposites produced from apple pomace.

- Food and Bioproducts Processing. 133: 1-15.
- Laye, P.G. (2002). Differential Thermal Analysis and Differential Scanning Calorimetry. In: Principles of Thermal Analysis and Calorimetry. Haines, P. J. RSC Paperbacks. Manchester, UK. 220 p.
- Lin, L., Peng, S., Chen, X., Li, C. & Cui, H. (2023). Silica nanoparticles loaded with caffeic acid to optimize the performance of cassava starch/sodium carboxymethyl cellulose film for meat packaging. International Journal of Biological Macromolecules. 241: 124591.
- Liu, S., Cai, P., Li, X., Cheng, L., Li, L. & Li, B. (2016). Effect of film multi-scale structure on the water vapor permeability in hydroxypropyl starch (HPS)/Na-MMT nanocomposites. Carbohydrate Polymers.154: 186–193.
- Liu, Q., Gao, L., Qin, Y., Ji, N., Dai, L., Xiong, L., & Sun, Q. (2023). Incorporation of oxidized debranched starch/chitosan nanoparticles for enhanced hydrophobicity of corn starch films. Food Packaging and Shelf Life, 35.
- López, D. F., & Rojas, A. F. (2018). Factores que influencian las propiedades mecánicas, físicas y térmicas de materiales compuestos maderos plásticos. Entre Ciencia e Ingeniería, 12(23), 93–102.
- López-Echevarria, G., Huerta-Ruelas, J.A., Velázquez, G., Nieto-Pérez, M.J. & Mendez-Montealvo, G. (2023). Influence of the surface/volume ratio on the rheological properties of starch dispersions. Czech Journal of Food Sciences. 41(1): 54-63.
- López, O.V., García, M.A. & Zaritzky, N.E. (2008). Film forming capacity of chemically modified corn starches. Carbohydrate Polymers. 73: 573-581.
- Ma, X., Chang, PR & Yu, J. (2008). Propiedades de los compuestos termoplásticos biodegradables de almidón de guisante/carboximetilcelulosa y almidón de guisante/celulosa microcristalina. Polímeros de carbohidratos, 72 (3), 369-375.
- Mali, S., Grossmann, M.V.E., García, M.A., Martino, M.N. & Zaritzky, N.E. (2005). Mechanical and thermal properties of yam starch films. Food Hydrocolloids. 19: 157-164.
- Mali, S., Grossmann, M. V. E., García, M. A., Martino, M. N., & Zaritzky, N. E. (2006). Effects of controlled storage on thermal, mechanical and barrier properties of plasticized films from different starch sources. Journal of Food Engineering, 75(4), 453–460.
- Mali, S., Sakanaka, L.S., Yamashita, F. & Grossmann, M.V.E. (2005). Water sorption and mechanical properties of cassava starch films and their relation to plasticizing effect. Carbohydrate Polymers. 60: 283-289.
- Marín, D. C., Zuluaga, R., Gañán, P., & Stefani, P. M. (2014). Modificación superficial de membranas de celulosa bacteriana. Journal of the Argentine Chemical Society, 0365–0375.
- Martínez Isidro, J. A. (2007). Efecto de la acetilación sobre las propiedades higroscópicas de fibras cortas de coco y en materiales fibrorreforzados. Tesis de Maestría en Materiales Poliméricos. Posgrado en Materiales Poliméricos. Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C.
- Martínez-Salvador, M., Valdez-Cepeda, R., Arias, H.R., Beltrán-Morales, L.F., Murillo-Amador, B., Troyo-Diéguez, E., & Ortega-Rubio, (2005). Distribution and density of maguey plants in the arid Zacatecas Plateu, Mexico. Journal of Arid Environments. 61: 525-534.
- Massini, L., Rico, D., & Martin-Diana, A. B. (2018). Quality Attributes of Apple Juice: Role and

- Effect of Phenolic Compounds. In Fruit Juices: Extraction, Composition, Quality and Analysis (pp. 45–57). Elsevier Inc.
- Matheus, J. R. V., de Farias, P. M., Satoriva, J. M., de Andrade, C. J., & Fai, A. E. C. (2023). Cassava starch films for food packaging: Trends over the last decade and future research. In International Journal of Biological Macromolecules (Vol. 225, pp. 658–672). Elsevier B.V.
