

EVALUACIÓN DE LA MICROENCAPSULACIÓN DE EUGENOL EN FILMS DE ALGINATO DE SODIO

Bressán, Luisina

Instituto de Desarrollo Tecnológico para la Industria Química INTEC-CONICET-UNL

Director/a: Estenoz, Diana Alejandra

Codirector/a: Taverna, María Eugenia

Área: Ingeniería

Palabras claves: Lignina, Eugenol, Alginato de Sodio

INTRODUCCIÓN

El eugenol (4-alil-2-metoxifenol) es un compuesto fenólico presente principalmente en los aceites esenciales como el clavo de olor, la canela, y la nuez moscada. Debido a sus propiedades antimicrobianas, antioxidantes y analgésicas, este compuesto natural ha sido ampliamente empleado para diferentes aplicaciones en la industria alimentaria, farmacéutica, cosmética, entre otras (Barboza et al. 2018). Aunque el eugenol exhibe una actividad antibacteriana de amplio espectro, su aplicación suele estar limitada por su alta volatilidad y sensibilidad al oxígeno, la luz y el calor. A fin de superar estas limitaciones, se ha propuesto la encapsulación de eugenol en diferentes matrices poliméricas de origen natural a escala micro- o nanométrica (Taverna et al. 2022). Las ligninas constituyen un posible candidato de origen natural para encapsular eugenol, ya que se caracterizan por ser biopolímeros naturales, subproductos de la industria papelera, de gran abundancia y de bajo costo. Las partículas de lignina que encapsulan biocidas, como el eugenol, se podrían utilizar para producir films de biopolímeros con aplicaciones en la industria alimenticia. Entre los diferentes biopolímeros que se utilizan en la elaboración de films, el alginato de sodio presenta buenas propiedades formadoras de películas y los materiales resultantes son una excelente barrera al oxígeno y al dióxido de carbono. En este trabajo, se propone evaluar la encapsulación de eugenol en micropartículas de lignina y evaluar su incorporación en films de alginato con potencial aplicación en la obtención de envases activos.

OBJETIVOS

Los objetivos de este trabajo incluyen:

- Sintetizar y caracterizar micropartículas de lignina proveniente de un aislamiento iónico;
- Evaluar la eficiencia de encapsulación del eugenol en las partículas;
- Preparar y caracterizar films de alginato de sodio conteniendo partículas de lignina.

Título del proyecto: "Monómeros y Polímeros Funcionales Basados en Recursos Naturales Vegetales para Aplicaciones en Materiales, Energía y Agroquímicos de Bajo Impacto Ambiental"
Instrumento: CAID (Código: 50620190100093LI)
Año convocatoria: 2021
Organismo financiador: UNL
Directora: Dra. Diana Estenoz

METODOLOGÍA

Materiales

Se emplearon los siguientes reactivos: eugenol (Sigma Aldrich, Alemania), glicerol (Cicarelli, Argentina), tetrahidrofurano (THF) (Cicarelli, Argentina), dodecilsulfato de sodio (SDS) (Cicarelli, Argentina), cloruro de calcio (Sigma Aldrich, Alemania), alginato de sodio (Todo Drogas, Argentina), bromuro de potasio (Cicarelli), etanol (Cicarelli). Se utilizó agua ultrapura (0,055 $\mu\text{S}/\text{cm}$) para todas las diluciones, la cual fue obtenida de un equipo de purificación OSMOION. Se empleó una lignina iónica proveniente de abeto (madera blanda), la cual fue previamente caracterizada en trabajos previos (Taverna et al. 2018). El contenido de cenizas y humedad de esta lignina fue 0,60 y 23,34% en peso, respectivamente. En cuanto a la composición elemental, el contenido de C, N, S, H fue de 66,26, 0,26, 0,71 y 8,27%, respectivamente. Los valores obtenidos para las masas molares medias en peso y número fueron 3718 y 768 g mol^{-1} , respectivamente.

