(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 923 135**

(51) Int. CI.:

B65D 81/28 (2006.01)
C09D 105/06 (2006.01)
C09D 189/00 (2006.01)
B65D 65/46 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.07.2017 PCT/TR2017/050321**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **05.04.2018 WO18063118**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.07.2017 E 17851886 (6)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.04.2022 EP 3494063**

(54) Título: **Recubrimiento antimicrobiano a base de pectina o gelatina**

(30) Prioridad:

05.08.2016 TR 201610999

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.09.2022

(73) Titular/es:

YEDITEPE UNIVERSITESI (100.0%)
Inonu Mahallesi Kayisdagi Caddesi, 26 Agustos Yerlesimi, Atasehir
34755 Istanbul, TR

(72) Inventor/es:

SAHIN, FIKRETTIN;
IYIGUNDOGDU, ZEYNEP;
DEMIR, OKAN;
GULERIM, MERVE y
ARGIN, SANEM

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Recubrimiento antimicrobiano a base de pectina o gelatina

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un material de recubrimiento de superficies antimicrobiano a base de gelatina o pectina.

Antecedentes de la invención

El propósito principal en el envasado de alimentos es proteger a los alimentos frente a factores, tales como el oxígeno, la luz, la contaminación microbiana, la degradación química y física hasta que el alimento llega al consumidor. El envase del alimento sirve como barrera entre el alimento y el medio exterior. El envase del alimento también desempeña una función importante para asegurar la calidad y seguridad del alimento, prolongar su vida útil, minimizar el desperdicio de comida y reducir los conservantes añadidos al alimento [1].

Las reacciones químicas y bioquímicas más importantes que provocan pérdidas de calidad o problemas de seguridad alimentaria son las reacciones de pardeamiento enzimáticas y no enzimáticas, la hidrólisis del aceite, la oxidación del aceite, la desnaturalización de proteínas, la hidrólisis de oligo y polisacáridos y la desnaturalización de varios pigmentos. Además de las reacciones químicas; la degradación microbiana provocada por bacterias, levaduras y hongos es otro factor importante que afecta a la calidad y seguridad de los alimentos.

Aunque la degradación de los alimentos puede suceder durante la fase de producción, también puede suceder durante el transporte y el almacenamiento. Esto provoca pérdidas de calidad y problemas de seguridad alimentaria. Aunque la vida útil del alimento está relacionada con todas las fases de la producción de alimentos, la fase de envasado está entre las más importantes de estas fases. Cuando se determina la vida útil de los productos alimentarios, en primer lugar se evalúa la fiabilidad microbiana y después los factores de calidad química y sensorial. Algunos productos pueden verse afectados por factores externos, aunque estén envasados. Las vidas útiles de los productos pueden verse aumentadas manteniendo bajo control algunos de los parámetros en el medio externo [1,2].

El vidrio, el papel, el cartón, la madera, el aluminio, las latas, los materiales de envasado de plástico o a base de plástico pueden darse como ejemplos de métodos de envasado de alimentos convencionales. Los plásticos son el tipo más preferido de envases debido a sus diversas ventajas. Los plásticos son ampliamente preferidos para su uso como materiales de envasado debido a sus propiedades de ser baratos y ligeros, fáciles de procesar, transparentes y capaces de ser producidos en diferentes colores, la capacidad de ser muy rígidos o flexibles dependiendo del propósito de su uso, ser resistentes frente a temperaturas bajas o altas, tener permeabilidad a gases de diversos niveles, ser resistentes frente a aceites y disolventes, ser inertes en general. Además de estas ventajas, el hecho de que los plásticos permanezcan sin degradarse en la naturaleza durante muchos años es la desventaja más importante [3].

