

Extracción del mucílago de nopal para la elaboración de biopelículas Extraction of cactus mucilage for biofilm production

R. Patiño-Almanza ^a , J. A. Ramírez-Flores ^a , A. Almendárez-Camarillo ^{a,*} 

^a Departamento de Ingeniería Química, Tecnológico Nacional de México en Celaya, Av. Tecnológico y Antonio García Cubas s/n. Celaya, 38010 Guanajuato, México.

Resumen

La extracción del mucílago de nopal se realizó mediante maceración. Una vez extraído el mucílago, se almacenó la solución bajo refrigeración a 4 °C, como agente gelificante se optó por utilizar gelatina vegetal (*k-carragenina*) y el método elegido para formar las biopelículas fue el método de casting. Una vez obtenidas las biopelículas se llevó a cabo su caracterización, mediante análisis de espectroscopía infrarroja se estudiaron los grupos funcionales principales del mucílago y la gelatina vegetal, así como también posibles desplazamientos de bandas. Se realizaron pruebas mecánicas y térmicas de las biopelículas mediante análisis dinámico mecánico (DMA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC), respectivamente. Los ensayos termomecánicos exhibieron resultados de 3.79×10^9 Pa para el módulo de almacenamiento, y el $\tan \delta$ muestra una transición en 15 °C asociada a la fase plastificada del mucílago, así mismo, los ensayos térmicos mostraron picos endotérmicos alrededor de los 100 °C y 225 °C, además de un pico exotérmico a 260 °C.

Palabras Clave: mucílago; *k-carragenina*; termomecánicas; térmica.

Abstract

The cactus mucilage was extracted via a maceration process. Once the mucilage had been extracted, the solution was stored under refrigeration at 4 °C. Vegetable gelatin (*k-carrageenan*) was used as a plasticizer. The selected method for film formation was the casting technique. Subsequently, the films were subjected to characterization. Infrared spectroscopy was used to examine the primary functional groups of mucilage and vegetable gelatine, as well as potential band shifts. The mechanical and thermal properties of the films were evaluated through dynamic mechanical analysis (DMA) and differential scanning calorimetry (DSC), respectively. Thermomechanical tests revealed the following results: a storage modulus of 3.79×10^9 Pa and a transition in the $\tan \delta$ at 15 °C, associated with the mucilage's plasticized phase. Thermal tests demonstrated the presence of endothermic peaks at approximately 100 °C and 225 °C and an exothermic peak at 260 °C.

Keywords: mucilage; *k-carrageenan*; thermomechanical; thermal.

1. Introducción

El crecimiento de la población está impulsando un aumento en la demanda de alimentos, lo que está provocando un crecimiento exponencial de la industria del envasado de alimentos. En esta industria, los plásticos son el material más utilizado debido a su alta rentabilidad y a las protecciones físicas, químicas y biológicas que proporcionan a los alimentos que contienen (Ghosh & Katiyar, 2018; Santosh, 2017; Zhang et al., 2022). Además, los plásticos presentan una elevada relación resistencia-peso, lo que permite fabricar envases ligeros (Ncube et al., 2021). Sin embargo, el factor medioambiental es cada vez más importante en nuestra sociedad, y la industria convencional de envasado de alimentos representa un problema y un reto significativo que debe ser abordado.

Por lo que es importante recalcar que el uso de estos plásticos de origen fósil tiene un importante impacto medioambiental, ya que proceden de un recurso no renovable con una elevada huella de carbono (Ghosh & Katiyar, 2018). Esto es preocupante porque, al ser productos de gran demanda en el mercado, la industria alimentaria se ve caracterizada por la dependencia del uso de envases de plástico de un solo uso en grandes volúmenes. Teniendo esto en cuenta, es de crucial importancia sustituir polímeros sintéticos por polímeros de origen natural.

De esta manera, la necesidad de una transición hacia el uso de biopolímeros viene impulsada por una serie de factores, como la sostenibilidad, el impacto medioambiental, la biodegradabilidad, la compostabilidad, el bajo coste de

*Autor para la correspondencia: armando@iqcelaya.edu.mx

Correo electrónico: patinoalmanzarodrigo@gmail.com (Rodrigo Patiño Almanza), johann.ramirez@iqcelaya.itc.mx (Johann Alberto Ramírez Flores), armando@iqcelaya.edu.mx (Armando Almendárez Camarillo).