Síntesis y caracterización de micropartículas de lignina

Para la síntesis de las partículas de lignina se empleó el método antisolvente. A tales efectos, se disolvieron 0,2 g de lignina en 10 mL de THF. El eugenol se añadió a esta solución en una concentración del 10 y 20% m/m respecto de la lignina. Además, se realizó un blanco sin la incorporación de eugenol. La solución resultante fue goteada sobre una solución acuosa de SDS (0,1 % m/v) con un caudal de 1 mL/min mediante el empleo de una bomba peristáltica. El disolvente orgánico se eliminó por evaporación en un rota-evaporador durante 30 min. Las micropartículas sólidas en suspensión se centrifugaron a 10000 rpm durante 5 min y se lavaron para eliminar restos de surfactante. Posteriormente, se secaron en estufa a 45°C. La morfología y el tamaño medio de las partículas se evaluó mediante microscopía óptica. Se determinó la eficiencia de encapsulación para los sistemas preparados. Para ello, se disolvieron aproximadamente 3 mg de partículas en 3 mL de etanol, que se agitaron a 50 rpm durante 24 h para la extracción del eugenol. La concentración de eugenol en el sobrenadante de las suspensiones se cuantificó por cromatografía gaseosa.

Preparación y caracterización de los films de alginato de sodio

En primer lugar, se preparó una solución de alginato de sodio al 2% m/m en agua destilada a 60°C hasta su completa disolución. A dicha solución, se añadió glicerol al 1% m/m como agente plastificante. Luego se añadieron las micropartículas de lignina dispersas en 1 mL de agua y se homogenizó la mezcla. La composición de los films se presenta en la tabla 1. Los mismos se prepararon en moldes de silicona de 6 cm de diámetro y se secaron en estufa a 60°C durante 24 h. Luego, estos films se entrecruzaron iónicamente con cloruro de calcio. Para tal fin, se sumergieron los films en 10 mL de una solución de cloruro de calcio al 2% m/m. Finalmente, se secaron en estufa a 40°C durante 24 h.

Tabla 1. Composición de los films.

	Alginato de sodio (g)	Micropartículas de lignina (g)	Cloruro de calcio (g)
Film 1	0,10	-	0,20
Film 2	0,09	0,01	0,20
Film 3	0,08	0,02	0,20
Film 4	0,07	0,03	0,20

La caracterización de los films incluyó las siguientes determinaciones: (a) morfología del film mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM); (b) grupos funcionales por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR); y (c) estabilidad térmica por análisis termogravimétrico (TGA).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 1 se presenta una micrografía de las micropartículas de ligninas preparadas en ausencia de eugenol. Las mismas presentan una morfología esférica y su tamaño medio resultó ser $2,5 \mu\text{m}$. Además, se observó que la incorporación de eugenol no afectó significativamente el tamaño medio de las partículas.

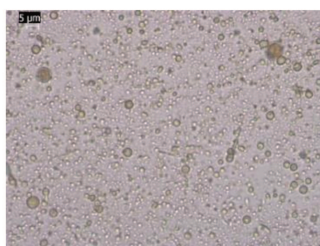


Figura 1: Micropartículas de lignina iónica.

La tabla 2 muestra la eficiencia de encapsulación de los diferentes sistemas particulados.

Tabla 2. Eficiencia de encapsulación de los sistemas.

Sistemas	Eugenol (% m/m)	Eficiencia de Encapsulación (% m/m)
Blanco	0	-
1	10	7,6
2	20	11,0

La eficiencia de encapsulación resultó ser mayor cuando se incrementó la carga de eugenol de 10 a 20 % m/m.

Las micrografías de los films de alginato de sodio con un 10 y 20% de partículas se muestran en la Figura 2.