En paralelo a las innovaciones en la tecnología de producción de alimentos, la tecnología de envasado de alimentos también muestra un desarrollo continuo. El envasado biodegradable, el envasado activo, el envasado inteligente y los sistemas de envasado producidos con nanotecnología están entre los sistemas de envasado innovadores más importantes. Una de las razones más importantes del desarrollo de este tipo de sistemas de envasado es minimizar el desperdicio de alimentos al suministrar alimentos a la población humana, que crece día tras día, retrasando la degradación de los alimentos [1].

Una de las nuevas tecnologías es el proceso de envasado antimicrobiano activo, y permite integrar uno o más compuestos antimicrobianos en el material de envasado y proteger del deterioro a los alimentos mediante la liberación de dicho(s) compuestos(s) desde el material de envasado a la superficie del producto alimenticio a lo largo de su vida útil. El envase que libera un agente antimicrobiano es un sistema de envasado que inactiva los microorganismos que provocan el deterioro del alimento, evita el deterioro y prolonga la vida útil de los productos alimenticios. Los envases que tienen actividad antimicrobiana reducen la tasa de crecimiento de microorganismos o el número células viables, extendiendo de este modo el periodo de latencia [4]. En el material de envasado se utilizan diferentes agentes antimicrobianos, orgánicos e inorgánicos en el material de envasado. Los agentes antimicrobianos que se utilicen en un envase de alimentos deben ser seguros y cumplir con la regulación sobre alimentos o envasado.

Los nuevos sistemas de envasado basados en biopolímeros han sido necesarios para resolver los problemas ambientales de los desperdicios sólidos originados por el uso de envases petroquímicos de plástico. La urbanización, la reducción de las porciones de alimentos, el aumento del consumo de alimentos precocinados y el hecho de que los materiales de envasado se degraden en la naturaleza después de un cierto periodo de tiempo han permitido disminuir los problemas ambientales originados por la basura de los envases. El polímero biodegradable es visto como una tecnología prometedora, puesto que es respetuoso con el medio ambiente, se descompone en la naturaleza y es renovable [2,5].

Los sistemas de envasado activo se obtienen aportando diferentes características funcionales al envase, además de su función de barrera, añadiendo diversos componentes activos a los materiales de envasado o utilizando polímeros

funcionales. Para el envasado activo, se añade contenido activo en el material de recubrimiento para cumplir con las propiedades de migración o estabilidad deseadas. En los sistemas de liberación controlada, el contenido activo se añade en la matriz polimérica para que pueda migrar y mostrar sus propiedades antioxidantes, antimicrobianas o nutracéuticas [2,5].

El envasado antimicrobiano es un tipo de envasado activo. Aunque los agentes antimicrobianos activos pueden añadirse directamente al material de envasado a fin de reducir la carga microbiana en el alimento y la contaminación que pueda estar causada por patógenos alimentarios, el envasado de alimentos también puede estar hecho completamente de un polímero antimicrobiano. Los sistemas de envasado antimicrobiano activo permiten la actividad antimicrobiana al reducir la tasa de crecimiento y el número de microorganismos, así como extendiendo la fase de latencia [6,7].

La gelatina es un aditivo utilizado para mejorar las propiedades texturales y reológicas de diversos productos alimenticios en la industria alimentaria. Esta se utiliza generalmente para gelificación, condensación, formación de película, aglutinación con agua, espesamiento, texturización y estabilización. En los productos alimenticios congelados, la gelatina evita la cristalización del agua y el azúcar, evitando de este modo la degradación en las estructuras y texturas de estos productos alimenticios. La gelatina utilizada en los helados evita la separación de la fase de agua por su característica aglutinante de agua y, además, aumenta la concentración del producto y se utiliza para controlar la formación de espuma durante la producción. La gelatina también se utiliza como material de recubrimiento gracias a sus propiedades de gelificación y de formación de película. La gelatina se utiliza también un material de pared en aplicaciones de microencapsulación y la encapsulación del aroma es un ejemplo de estas. En los últimos años, la gelatina también se utiliza en aplicaciones de recubrimiento de alimentos como vehículo.

