

# EFFECTO DEL USO DE CICLOS DE CONGELAMIENTO-DESCONGELAMIENTO EN LA OBTENCIÓN DE PELÍCULAS DE QUITOSANO

Sabina Allo, Nora J. François y Marta E. Daraio

Grupo de Aplicaciones de Materiales Biocompatibles  
Facultad de Ingeniería. Universidad de Buenos Aires. Paseo Colón 850. Ciudad Autónoma de Buenos Aires [nfranco@fi.uba.ar](mailto:nfranco@fi.uba.ar)

## Introducción

En los últimos años se ha generado un gran interés en el estudio de películas basadas en polímeros que pueden degradarse naturalmente y más rápido que las películas que se obtienen a partir de materiales sintéticos derivados del petróleo.

Los polímeros hidrofílicos en general y los biopolímeros como el quitosano en particular, resultan ser materiales aptos para generar películas que pueden utilizarse en diversas áreas como por ejemplo en la liberación transdérmica [1] donde es deseable que el material presente una elevada permeabilidad al vapor de agua o en la industria alimenticia [2] donde la película debe presentar una baja permeabilidad a los gases.

En este trabajo se comparan las propiedades mecánicas, la permeabilidad al vapor de agua y la capacidad de absorción de agua de películas biodegradables preparadas a partir de quitosano utilizando dos métodos de obtención, uno tradicional y otro que utiliza ciclos de congelamiento- descongelamiento (C-D).

## Materiales

Se utilizó quitosano (Q) de peso molecular medio con un grado de deacetilación del 85 % (Aldrich Chemistry) y ácido láctico de calidad analítica (Cicarelli).

## Métodos

### 1- Preparación de las dispersiones poliméricas

Se prepararon dispersiones de polímero en solución acuosa de ácido láctico de concentración 1 % v/v. El agua utilizada se obtiene de un sistema de purificación de agua Millipore Simplicity. La concentración final de polímero fue del 1 % m/m.

### 2- Preparación de las películas

Las películas se obtuvieron por secado de las dispersiones que se dispensan en moldes de polipropileno circulares de 5 cm de diámetro en una relación de 0,3 g /cm<sup>2</sup>.

Se utilizaron dos procesos:

- 1- **Proceso de secado directo:** se colocó el molde en una estufa a 50 °C durante dos horas y posteriormente se produjo el secado hasta peso constante (aproximadamente 1 semana) en una cámara con circulación de aire no forzada en condiciones de temperatura y humedad ambientales.
- 2- **Proceso con ciclos de congelamiento-descongelamiento (C-D):** el material se sometió a 8 ciclos de (C-D) con posterior secado según lo especificado en el proceso de secado directo. Los ciclos de congelamiento consisten en colocar el material a -20 °C durante 24 horas y a continuación se dejan descongelar a temperatura ambiente (aproximadamente 25 °C) durante una hora.

### 2- Ensayos mecánicos

Se realizaron ensayos de tracción hasta la ruptura según la norma ASTM D 638:03 utilizando el equipo JJ Tensile Testing Machine T5002.

La velocidad del cabezal del equipo se fijó en  $100 \text{ mm min}^{-1}$ . Los ensayos se llevaron a cabo por triplicado.

### 3-Transmisión al vapor de agua (WVT)

Las mediciones se realizaron en celdas de acrílico rellenas con cloruro de calcio de acuerdo con el método desecante descrito en la norma ASTM E 96:00.

Las condiciones de la cámara de humedad y temperatura controladas son  $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $96 \%$  de humedad relativa. Los ensayos se realizaron por duplicado.

### 4- Ensayos de hinchamiento

Los ensayos se realizaron a temperatura constante de  $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$  con el método gravimétrico, utilizando una canasta con malla de acero inoxidable cuyo poro permite el escurrimiento del agua impidiendo la pérdida del material polimérico que se encuentra en el interior de la misma.

Una determinada masa de película seca se colocó en el interior de la canasta y se sumergió en agua. A intervalos regulares se obtiene la masa de agua incorporada por diferencia de pesada utilizando una balanza electrónica digital ACCULAB con una precisión de  $0,1 \text{ mg}$ .

## Resultados y discusión

En las Tablas 2 y 3 se presentan los resultados de los ensayos mecánicos y de transmisión al vapor de agua.