- Maulida, S. M., & Tarigan, P. (2016). Production of starch based bioplastic from cassava peel reinforced with microcrystalline cellulose avicel PH101 using sorbitol as plasticizer. In J. Phys. Conf. Ser (Vol. 710, No. 1).
- Mora de Alba, M., Tirado-González, D., Quezada-Tristán, T., Guevara-Lara, F., Jáuregui-Rincón, J., Larios-González, R., & Tirado-Estrada, G. (2018). Calidad nutricional del bagazo de manzana ensilado con fuentes nitrogenadas orgánicas e inorgánicas.
- Morales-Martínez, T.K., Medina-Morales, M.A., Ortíz-Cruz, A.L., Rodríguez-De la Garza, J.A., Moreno-Dávila, M., López-Badillo, C.M. & Ríos-González, L. (2020). Consolidated bioprocessing of hydrogen production from agave biomass by *Clostridium acetobutylicum* and bovine ruminal fluid. International Journal of Hydrogen Energy. 45(26): 13707-13716.
- Morelli, C.L., Belgacem, M.N., Branciforti, M.C., Bretas, R.E., Crisci, A. & Bras, J. (2016). Supramolecular aromatic interactions to enhance biodegradable film properties through incorporation of functionalized cellulose nanocrystals. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.83: 80-88.
- Morreeuw, Z.P., Escobedo-Fregoso, C., Ríos-González, L.J., Castillo-Quiroz, D. & Reyes, A.G. (2021). Transcriptome-based metabolic profiling of flavonoids in *Agave lechuguilla* waste biomass. Plant Science. 305: 110748.
- Mujtaba, M., Morsi, R. E., Kerch, G., Elsabee, M. Z., Kaya, M., Labidi, J., & Khawar, K. M. (2019). Current advancements in chitosan-based film production for food technology; A review. International journal of biological macromolecules, 121, 889-904.
- Müller, C.M.O., Laurindo, J.B. & Yamashita, F. (2009). Effect of cellulose fibers on the crystallinity and mechanical properties of starch-based films at different relative humidity values. Carbohydrate Polymers.77: 293-299.
- Müller, K., Fürtauer, S., Schmid, M. & Zollfrank, C. (2022). Cellulose blends from gel extrusion and compounding with polylactic acid. Journal of Applied Polymer Science. e52794: 1-15.
- Nepomuceno A, Canchola A, Gutierrez S, Martinez G, Flores T, & Jimenez H. (2017). "La ingeniería química en el desarrollo sostenible de nuevos procesos y productos" Memorias del XXXVIII Encuentro Nacional de la AMIDIQ.
- Nordin N., Othman, S.H., Kadir Basha, R. & Abdul Rashid, S. (2018). Mechanical and thermal properties of starch films reinforced with microcellulose fibres. Food Research. 2(6): 555-563.
- Nouri, L.; Mohammadi, NA Propiedades antibacterianas, mecánicas y de barrera de la película de almidón de sagú incorporada con extracto de hojas de betel. En t. J. Biol. Macromol. (2014), 66, 254–259.
- Oliva-Rodríguez, A.G., Quintero, J., Medina-Morales, J.A., Morales-Martínez, T.K., Rodríguez-de la Garza, J.A., Moreno-Dávila, J.A., Aroca, G. & Ríos-González, L.J. (2019). *Clostridium* strain selection for co-culture with *Bacillus subtilis* for butanol production from agave

- hydrolysates. Bioresource Technology. 275: 410-415.
- Oniszczuk, T., Wójtowicz, A., Moscicki, L., Mitrus, M., Kupryaniuk, K., Kusz, A. & Bartnik, G. (2016). Efecto de las fibras naturales sobre las propiedades mecánicas del almidón termoplástico. Agrofísica Internacional, 30 (2).
- Oregel-Zamudio, S., Aguilar, E., Noé, C., Oyoque -Salcedo; Angoa -Pérez, G.; Valentina, M., Mena -Violante.; & Gabriela, H. (2016). Caracterización fisicoquímica de películas comestibles a base de cera de candelilla. Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha, 17(1), 1–7.
- Oropeza González, A.R., Montes Hernández, A.I., & Padrón Pereira, C.A. (2016). Películas biodegradables a base de almidón: Propiedades mecánicas, funcionales y biodegradación. Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos. 7(1): 065-093.