Historial del manuscrito: recibido el 7/10/2024, última versión-revisada recibida el 11/11/2024, aceptado el 25/11/2024, publicado el 12/12/2024. DOI: <https://doi.org/10.29057/icbi.v12iEspecial5.13571>



adquisición y la posibilidad de aplicarlos directamente (Carneiro da Silva et al., 2023; Ghosh & Katiyar, 2018; Ibrahim et al., 2021; Perez-Vazquez et al., 2023). Las recientes investigaciones sobre polímeros de base biológica como el mucílago (Gheribi & Khwaldia, 2019; López-Díaz & Méndez-Lagunas, 2023; Makhoulfi et al., 2022; Rohini et al., 2020) han demostrado resultados prometedores en el campo de las biopelículas de base biológica y sus posibles aplicaciones en el sector del envasado de alimentos. Chía (Tosif et al., 2021), aloe vera (Beikzadeh et al., 2020), semillas de tomate (Ghadiri Alamdari et al., 2021), okra (Olawuyi & Lee, 2022), cactus (González Sandoval et al., 2019; Mannai et al., 2023; Mujtaba et al., 2019) se han identificado como fuentes potenciales de mucílago para su uso en el envasado de alimentos. Existen trabajos en donde se reporta la extracción del mucílago y la formulación de biopelículas a partir del mismo (Angulo-Bejarano et al., 2014; Del-Valle et al., 2005; Puligundla & Lim, 2022; Sepúlveda et al., 2007), así como su posible aplicación como envasado de alimentos (González Sandoval et al., 2019; Mannai et al., 2023; Mujtaba et al., 2019), y es ahí donde recae la importancia de realizar investigaciones acerca de estos materiales que son, entre otras cosas, más amigables con el medio ambiente.

En esta investigación se prepararon biopelículas a partir del mucílago del nopal silvestre (*Opuntia ficus-indica*), una planta originaria de México y encontrada en grandes cantidades en el estado de Guanajuato usando *k-carragenina* como plastificante. La importancia de utilizar mucílago a partir de la variedad de cactus *Opuntia ficus-indica* es que esta es una especie endémica y silvestre de la región de Guanajuato. Por otro lado, no se tiene registro de investigaciones previas de biopelículas a partir de esta variedad de cactus y la *k-carragenina*. Las biopelículas fueron caracterizadas mediante diversas técnicas, como espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), calorimetría diferencial de barrido (DSC) y análisis mecánico dinámico (DMA). Lo anterior con la finalidad de analizar sus propiedades térmicas, termomecánicas y de composición.

2. Materiales y métodos

Como fuente de mucílago se utilizó un cactus endémico de Guanajuato, México (*Opuntia ficus-indica*). Para la limpieza y maceración se utilizó agua desionizada (Karl). Para la elaboración de las biopelículas se utilizó *k-carragenina* (Sigma-Aldrich) como agente plastificante.

2.1 Extracción del mucílago de nopal

La extracción del mucílago de nopal se realizó de acuerdo con las metodologías descritas en trabajos anteriores de la bibliografía (González Sandoval et al., 2019; Mannai et al., 2023; Mujtaba et al., 2019). El nopal se limpió y se cortó en cubos, los cuales se agregaron a un recipiente en proporciones iguales volumen/volumen con agua desionizada. La maceración se realizó durante cuatro horas a 70 °C. Una vez concluida la etapa de maceración, se filtró el líquido resultante y se almacenó a 4 °C para su uso posterior.

2.2 Preparación de las biopelículas de mucílago

Se calentaron 100 ml de la solución de mucílago a 70 °C durante 30 minutos bajo agitación constante. Posteriormente, se añadieron 100 mg de gelatina vegetal y se continuó calentando y agitando durante 30 minutos. La solución resultante fue vertida en cajas petri previamente desinfectadas siendo almacenadas hasta la formación de la biopelícula para su posterior caracterización térmica y mecánica.

2.3 Caracterización de la composición de la biopelícula mediante: espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

El estudio se llevó a cabo en un espectrofotómetro Perkin Elmer Spectrum Two con el accesorio ATR en un rango de 4000 a 600 cm^{-1} con 125 barridos. La finalidad de este estudio fue el identificar grupos funcionales específicos del mucílago y la gelatina vegetal, así como de la biopelícula generada.