La pectina se utiliza ampliamente en zumos de frutas, compotas, jaleas, mermeladas, caramelos de frutas y productos lácteos debido a sus propiedades gelificantes, espesantes, emulsionantes y estabilizadoras en productos alimenticios. La pectina también se utiliza en algunas composiciones de fármacos utilizados contra la diarrea en la industria farmacéutica.

Entre los estudios disponibles en la literatura, Muriel-Galet et al. desarrollaron una película antimicrobiana de EVOH (alcohol etilenvinílico) utilizando aceite esencial de orégano y citral, y recubrieron esta película sobre una superficie de película de PP (polipropileno) tratada con corona [8]. Se produce una bolsa a partir del material que se desarrolla y se utiliza para envasar una mezcla de ensalada lista para comer. Se determinó que, particularmente al principio, la carga de bacterias, levaduras y hongos en los productos disminuyó durante la vida útil y que se prolongó la vida útil.

De un modo similar, Cerisuelo et al. desarrollaron un material de envasado de PP/EVOH/PP utilizando carvacrol como agente antimicrobiano y utilizaron esta película activa como la película superior para el salmón colocado en cestas de plástico, y constataron que el carvacrol prolonga la vida útil del pescado [9]. El carvacrol se utiliza como aditivo en películas comestibles debido a su propiedad antimicrobiana y permite prolongar la vida útil de diversos productos cárnicos como el pollo, el jamón y las salchichas [10, 11]. Ya que el timol también tiene una alta propiedad antimicrobiana como el carvacrol, puede utilizarse como sustancia activa en películas plásticas y películas comestibles [12]. Suppakul et al. recopilaron información sobre los efectos del aceite volátil de albahaca en microorganismos y las potenciales oportunidades de su uso como aditivo alimentario y para el envasado antimicrobiano [13]. Suppakul et al. integraron linalool y metilchavicol, que son componentes del aceite de albahaca, en LDPE y lo utilizaron para queso [14]. Desvelaron que las películas que han desarrollado tienen una alta actividad antimicrobiana y no cambian las propiedades sensoriales del queso.

Además, se obtiene actividad antibacteriana frente a *Escherichia coli, Salmonella enterica, Listeria monocytogenes* y *Staphylococcus aureus*, añadiendo puré de papaya y cinamaldehído al material de la película de pectina [15]. Además, se ha conseguido actividad antibacteriana frente a *E. Coli* y *L. monocytogenes* añadiendo nanopartículas de plata y nanoarcilla [16]; contra *E. coli* y S. *Aureus monocytogenes* añadiendo aceite esencial de orégano y lavanda [17]; y contra *E. coli, L. monocytogenes* añadiendo nanopartículas de óxido de zinc [18].

En la literatura hay estudios sobre las propiedades antimicrobianas de compuestos de boro. Bailey et al. (1980) demostraron, con los experimentos que realizaron, que el ácido bórico tiene actividad antibacteriana sobre bacterias entéricas. Se probaron agentes antibacterianos que contienen boro sobre bacterias gramnegativas (G (-)) y se observó que eran eficaces [19]. Otro estudio demostró que los ésteres bóricos tienen una actividad antibacteriana de amplio espectro [20].

Reynold et al. (2007) demostraron que un compuesto de antifolato de 2,4-diamino-6-metilpirimidina lipófilo, que comprende dos boros diferentes, tiene un nivel moderado de actividad antibacteriana contra las bacterias *Mycobacterium avium* y *Lactobacillus casei* [21].

Un estudio de Qin et al. demostró que un 0,1 % de tetraborato potásico es la concentración mínima para inhibir el crecimiento de micelas de *Penicillium expansium* [22].
Qin et al. (2010), en sus otros estudios, han demostrado que un 1 % de tetraborato potásico puede controlar el crecimiento de *Botrytis cinerea* que conduce a la enfermedad del moho gris [23].

El documento de patente china n.º CN104559075 desvela un material de envasado que está hecho de una película de poliéster que contiene boro, que se mantiene fresca y es resistente a altas temperaturas.