- O'Shea, N., Ktenioudaki, A., Smyth, T.P., McLoughlin, P., Doran, L., Auty, M.A.E., Arendt, E. & Gallagher, E. (2015). Physicochemical assessment of two fruit by-products as functional ingredients: Apple and orange pomace. Journal of Food Engineering. 153: 89-95.
- Ortíz-Méndez, O.H., Morales-Martínez, T.K., Rios-González, L.J., Rodríguez-De la Garza, J.A., Quintero, J. & Aroca, G. (2017). Bioethanol production from *Agave lechuguilla* biomass pretreated by autohydrolysis. Revista Mexicana de Ingeniería Química. 16: 467-476.
- Othman, S. H., Wane, B. M., Nordin, N., Noor Hasnan, N. Z., Talib, R. A., & Karyadi, J. N. W. (2021). Physical, mechanical, and water vapor barrier properties of starch/cellulose nanofiber/thymol bionanocomposite films. Polymers, 13(23).
- Othman, S.H., Majid, N.A., Tawakkal, I.S.M.A., Basha, R.K., Nordin, N. & Shapi T, R.A. (2019). Tapioca starch reinforced with microcrystalline cellulose for potential food packaging application. Food Science and Technology. 39: 605-612.
- Pająk, P., Gałkowska, D., Juszczak, L., & Khachatryan, G. (2022). Octenyl succinylated potato starch-based film reinforced by honey-bee products: Structural and functional properties. Food Packaging and Shelf Life, 34.
- Pando-Moreno, M., Pulido, R., Castillo, D., Jurado, E. & Jiménez, J. (2008). Estimating fiber for lechuguilla (*Agave lechuguilla Torr.*, *Agavaceae*), a traditional non-timber forest product in Mexico. Forest Ecology and Management. 255: 3686-3690.
- Patiño-Rodríguez, O., Bello-Pérez, L.A., Agama-Acevedo, E. & Pacheco-Vargas, G. (2020). Pulp and peel of unripe stenospermocarpic mango (*Mangifera indica* L. cv Ataulfo) as an alternative source of starch, polyphenols and dietary fibre. Food Research International. 138: 109719.
- Pelissari, F.M., Andrade-Mahecha, M.M., Sobral, P.J.A. & Menegalli, F.C. (2013). Comparative study on the properties of flour and starch films of plantain banana (*Musa paradisiaca*). Food Hydrocolloids. 30: 681-690.
- Pinos, A., & Braulio, J. (2018). Modificación de la celulosa obtenida de la fibra de banano para el uso de polímeros biodegradables. Afinidad LXXV, 45–51.
- Pirsa, S., Sani, I. K., & Mirtalebi, S. S. (2022). Nano-biocomposite based color sensors: Investigation of structure, function, and applications in intelligent food packaging. In Food Packaging and Shelf Life (Vol. 31). Elsevier Ltd.
- Prado-Martínez, M., Anzaldo-Hernández, J., Becerra-Aguilar, B., Palacios-Juárez, H., de Jesús

- Vargas-Radillo, J., & Rentería-Urquiza, M. (2012). Characterization of maize leaves and of sugarcane bagasse to elaborate of a mixed cellulose pulp. Madera v Bosques, 18(3), 37–51.
- Ramírez, M., Ariel Ruiz Corral, J., Medina García, G., Luis Jacobo Cuéllar, J., Parra Quezada, R., Ávila Marioni, M., & Amado Álvarez, J. (2011). Perspectives on the apple production system in chihuahua facing climate change. Revista Mexicana de Ciencias Agrícolas, 223–237.
- Ramos-Aguilar, A.L., Victoria-Campos, C.I., Ochoa-Reyes, E., Ornelas-Paz, J. de J., Zamudio-Flores, P.B., Rios-Velasco, C., Reyes-Hernández, J., Pérez-Martínez, J.D. & Ibarra-Junquera, V. (2017). Physicochemical properties of apple juice during sequential steps of the industrial processing and functional properties of pectin fractions from the generated pomace. LWT-Food Science and Technology. 86: 465-472.
- Rascón-Chu, A., Martínez-López, A.-L., Carvajal-Millán, E., Martínez-Robinson, K. G., & Campa-Mada, A. C. (2016). Ionic gelation of low-esterification degree pectins from immature thinned apples. Rev. Fitotec. Mex (Vol. 39, Issue 1).