2.4 Caracterización térmica mediante: calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Los estudios calorimétricos se realizaron en un calorímetro TA Instruments modelo Q2000. Las muestras, previamente encapsuladas en recipientes herméticos de aluminio de aproximadamente 7 mg, se analizaron en el rango de -50 a 300 °C con una rampa de calentamiento de 10 °C/min.

2.5 Caracterización termomecánica mediante: análisis mecánico dinámico (DMA)

Las pruebas de DMA se llevaron a cabo en un DMA Perkin Elmer modelo DMA8000. El estudio se llevó a cabo en modo tensión en un intervalo de temperatura de -80°C a 120°C con una rampa de calentamiento de 2°C/min, una frecuencia de 1 Hz y una amplitud de 10 μm . Cabe señalar que dicho estudio se llevó a cabo por triplicado.

3. Resultados

3.1 FT-IR

En la Figura 1 se presentan los resultados para los ensayos de FT-IR. El espectro del polvo de mucílago exhibió las siguientes bandas características: 3294 cm^{-1} asociada a estiramientos OH, 2924 cm^{-1} asociada a estiramientos CH, 1730 cm^{-1} que hace referencia al grupo carboxilo, 1600 cm^{-1} debido a la presencia del grupo carbonilo y 1400 cm^{-1} asociada a estiramientos COO (Makhoulfi et al., 2022; Mujtaba et al., 2019). Por otra parte, el espectro de la gelatina vegetal mostró las siguientes bandas características: en 1643 cm^{-1} asociada al enlace C=C, a 1241 cm^{-1} debido a los grupos O=S=O, las bandas en 1037 y 922 cm^{-1} asociadas al enlace C-OH y C-O-C, respectivamente y la banda a 703 cm^{-1} que está asociada a vibraciones C-H (Santos et al., 2023; Webber et al., 2012).

En el espectro de la biopelícula puede observarse un desplazamiento en la banda a 1400 cm^{-1} , asociados a estiramientos del grupo COO del mucílago, lo que podría sugerir algún tipo de interacción química entre el mucílago y la gelatina vegetal.

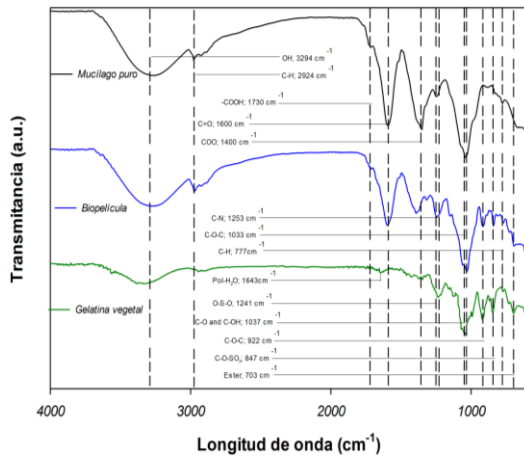


Figura 1. Espectros para el polvo de mucílago (negro), gelatina vegetal (verde) y la biopelícula (azul).

3.2 DSC

La Figura 2 muestra los resultados de los ensayos de calorimetría para el mucílago puro, la *k-carragenina* y la biopelícula. Se puede observar que biopelícula exhibe endotermas presentes en la *k-carragenina* y el mucílago puro. La transición de la zona A (círculo azul, perteneciente tanto a la *k-carragenina* como al mucílago puro), que ocurre alrededor de los 110 °C, está asociada a la evaporación del agua del proceso de gelatinización y de algunos componentes volátiles en la biopelícula (Camelo Caballero et al., 2019; Mujtaba et al., 2019; Otálora et al., 2019). Por otra parte, la transición B (círculo verde, perteneciente al mucílago), asociada a la degradación de la proteína (Otálora et al., 2019), ocurre alrededor de los 230 °C. Finalmente la transición de la zona C (círculo amarillo, perteneciente al mucílago), que ocurre aproximadamente a los 270 °C, está asociada a la degradación del polisacárido y volatilización de la película (Camelo Caballero et al., 2019). Es importante señalar desplazamientos evidentes en los picos de las diferentes endotermas lo que podría atribuirse, entre otras cosas, a una interacción entre los elementos de la biopelícula, este comportamiento sigue una tendencia similar a la reportada por (Camelo Caballero et al., 2019).