El documento de patente canadiense n.º CA2735531 desvela compuestos de organoboro utilizados en el envasado de alimentos.

Sumario de la invención

El objetivo de la presente invención es obtener un material de recubrimiento superficial antimicrobiano utilizando compuestos de boro junto con materiales a base de gelatina o pectina.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material de recubrimiento superficial antifúngico.

Un objetivo más de la presente invención es proporcionar un material de recubrimiento superficial anticándida.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material de recubrimiento superficial antibacteriano.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material de recubrimiento superficial que evite la biodegradación o la biocontaminación.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material de recubrimiento superficial fácil de producir y de bajo coste.

El alcance de la invención se define en las reivindicaciones. Las realizaciones de la descripción que no entran dentro delas reivindicaciones tienen únicamente fines ilustrativos.

Descripción detallada de la invención

Dentro del alcance de la presente invención, las tiras de película, que se utilizarán como material de recubrimiento superficial antimicrobiano, se producen combinando compuestos de boro con productos químicos a base de gelatina o pectina.

El "material de recubrimiento superficial antimicrobiano a base de gelatina o pectina" desarrollado para cumplir con el objetivo de la presente invención se ilustra en las figuras adjuntas, en las que:

La Figura 1 es una vista del diseño de la película que contiene boro en la placa de petri.
La Figura 2 es una vista de la actividad antifúngica de las películas de gelatina dopada con compuesto de boro al 15 % sobre el hongo *Aspergillus niger.*
La Figura 3 es una vista de la actividad antifúngica de las películas de gelatina dopada con compuesto de boro al 10 % sobre la levadura *Candida albicans*.
La Figura 4 es una vista de la actividad antibacteriana de las películas de gelatina dopada con compuesto de boro al 5 % sobre la bacteria *Pseudomonas aeruginosa*.
La Figura 5 es una vista de la actividad antibacteriana de las películas de gelatina dopada con compuesto de boro al 10 % sobre la bacteria *Staphylococcus aureus*.
La Figura 6 es una vista de la actividad antibacteriana de las películas de pectina dopada con compuesto de boro al 10 % sobre la bacteria *Staphylococcus aureus*.
La Figura 7 es una vista de la actividad antifúngica de las películas de pectina dopada con compuesto de boro al 10 % sobre el hongo *Aspergillus niger.*
La Figura 8 es una vista de la actividad antibacteriana de las películas de pectina dopada con compuesto de boro al 15 % sobre la bacteria *Pseudomonas aeruginosa*.
La Figura 9 es una vista SEM de la película a base de pectina que no contiene ningún aditivo.
La Figura 10 es una vista SEM de la película a base de pectina que contiene ácido bórico al 15 %.
La Figura 11 es una vista SEM de la película a base de pectina que contiene octaborato disódico al 10 %.
La Figura 12 es una vista SEM de la película a base de pectina que contiene pentaborato sódico al 5 %.
La Figura 13 es una vista SEM de la película a base de gelatina que no contiene ningún aditivo.
La Figura 14 es una vista SEM de la película a base de gelatina que contiene ácido bórico al 10 %.
La Figura 15 es una vista SEM de la película a base de gelatina que contiene octoborato disódico al 5 %.
La Figura 16 es una vista SEM de la película a base de gelatina que contiene pentaborato sódico al 15 %.
La Figura 17 es una vista de la viscosidad de las soluciones de gel que comprenden pectina + derivados de boro de acuerdo con una velocidad de cizallamiento cambiante.
La Figura 18 es una vista de la viscosidad de las soluciones de gel que comprenden gelatina + derivados de boro de acuerdo con la velocidad de cizallamiento cambiante.

Los estudios experimentales realizados para el método de obtención de material de recubrimiento antimicrobiano utilizando compuestos de boro son como se indican a continuación.

Estudios experimentales

Producción de película

Se prepararon películas a base de gelatina y pectina con bajo contenido de metoxilo por el método de *colada de disolventes*.