- Reddy, J. P., & Rhim, J. W. (2014). Characterization of bionanocomposite films prepared with agar and paper-mulberry pulp nanocellulose. Carbohydrate Polymers, 110, 480–488.
- Rendon-Villalobos, R., García-Hernández, E., Güizado-Rodríguez M, Salgado-Delgado R, & Rangel-Vázquez N. (2019). Obtención y caracterización de almidón de plátano (*Musa paradisiaca L.*) acetilado a diferentes grados de sustitución. Afinidad LXVII, 294–300.
- Reyes-Agüero, J. A., Aguirre-Rivera, J. R., & Peña-Valdivia, C. B. (2000). Biología y aprovechamiento de *Agave lechuguilla* Torrey. Botanical Sciences, (67), 75-88.
- Ríos-González, L.J., Medina-Morales, M.A., Rodríguez-De la Garza, J.A., Romero-Galarza, A., Dávila-Medina, D. & Morales-Martínez, T.K. (2021). Comparison of dilute acid pretreatment of agave assisted by microwave versus ultrasound to enhance enzymatic hydrolysis. Bioresource Technology. 319: 124099.
- Romero-Bastida, C.A., Zamudio-Flores, P.B. & Bello-Pérez, L.A. (2011). Antimicrobianos en películas de almidón oxidado de plátano: Efecto sobre la actividad antibacteriana, microesctructura, propiedades mecánicas y de barrera. Revista Mexicana de Ingeniería Química. 10(3): 445-453.
- Salazar, K., Salazar, J., Chuquimia, M., & Chavez, S. (2019). "Análisis Potencial de Productos Biopoliméricos como Materia Prima para Elaborar Empaques Biodegradables."
- Salgado-Delgado, A.M., Lozano-Pineda, E., Salgado-Delgado, R., Hernández-Uribe, J.P., Olarte-Paredes, A. & Granados-Baeza, M.J. (2022). Chemical modification of rice (*Oryza sativa*) and potato (*Solanum tuberosum*) starches by silanization with trimethoxy(methyl)silane. Revista Mexicana de Ingeniería Química. 21(3): 1-12.
- Serpa, J., Silva, J., Reis, C. L., Micoli, L., Alexandre e Silva, L. M., Canuto, K. M., Casimiro de Macedo, A., & Ponte Rocha, M. V. (2020). Extraction and characterization of lignins from cashew apple bagasse obtained by different treatments. Biomass and Bioenergy, 141.
- Shahbaz, H. M., Kim, J. U., Kim, S. H., & Park, J. (2018). The Inactivation of Pathogens in Fruit Juice: *Escherichia coli* O157:H7, *Salmonella typhimurium*, and *Listeria monocytogenes*. In Fruit Juices: Extraction, Composition, Quality and Analysis (pp. 341–361). Elsevier Inc.
- Sifuentes-Nieves, I., Yáñez Macías, R., Neira Velázquez, G., Velázquez, G., Garcia Hernandez, Z., Gonzalez Morones, P., & Hernández-Hernández, E. (2021). Biobased sustainable

- materials made from starch and plasma/ultrasound modified Agave fibers: Structural and water barrier performance. International Journal of Biological Macromolecules, 193, 2374–2381.
- Stevenson, D. G., Domoto, P. A., & Jane, J. L. (2006). Structures and functional properties of apple (*Malus domestica* Borkh) fruit starch. Carbohydrate Polymers, 63(3), 432–441.
- Syafri, E., Kasim, A., Abral, H., Sudirman, Sulungbudi, G.Tj., Sanjay, M.R. & Sari, N.H. (2018). Synthesis and characterization of cellulose nanofibers (CNF) ramie reinforced cassava starch hybrid composites. International Journal of Biological Macromolecules. 120: 578-586.
- Tarique, J., Sapuan, S. M., Khalina, A., Sherwani, S. F. K., Yusuf, J., & Ilyas, R. A. (2021). Recent developments in sustainable arrowroot (*Maranta arundinacea* Linn) starch biopolymers, fibres, biopolymer composites and their potential industrial applications: A review. In Journal of Materials Research and Technology (Vol. 13, pp. 1191–1219).