3.3 DMA

En la Figura 3 se muestran los resultados de los ensayos dinámicos mecánicos de la biopelícula. El módulo de almacenamiento presentó un valor máximo del módulo de 3.8×10^9 Pa a -80°C. Estudios anteriores relacionados a biopelículas de mucílago de chía-glicerol (Mujtaba et al., 2019) y de cascara de tuna-glicerol (Gheribi et al., 2019) reportan valores del módulo bastante distantes entre sí y, de igual manera, con los obtenidos en esta investigación. Es importante hacer énfasis en que, el valor del módulo para esta biopelícula es un 245 % más elevado que el presentado en el trabajo de Mujtaba et al., 2019, lo que hace relevante el estudio del sistema de mucílago de *Opuntia ficus-indica* y *k-carragenina* para la elaboración de biopelículas. Lo anterior podría indicar que el valor del módulo depende de la fuente del mucílago y/o del agente gelificante. Investigaciones previas presentan comportamientos y tendencias similares para el

gráfico del módulo de almacenamiento en biopelículas de polisacáridos (Martins et al., 2012).

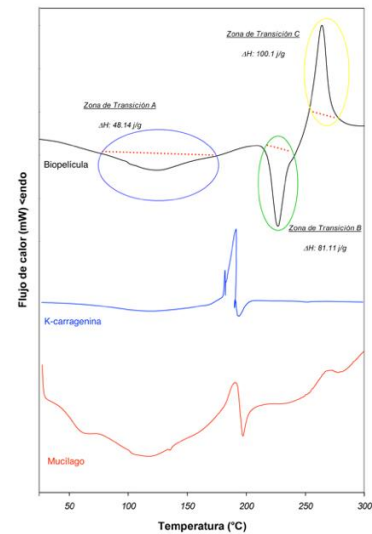


Figura 2. Curvas de DSC para la biopelícula, el mucílago puro y la *k-carragenina*

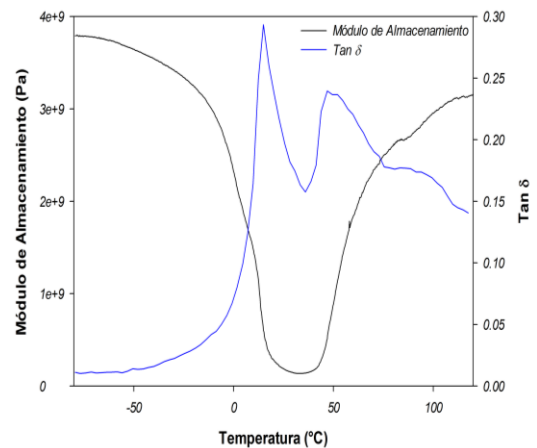


Figura 3. Módulo de almacenamiento y $\tan \delta$ para la biopelícula de mucílago de nopal

Por otro lado, el $\tan \delta$ muestra un par de transiciones alrededor de los 15 °C y 45 °C, donde la transición en 15 °C coincide con el inicio de la caída del módulo de almacenamiento. Investigaciones previas (Gheribi et al., 2019; Rudhziah et al., 2015) sugieren que dichas transiciones observadas a 15 y 45 °C, están relacionadas a la *k-carragenina* y la temperatura de transición vítrea del mucílago de nopal, respectivamente. Es importante señalar que, la transición a 45 °C coincide plenamente con el aumento en el módulo de almacenamiento que, de acuerdo con investigaciones previas (Martins et al., 2012), se puede atribuir a un efecto de endurecimiento provocado por la pérdida de agua.

Conclusiones

Las biopelículas de mucílago de nopal y gelatina vegetal exhiben resultados prometedores para el módulo de almacenamiento mostrando una rigidez elevada comparada a otras películas reportadas. Además, se muestra una buena compatibilidad entre el agente gelificante y la matriz de

mucílago. Por lo tanto, se acentúan algunos puntos importantes a considerar para futuras investigaciones:

- La variedad *Opuntia ficus-indica* mostró ser una buena fuente de mucílago al extraerse mediante el método de maceración.
- La dispersión del agente plastificante (gelatina vegetal) en la solución de mucílago no presentó aglomeraciones.
- El proceso de elaboración de las biopelículas resultó viable, debido a la repetibilidad en los resultados de las muestras en los ensayos de DMA.

Agradecimientos

Este proyecto contó con el apoyo financiero del Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONACYT, Beca número 957175) y del TecNM (Proyecto No. 19894.24-P).