- Para la preparación de las películas de gelatina, se disolvieron 3 g de glicerol (utilizado como plastificante) y 10 g de gelatina en polvo en 97 ml de agua bidestilada (abd) con agitación a 700 rpm durante 30 minutos a 50 °C. Al mismo tiempo, se disolvieron del 5 % al 15 % en masa de compuestos de boro (ácido bórico u octaborato disódico o perborato sódico) en 20 ml de abd y se añadieron gota a gota en la solución de gelatina. La solución obtenida se agitó durante 30 minutos y se vertió sobre una superficie plana, y se dejó reposar a temperatura ambiente durante 48 horas hasta que se evaporó el disolvente. Este método se repitió para diferentes compuestos de boro a diferentes concentraciones.

- Para la preparación de las películas a base de pectina, se disolvieron 3 g de glicerol y 2 g de pectina en 70 ml de abd con agitación a 700 rpm durante 30 minutes a 60 °C. Al mismo tiempo, se disolvieron del 5 % al 15 % en masa de compuestos de boro (ácido bórico u octaborato disódico o perborato sódico) en 15 ml de abd y se añadieron gota a gota a la solución de pectina. Se añadió gota a gota una solución, que se había obtenido por separado disolviendo 0,025 g en 15 ml de abd, a la solución de compuesto de pectina-boro. La solución obtenida se agitó durante 10 minutos y se vertió sobre una superficie plana, y se dejó reposar a temperatura ambiente durante 72 horas hasta que se evaporó el disolvente. Este método se repitió para diferentes compuestos de boro a diferentes concentraciones. Como resultado de estos procedimientos, se obtuvieron muestras de películas antimicrobianas.

Particular y preferentemente, se utilizaron ácido bórico (BA), octaborato disódico (DO) y perborato sódico (SP) como compuestos de boro en los estudios experimentales realizados para la obtención del producto de la presente invención.

Ensayos y estudios de caracterización

Caracterización de las superficies desarrolladas

Se realizó la caracterización de la superficie de las superficies de película de gelatina y pectina antimicrobiana dopadas con boro de la presente invención. Las propiedades reológicas, mecánicas y morfológicas de las superficies de película desarrolladas se examinaron comparativamente con los grupos de control.

Ensayos antimicrobianos

Método de difusión de disco modificado

Se utilizó el método estándar de difusión por disco de NCCLS [24] modificándose para determinar la actividad antimicrobiana de compuestos de boro sobre cada microorganismo que se estaba ensayando. La solución de 100 µl que incluía 10^8 ufc/ml de bacterias, 10^6 ufc/ml de levadura y 10^4 esporas/ml de hongos, se preparó con nuevos cultivos y se inoculó con método de dispersión en agar nutritivo (NA), agar dextrosa Sabouraud (SDA) y agar de patata y dextrosa (PDA), respectivamente. Se realizaron ensayos de actividad antimicrobiana frente a *Staphylococcus aerus* entre las bacterias grampositivas, *Eshericia coli* y *Pseudomonas aeruginosa* entre las bacterias grampositivas, *Candida albicans* entre las levaduras y *Aspergillusniger* entre los hongos. Las superficies de película desarrolladas y los grupos de control se cortaron en tamaños de 1 x 1 cm y se colocaron en las placas de petri inoculadas. La colocación de los materiales de película que contiene boro en las placas de petri se muestran en la Figura 1. Las placas de petri, que se habían inoculado y sobre las cuales se había aplicado el método de difusión en disco modificado, se incubaron durante 24 horas para las bacterias y 48 horas para las levaduras a 36± 1 °C, y durante 72 horas para hongos a 25± 1 °C. La actividad antimicrobiana frente a los microorganismos ensayada con el método de difusión en disco modificado se evaluó midiendo la zona de inhibición (área donde no crecen los microorganismos). Los resultados del ensayo de actividad antimicrobiana de las superficies de película que contienen boro ensayadas se resumen en la Tabla 1 y todos los ensayos se repitieron al menos dos veces.