- Tarique, J., Sapuan, S. M., Khalina, A., Ilyas, R. A., & Zainudin, E. S. (2022). Thermal, flammability, and antimicrobial properties of arrowroot (*Maranta arundinacea*) fiber reinforced arrowroot starch biopolymer composites for food packaging applications. International Journal of Biological Macromolecules, 213, 1-10.
- Thipchai, P., Punyodom, W., Jantanasakulwong, K., Thanakkasaranee, S., Hinmo, S., Pratinthong, K., Kasi, G. & Rachtanapun, P. (2023). Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from bamboos and their application in cassava starch-based film. Polymers. 15: 2622.
- Tirado-Gallegos, J.M., Zamudio-Flores, P.B., Ornelas-Paz, J. de J., Rios-Velasco, C., Olivas-Orozco, G.I., Espino-Díaz, M., Baeza-Jiménez, R., Buenrostro-Figueroa, J.J., Aguilar-González, M.A., Lardizábal-Gutiérrez, D., Hernández-González, M., Hernández-Centeno, F. & López-De la Peña, H.Y. (2018). Elaboration and characterization of active apple starch films incorporated with ellagic acid. Coatings. 8 (11): 384.
- Tirado-Gallegos, J.M., Zamudio-Flores, P.B., Ornelas-Paz, J. de J., Rios-Velasco, C., Acosta-Muñiz, C.H., Gutiérrez-Meraz, F., Islas-Hernández, J.J. & Salgado-Delgado, R. (2016). Effect of the method of isolation and the degree of ripeness on the physicochemical, structural and rheological properties of apple starch. Revista Mexicana de Ingeniería Química. 15(2): 391-408.
- Vieira, M. C., Heinze, T., Antonio-Cruz, R., & Mendoza-Martinez, A. M. (2002). Cellulose derivatives from cellulosic material isolated from *Agave lechuguilla* and *fourcroydes*. 203–212.
- Villada, H. S., Acosta, H. A., & Velasco, R. J. (2007). Biopolímeros naturales usados en empaques biodegradables biopolymers naturals used in biodegradable packaging revisión bibliográfica. temas agrarioS, 12(2), 5–13.
- Vriesmann, L.C., Silveira, J.L.M. & Petkowicz, C.L. de O. (2009). Chemical and rheological properties of starch-rich fraction from the pulp of the fruit cupuassu (*Theobroma grandiflorum*). Materials Science and Engineering C. 29: 651-656.
- Wan, S., Liu, Q., Yang, D., Guo, P., Gao, Y., Mo, R., & Zhang, Y. (2023). Characterization of high amylose corn starch-cinnamaldehyde inclusion films for food packaging. Food Chemistry.
- Wang H, Kabir M, & Lau K. (2014). Hemp Reinforced Composites with Alkalization and

- Acetylation Fibre Treatments. Polymers & Polymer Composites.
- Wang, Y., Wang, X., Hu, G., Al-Romaima, A., Liu, X., Bai, X., Li, J., Li, Z., & Qiu, M. (2022). Effect of green coffee oil as a natural active emulsifying agent on the properties of corn starch-based films. LWT, 170.
- Wangprasertkul, J., Siriwattanapong, R. & Harnkarsujarit, N. (2021). Antifungal packaging of sorbate and benzoate incorporated biodegradable films for fresh noodles. Food Control. 123: 107763.
- Wei, B., Sun, B., Zhang, B., Long, J., Chen, L. & Tian, Y. (2016). Synthesis, characterization and hidrophobicity of sylated starch nanocrystal. Carbohydrate Polymers. 136: 1203-1208.
- Włodarska, K., GliszczyńskaŚwigło, A., & Sikorska, E. (2022). Differentiation of commercial apple juices based on multivariate analysis of their polyphenolic profiles. Journal of Food Composition and Analysis, 105031.
- Yacob, N., Yusof, M.R., Ainun, Z.M.A. & Badri, K.H. (2018). Effect of cellulose fiber from sago waste on properties of starch-based films. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 368: 012028.
- Yang, N., Gao, W., Zou, F., Tao, H., Guo, L., Cui, B., Lu, L., Fang, Y., Liu, P., & Wu, Z. (2023). The relationship between molecular structure and film-forming properties of thermoplastic starches from different botanical sources. International Journal of Biological Macromolecules, 230.