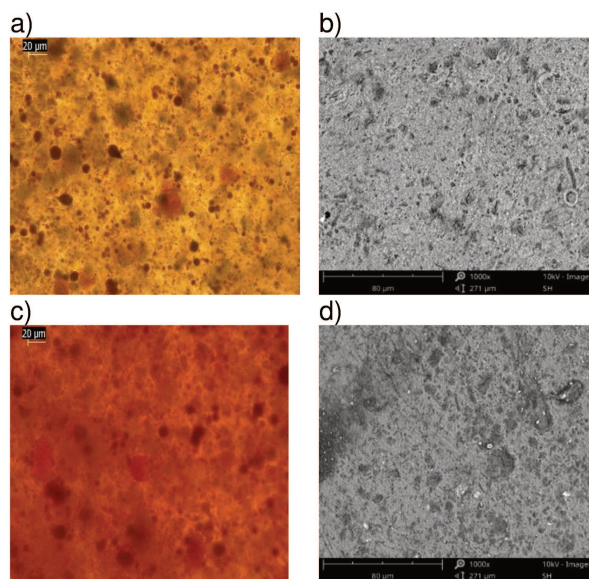


Figura 2: Micrografías de microscopía óptica y SEM de films con 10% (a, b) y 20% (c, d) de partículas.

Los resultados muestran la obtención de films homogéneos con una buena dispersión de partículas para las distintas concentraciones analizadas. Además, las micrografías obtenidas por SEM sugieren que las partículas se encuentran contenidas en el interior de los films, ya que no se observan superficialmente.

A partir de los ensayos de TGA (Figura 3a) se pueden observar dos procesos principales de degradación. El primer proceso que se produce a una temperatura cercana a los 200 °C está relacionado con la descarboxilación del alginato de sodio y el segundo proceso a 500 °C corresponde a la degradación de los grupos hidroxilo del alginato. Por otro lado, se puede ver que un mayor contenido de partículas en los films mejora la estabilidad térmica de los mismos. Por otro lado, en la Figura 3b se muestran los espectros de FTIR de los films con distinto contenido de partículas. Se puede apreciar que las bandas son similares para ambos films, siendo más definida la banda a 1500 cm⁻¹ a mayor contenido de partículas de lignina, la cual corresponde al anillo aromático de la lignina.

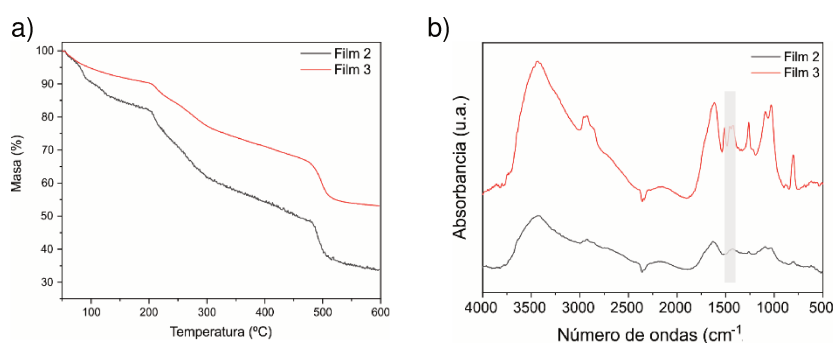


Figura 3: a) TGA y b) FTIR de films conteniendo 10 (Film 2) y 20% (Film 3) de micropartículas de lignina.

CONCLUSIONES

En este trabajo se prepararon micropartículas de lignina iónica conteniendo eugenol mediante el método antisolvente. La eficiencia de encapsulación se ve favorecida con una mayor carga del biocida.

Los films obtenidos muestran buena estabilidad térmica y una buena dispersión de las partículas en la matriz de alginato, lo que sugiere una potencial aplicación en la elaboración de envases activos.

Se pretende continuar estudiando las propiedades de barrera, bactericidas, entre otras de los films con las partículas cargadas con eugenol.

BIBLIOGRAFÍA

Barboza, Joice Nascimento, et al., 2018. "An Overview on the Anti-Inflammatory Potential and Antioxidant Profile of Eugenol." *Oxidative Medicine and Cellular Longevity*, vol. 2018.

Taverna, María E., et al., 2022. "Bio-Composite Films Based on Alginate and Rice Husk Tar Microparticles Loaded with Eugenol for Active Packaging." *Waste and Biomass Valorization*, vol. 13, no. 6, 2022.

Taverna, María Eugenia, et al., 2018. "Microparticles Based on Ionic and Organosolv Lignins for the Controlled Release of Atrazine." *Journal of Hazardous Materials*, vol. 359, no. July, Elsevier, 2018.