Resultados experimentales

Resultados del ensayo antimicrobiano:

Los resultados del ensayo de actividad antimicrobiana de los compuestos de boro ensayados se resumen en la Tabla 1. Todos los ensayos se repitieron al menos dos veces.

Tabla 1 - Actividad antimicrobiana de superficies dopadas con ácido bórico (BA), octaborato disódico (DO), perborato sódico (SP) y el grupo de control (K) sobre los microorganismos ensayados.

Biopolímero	Compuesto activo	Concentración	*S. aureus*	*P. aeruginosa*	*E. coli*	*C. albicans*	*A. niger*
Gelatina	K	0 %	-	-	-	-	-
	BA	5 %	+	+	-	-	+
		10 %	+	+	-	+	+
		15 %	+	+	+	+	+
	DO	5 %	+	+	-	+	+
		10 %	+	+	-	+	+
		15 %	+	+	+	+	+
	SP	5 %	+	+	-	+	+
		10 %	+	+	-	+	+
		15 %	+	+	-	+	+
Pectina	K	0 %	-	-	-	-	-
	BA	5 %	-	-	-	-	+
		10 %	+	+	-	+	+
		15 %	+	+	-	-	+
	DO	5 %	+	-	-	-	+
		10 %	+	+	-	+	+
		15 %	+	+	-	+	+
	SP	5 %	+	-	-	-	+
		10 %	+	+	-	+	+
		15 %	+	+	-	+	+

Determinación de las propiedades morfológicas

Las propiedades morfológicas de los envases desarrollados de película alimentaria dopada con boro a base de gelatina o pectina se determinaron utilizando un dispositivo SEM (serie EVO 40, Carl Zeiss, Alemania). Como resultado de las imágenes de SEM, se observó que los compuestos de boro se dispersaron completamente en la película. Las muestras de imágenes SEM se dan en las Figuras 9 a 15.

Determinación de las propiedades mecánicas

La resistencia a la tracción de una película muestra su resistencia mecánica. Las propiedades mecánicas de las películas de biopolímero son muy importantes para poder utilizarlas como material de envasado. Debido a que el dopaje con derivados boro puede cambiar las propiedades mecánicas de las películas, las películas producidas se sometieron a pruebas de caracterización física. Las resistencias a la tracción del as muestras de película de la presente invención se muestran en la Tabla 2 y en la Tabla 3, respectivamente. Los resultados obtenidos muestran que las muestras de control negativo que no están dopadas con derivados de boro tienen una resistencia menor en comparación con las otras muestras.

Las resistencias a tracción de las películas a base de gelatina varía en el intervalo de 8626 a 17845 gramos bajo el efecto de diferentes derivados de boro añadidos en diferentes proporciones. Se ha descubierto que la muestra de película de gelatina que comprende un 10 % de octaborato disódico tiene la resistencia más alta (17845 g). En vista de todos los resultados, se observa que el octaborato disódico afecta significativamente a la resistencia de las películas de gelatina de una manera positiva. Mientras que el aumento en la concentración de ácido bórico aumentó la resistencia de las películas de gelatina, las concentraciones de pentaborato sódico y octaborato disódico por encima del 10 % no mostraron ninguna influencia positiva sobre la resistencia de la película. Se considera que esto viene originado por el hecho de que por encima de un cierto nivel de concentración, el derivado de boro se acumula a un alto nivel entre las moléculas y las cadenas, evitando de este modo la formación de reticulaciones. Debido a que el peso molecular del ácido bórico es inferior al de los otros derivados de boro que se utilizan, se considera que no puede observarse el mismo efecto en las películas que contienen ácido bórico. Además, como el octaborato disódico y el pentaborato sódico tienen una mayor carga iónica que el ácido bórico, por encima de una cierta concentración puede haber provocado la deformación de los enlaces de hidrógeno que refuerzan la matriz de gelatina.