Referencias

- Angulo-Bejarano, P. I., Martínez-Cruz, O., & Paredes-Lopez, O. (2014). Phytochemical Content, Nutraceutical Potential and Biotechnological Applications of an Ancient Mexican Plant: Nopal (*Opuntia ficus-indica*). *Current Nutrition & Food Science*, 10(3), 196–217. <https://doi.org/10.2174/157340131003140828121015>
- Beikzadeh, S., Khezerlou, A., Jafari, S. M., Pilevar, Z., & Mortazavian, A. M. (2020). Seed mucilages as the functional ingredients for biodegradable films and edible coatings in the food industry. *Advances in Colloid and Interface Science*, 280, 102164. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2020.102164>
- Camelo Caballero, L. R., Wilches-Torres, A., Cárdenas-Chaparro, A., Gómez Castaño, J. A., & Otálora, M. C. (2019). Preparation and Physicochemical Characterization of Softgels Cross-Linked with Cactus Mucilage Extracted from Cladodes of *Opuntia Ficus-Indica*. *Molecules*, 24(14), 2531. <https://doi.org/10.3390/molecules24142531>
- Carneiro da Silva, L. R., Rios, A. de O., & Campomanes Santana, R. M. (2023). Polymer blends of poly(lactic acid) and starch for the production of films applied in food packaging: A brief review. *Polymers from Renewable Resources*, 14(2), 108–153. <https://doi.org/10.1177/20412479231154924>
- Del-Valle, V., Hernández-Muñoz, P., Guarda, A., & Galotto, M. J. (2005). Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life. *Food Chemistry*, 91(4), 751–756. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.07.002>
- Ghadiri Alamdari, N., Salmasi, S., & Almasi, H. (2021). Tomato Seed Mucilage as a New Source of Biodegradable Film-Forming Material: Effect of Glycerol and Cellulose Nanofibers on the Characteristics of Resultant Films. *Food and Bioprocess Technology*, 14(12), 2380–2400. <https://doi.org/10.1007/s11947-021-02734-8>
- Gheribi, R., Habibi, Y., & Khwaldia, K. (2019). Prickly pear peels as a valuable resource of added-value polysaccharide: Study of structural, functional and film forming properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 126, 238–245. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.228>
- Gheribi, R., & Khwaldia, K. (2019). Cactus Mucilage for Food Packaging Applications. *Coatings*, 9(10), 655. <https://doi.org/10.3390/coatings9100655>
- Ghosh, T., & Katiyar, V. (2018). *Cellulose-Based Hydrogel Films for Food Packaging* (pp. 1–25). https://doi.org/10.1007/978-3-319-76573-0_35-1
- González Sandoval, D. C., Luna Sosa, B., Martínez-Ávila, G. C. G., Rodríguez Fuentes, H., Avendaño Abarca, V. H., & Rojas, R. (2019). Formulation and Characterization of Edible Films Based on Organic Mucilage from Mexican *Opuntia ficus-indica*. *Coatings*, 9(8), 506. <https://doi.org/10.3390/coatings9080506>
- Ibrahim, N. I., Shahar, F. S., Sultan, M. T. H., Shah, A. U. M., Safri, S. N. A., & Mat Yazik, M. H. (2021). Overview of Bioplastic Introduction and Its Applications in Product Packaging. *Coatings*, 11(11), 1423. <https://doi.org/10.3390/coatings11111423>
- López-Díaz, A. S., & Méndez-Lagunas, L. L. (2023). Mucilage-Based Films for Food Applications. *Food Reviews International*, 39(9), 6677–6706. <https://doi.org/10.1080/87559129.2022.2123501>
- Makhloufi, N., Chougui, N., Rezgui, F., Benramdane, E., Silvestre, A. J. D., Freire, C. S. R., & Vilela, C. (2022). Polysaccharide-based films of cactus mucilage and agar with antioxidant properties for active food packaging. *Polymer Bulletin*, 79(12), 11369–11388. <https://doi.org/10.1007/s00289-022-04092-7>
- Mannai, F., Mechi, L., Alimi, F., Alsukaibi, A. K. D., Belgacem, M. N., & Moussaoui, Y. (2023). Biodegradable composite films based on mucilage from *Opuntia ficus-indica* (Cactaceae): Microstructural, functional and thermal properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 252, 126456. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126456>
- Martins, J. T., Cerqueira, M. A., Bourbon, A. I., Pinheiro, A. C., Souza, B. W. S., & Vicente, A. A. (2012). Synergistic effects between κ -carrageenan and locust bean gum on physicochemical properties of edible films made thereof. *Food Hydrocolloids*, 29(2), 280–289. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2012.03.004>
- Mujtaba, M., Akyuz, L., Koc, B., Kaya, M., İlk, S., Cansaran-Duman, D., Martinez, A. S., Cakmak, Y. S., Labidi, J., & Boufi, S. (2019). Novel, multifunctional mucilage composite films incorporated with cellulose nanofibers. *Food Hydrocolloids*, 89, 20–28. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.10.021>
- Ncube, L. K., Ude, A. U., Ogunmuyiwa, E. N., Zulkifli, R., & Beas, I. N. (2021). An Overview of Plastic Waste Generation and Management in Food Packaging Industries. *Recycling*, 6(1), 12. <https://doi.org/10.3390/recycling6010012>
- Olawuyi, I. F., & Lee, W. Y. (2022). Development and Characterization of Biocomposite Films Based on Polysaccharides Derived from Okra Plant Waste for Food Packaging Application. *Polymers*, 14(22), 4884. <https://doi.org/10.3390/polym14224884>
- Otálora, M. C., Gómez Castaño, J. A., & Wilches-Torres, A. (2019). Preparation, study and characterization of