- Yang, F., Wei, Y., Xiao, H., Zhang, Q., Li, J., Lin, Q. & Liu, G. Q. (2023). Acetylated rice starch nanocrystals improved the physical, mechanical, and structural properties of native rice starch based films. International Journal of Biological Macromolecules, 127271.
- Yao, X., Qin, Y., Zhang, M., Zhang, J., Qian, C., & Liu, J. (2021). Development of active and smart packaging films based on starch, polyvinyl alcohol and betacyanins from different plant sources. International Journal of Biological Macromolecules, 183, 358–368.
- Yu, Z., Dhital, R., Wang, W., Sun, L., Zeng, W., Mustapha, A., & Lin, M. (2019). Development of multifunctional nanocomposites containing cellulose nanofibrils and soy proteins as food packaging materials. Food Packaging and Shelf Life, 21.
- Zamudio-Flores, P. B., & Bello-Perez, L. A. (2013). Elaboración y caracterización de películas de glicoproteínas obtenidas mediante reacción de Maillard utilizando almidón acetilado y aislado proteico de suero lácteo. Revista mexicana de ingeniería química, 12(3), 401-413.
- Zamudio-Flores, Ochoa-Reyes, E., De, J., Ornelas-Paz, J., Tirado-Gallegos, J. M., Bello-Pérez, L. A., Rubio-Ríos, A., & Cárdenas-Felix, R. G. (2015). Caracterización fisicoquímica, mecánica y estructural de películas de almidones oxidados de avena y plátano adicionadas con betalaínas. Physicochemical, mechanical, and structural features of oxidized oat and banana starch films enriched with betalains.
- Zamudio-Flores, P.B., Ochoa-Reyes, E., Ornelas-Paz, J. de J., Aparicio-Saguilán, A., Vargas-Torres, A., Bello-Pérez, L.A. Rubio-Ríos, A. & Cárdenas-Felix, R.G. (2015). Effect of storage time on physicochemical and textural properties of sausages covered with oxidized banana starch films with and without betalains. CyTA-Journal of Food. 13(3): 456-463.
- Zamudio-Flores, P.B., Bello-Pérez, L.A., Vargas-Torres, A., Hérnández-Uribe, J.P. & Romero-Bastida, C.A. (2006). Partial characterization of films prepared with oxidized banana starch.

- Agrociencia. 41: 837-844.
- Zamudio-Flores, P.B., Bautista-Baños, S., Salgado-Delgado, R. & Bello-Pérez, L.A. (2009). Effect of the oxidation level on the dual modification of banana starch: The mechanical and barrier properties of its films. Journal of Applied Polymer Science. 112: 822-829.
- Zamudio-Flores, P.B., Vargas Torres, A., Salgado-Delgado, R. & Bello-Pérez, L.A. (2010). Influence of the oxidation and acetylation of banana starch on the mechanical and water barrier properties of modified starch and modified starch/chitosan blend films. Journal of Applied Polymer Science. 115: 991–998.
- Zeng, S., Cai, X., Guo, W., Zhang, Z., & Yang, S. (2022). Differences in optical properties and internal qualities of 'Fuji' apple produced in different areas of the Loess Plateau region. European Journal of Agronomy, 140.
- Zhang, J., Zou, F., Tao, H., Gao, W., Guo, L., Cui, B., & Fang, Y. (2023). Effects of different sources of cellulose on mechanical and barrier properties of thermoplastic sweet potato starch films. Industrial Crops and Products, 194, 116358.
- Zhang, W., Zhang, Y., Cao, J., & Jiang, W. (2021). Improving the performance of edible food packaging films by using nanocellulose as an additive. In International Journal of Biological Macromolecules (Vol. 166, pp. 288–296). Elsevier B.V.
- Zhao, K., Wang, W., Teng, A., Zhang, K., Ma, Y., Duan, S., Li, S., & Guo, Y. (2020). Using cellulose nanofibers to reinforce polysaccharide films: Blending vs layer-by-layer casting. Carbohydrate Polymers, 227.
- Żołek-Tryznowska, Z., Bednarczyk, E., Tryznowski, M. & Kobiela, T. (2023). A comparative investigation of the surface properties of corn-starch-microfibrillated cellulose composite films. Materials. 16: 3320.