Por otra parte, las resistencias a tracción de las muestras de película de pectina varía en el intervalo de 963 a 2170 gramos. Mientras la resistencia a la tracción más alta se obtuvo mediante la adición de pentaborato sódico a una concentración del 15 %, las concentraciones de octaborato disódico y ácido bórico por encima del 10 % no mostraron ninguna influencia positiva sobre la resistencia de la película. Se considera que los cambios en las resistencias a tracción de las películas a base de pectina se originan por la formación de reticulaciones entre el boro y los polisacáridos pectina.

Tabla 2. Resistencias a tracción de superficies de película a base de gelatina

Compuesto activo	Proporción (%)	Resistencia a la tracción (g)			Promedio (g)	SD
		1	2	3		
- (Control)		8626	9428	11498	9851	1482
ácido bórico	5	12101	12348	12710	12386	306
	10	14234	12371	14559	13721	1181
	15	14483	13633	13601	13906	500
perborato sódico	5	11489	11644	10992	11375	341
	10	12097	12854	13252	12734	587
	15	11139	11757	12106	11667	490
octaborato disódico	5	15135	16313	16702	16050	816
	10	17264	17845	16408	17172	723
	15	16266	16134	13354	15251	1644

Tabla 3. Resistencias a tracción de superficies de película a base de pectina

Compuesto activo	Proporción (%)	Resistencia a la tracción (g)			Promedio (g)	SD
		1	2	3		
- (Control)		849	1109	932	963	133
ácido bórico	5	1623	1649	1853	1708	126
	10	1672	1712	1825	1736	79
	15	1603	1601	1588	1597	8
perborato sódico	5	1452	1403	1514	1456	56
	10	1755	2229	2363	2116	319
	15	2044	2118	2349	2170	159
octaborato disódico	5	1066	1130	1015	1070	58
	10	1970	2082	1883	1978	100
	15	1533	1395	1369	1432	88

A medida que converge la secuencia molecular, las superficies de la película tienden a hacerse más delgadas. Por lo tanto, la adición de boro influye sobre el grosor de las superficies de película a base de gelatina o de pectina. La interacción del boro con RG-II, que es inherente en la pectina, hace que la película sea más delgada. Por lo tanto, las películas que contienen boro son más delgadas que los grupos de control. Debido a que diferentes compuestos de boro influyen sobre las reticulaciones de los biopolímeros en diferentes medidas, en cada muestra se obtiene un grosor diferente. La adición de compuestos de boro no tiene ninguna influencia importante sobre los grosores de las películas de gelatina. La Tabla 4 y la Tabla 5 muestran grosores de las muestras de películas a base de gelatina y de pectina dopadas con compuesto de boro.

Tabla 4. Grosores de las películas a base de gelatina que contienen compuestos de boro

Compuesto activo	Proporción (%)	Grosor (mm)		Promedio (mm)	SD
- (Control)	0	0,26	0,25	0,26	0,01
ácido bórico	5	0,22	0,25	0,24	0,02
	10	0,29	0,28	0,29	0,01
	15	0,27	0,29	0,28	0,01
perborato sódico	5	0,25	0,26	0,26	0,01
	10	0,26	0,24	0,25	0,01
	15	0,26	0,26	0,26	0,00
octaborato disódico	5	0,25	0,26	0,26	0,01
	10	0,28	0,28	0,28	0,00
	15	0,28	0,28	0,28	0,00

Tabla 5. Grosores de las películas a base de pectina que contienen compuestos de boro

Compuesto activo	Proporción (%)	Grosor (mm)		Promedio (mm)	SD
- (Control)	0	0,2	0,21	0,21	0,01
ácido bórico	5	0,14	0,13	0,14	0,01
	10	0,16	0,15	0,16	0,01
	15	0,14	0,13	0,14	0,01
perborato sódico	5	0,18	0,18	0,18	0,00
	10	0,15	0,15	0,15	0,00
	15	0,16	0,15	0,16	0,01

(continuación)