Tabla 2: Valores promedios y desviación estándar de tensión y elongación en el punto de ruptura

Muestra	Tensión Máxima MPa	Porcentaje de Elongación en la ruptura
Muestra 1 (sin C-D)	$3,61 \pm 0,08$	$170 \pm 10$
Muestra 2 (con C-D)	$4,05 \pm 0,06$	$117 \pm 2$

Tabla 3: Valores promedio y desviación estándar de la transmisión de vapor de agua (W V T)

Muestra	W V T ( $\text{g s}^{-1}\text{m}^{-2}$ )
Muestra 1	$(5,22 \pm 0,27) 10^{-3}$
Muestra 2	$(3,31 \pm 0,79) 10^{-3}$

Los resultados indican que las películas obtenidas por el proceso cíclico resultan ser más resistentes a los ensayos de tracción y menos permeables al vapor de agua que las películas preparadas de manera normal. Este resultado es esperable si los sucesivos ciclos C-D inducen un aumento de los entrecruzamientos de las cadenas poliméricas y un incremento en la tortuosidad de los canales internos que conectan los poros.

Los ensayos de hinchamiento permiten determinar la máxima capacidad de agua retenida por la red polimérica. Los resultados experimentales se presentan en la Figura 1.

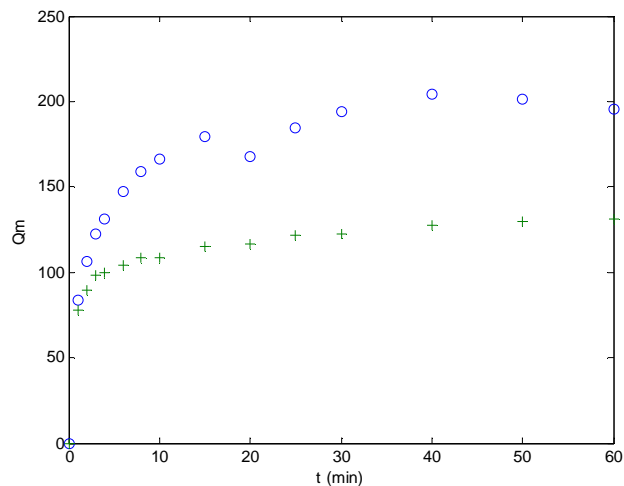


Figura 1: grado de hinchamiento en función del tiempo para películas de quitosano preparadas: sin ciclos C-D (o) y con 8 ciclos C-D (+).

La aplicación de ocho ciclos de congelamiento-descongelamiento en la preparación de las películas produce una disminución significativa en la elongación, en la WVT y en el grado de hinchamiento de las mismas.

Durante la fase de congelamiento de las dispersiones poliméricas se produce un sistema con una estructura más organizada a través de transiciones conformacionales del tipo desorden-orden. Como resultante de estas transiciones, se producen asociaciones entre las regiones ordenadas de las cadenas poliméricas que generan un aumento de los entrecruzamientos de entre las mismas [3].

### Conclusiones

Los resultados experimentales sugieren que el uso repetitivo de ciclos de congelamiento-descongelamiento produjo en las películas de quitosano un aumento de entrecruzamientos que generó una disminución en el porcentaje de elongación, en el grado de hinchamiento y en la transmisión de vapor de agua con respecto a las películas preparadas por secado directo. El aumento del número de entrecruzamientos, sin necesidad de utilizar agentes químicos entrecruzantes, resulta una gran ventaja para el uso de estos materiales en aplicaciones que requieren materiales biocompatibles.

### Referencias

- [1] Narayan Bhattarai , Jonathan Gunn, Miqin Zhang. Chitosan-based hydrogels for controlled, localized drug delivery. *Advanced Drug Delivery Reviews*. 62 (2010) 83-99.
- [2] Flores S., Famá L., Rojas A., Goyanes S. y Gerschenson L. Physical properties of tapioca starch edible films: Influence of filmmaking and potassium sorbate. *Food Research International* 40 (2007) 257-265.
- [3] Lapasin R. y Pricl S. en: *Rheology of Industrial Polysaccharides. Theory and Applications*. Blackie Academic & Professional, Chapman & Hall, Glasgow (1995).