- complex coacervates formed between gelatin and cactus mucilage extracted from cladodes of *Opuntia ficus-indica*. *LWT*, 112, 108234. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.06.001>
- Perez-Vazquez, A., Barciela, P., Carpena, M., & Prieto, M. A. (2023). Edible Coatings as a Natural Packaging System to Improve Fruit and Vegetable Shelf Life and Quality. *Foods*, 12(19), 3570. <https://doi.org/10.3390/foods12193570>
- Puligundla, P., & Lim, S. (2022). A Review of Extraction Techniques and Food Applications of Flaxseed Mucilage. *Foods*, 11(12), 1677. <https://doi.org/10.3390/foods11121677>
- Rohini, B., Padma Ishwarya, S., Rajasekharan, R., & VijayaKumar, A. K. (2020). Ocimum basilicum seed mucilage reinforced with montmorillonite for preparation of bionanocomposite film for food packaging applications. *Polymer Testing*, 87, 106465. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106465>
- Rudhziah, S., Rani, M. S. A., Ahmad, A., Mohamed, N. S., & Kaddami, H. (2015). Potential of blend of kappa-carrageenan and cellulose derivatives for green polymer electrolyte application. *Industrial Crops and Products*, 72, 133–141. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.12.051>
- Santos, C., Ramos, A., Luís, Â., & Amaral, M. E. (2023). Production and Characterization of k-Carrageenan Films Incorporating Cymbopogon winterianus Essential Oil as New Food Packaging Materials. *Foods*, 12(11), 2169. <https://doi.org/10.3390/foods12112169>
- Santosh, P. (2017). Biosynthesis and Potential Screening of Butyrate Type of Polymer Obtained from *Bacillus Megaterium*. *Modern Applications of Bioequivalence & Bioavailability*, 2(5). <https://doi.org/10.19080/MABB.2017.02.555597>
- Sepúlveda, E., Sáenz, C., Aliaga, E., & Aceituno, C. (2007). Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *Journal of Arid Environments*, 68(4), 534–545. <https://doi.org/10.1016/j.jaridenv.2006.08.001>
- Tosif, M. M., Najda, A., Bains, A., Zawislak, G., Maj, G., & Chawla, P. (2021). Starch–Mucilage Composite Films: An Inclusive on Physicochemical and Biological Perspective. *Polymers*, 13(16), 2588. <https://doi.org/10.3390/polym13162588>
- Webber, V., Carvalho, S. M. de, Ogliari, P. J., Hayashi, L., & Barreto, P. L. M. (2012). Optimization of the extraction of carrageenan from *Kappaphycus alvarezii* using response surface methodology. *Food Science and Technology*, 32(4), 812–818. <https://doi.org/10.1590/S0101-20612012005000111>
- Zhang, M., Biesold, G. M., Choi, W., Yu, J., Deng, Y., Silvestre, C., & Lin, Z. (2022). Recent advances in polymers and polymer composites for food packaging. *Materials Today*, 53, 134–161. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2022.01.022>