Compuesto activo	Proporción (%)	Grosor (mm)		Promedio (mm)	SD
octaborato disódico	5	0,18	0,17	0,18	0,01
	10	0,18	0,18	0,18	0,00
	15	0,16	0,15	0,16	0,01

Determinación de las propiedades reológicas

Debido a que la gelatina tiene un mecanismo de gelificación termorreversible, se investigan los efectos de los compuestos de boro sobre las temperaturas de gelificación y fusión por medio de pruebas reológicas. Se observa que los compuestos de boro no cambian significativamente las temperaturas de gelificación y fusión ni deforman la estructura del gel. Los cambios en las temperaturas de fusión (T_m) y gelificación (T_g) de los geles de gelatina se dan en la Tabla 6.

Los gráficos de viscosidad de las soluciones de gel a base de pectina o gelatina que contienen 3 derivados de boro diferentes de diferentes concentraciones según las velocidades de cizallamiento cambiantes se muestran en la Figura 17 y la Figura 18. Todas las muestras de gelatina y pectina han exhibido un comportamiento de adelgazamiento por cizallamiento. Mientras que la muestra de pectina que contiene un 15 % (p/p) de ácido bórico tiene el valor de viscosidad más bajo, la muestra de pectina que contiene un 10 % (p/p) de octaborato disódico tiene el valor de viscosidad más alto. En las películas a base de gelatina, las soluciones de gelatina con octaborato disódico añadido tienen el valor de viscosidad más alto. La adición de ácido bórico ha provocado una disminución en la viscosidad de la gelatina.

Tabla 6. Temperatura de fusión (T_m) y de gelificación (T_g) de geles de gelatina dopados con derivados de boro

	Control	ácido bórico			octaborato disódico			perborato sódico		
Proporción (%)	0	5	10	15	5	10	15	5	10	15
T_g	22,7 °C	22,3 °C	22,2 °C	21,4 °C	22,3 °C	21,8 °C	21,4 °C	22,3 °C	21,9 °C	21,4 °C
T_m	30,9 °C	30,7 °C	30,5 °C	30,4 °C	30,9 °C	31,1 °C	30,5 °C	31,1 °C	30,5 °C	30,5 °C

Aplicaciones industriales

La presente invención se refiere a un material de recubrimiento de superficies antimicrobiano a base de gelatina o pectina. El material de recubrimiento superficial se obtiene en forma de una película y se utiliza como material de envasado en aplicaciones industriales. Los envases mencionados para su utilización como materiales de recubrimiento pueden utilizarse en todos los campos que requieran higiene, en particular en la industria alimentaria. En el envasado de alimentos, las superficies en contacto con los alimentos y el medio externo o el consumidor son antibacterianas, antifúngicas y anticándidas, por lo que no serán dañinas para la salud humana. Por medio de la presente invención, se desarrolla un material de recubrimiento, que es eficaz frente a todas las clases de factores patogénicos (bacterias, hongos y virus) que están presentes tanto sobre las superficies como en el interior de los envases de alimentos, y que no daña la salud humana.

El material de recubrimiento superficial de la presente invención también se utiliza en las industrias farmacéutica y cosmética, además de en la industria alimentaria. Su utilización como material de recubrimiento en píldoras o comprimidos en la industria farmacéutica es otro campo de utilización que es alternativo a su utilización sobre frutas o productos alimenticios similares.

El material de recubrimiento superficial mencionado puede estar en forma de un polvo sólido o en una solución líquida. Puede aplicarse sobre frutas y vegetales en forma de una solución por medio del método de rociado o de inmersión.

Referencias

1. Mustafa Uguncu. Gida Ambalajlama Teknolojisi. Meta Press, izmir, 2007.
2. S.D.F. Mihindukulasuriya y L.T. Tim. Nanotechnology Development in Food Packaging: A Review. Trends in Food Science & Technology, 40:149-167, 2014.
3. B. Luijsterburg y H. Goossens. Assessment of plastic packaging waste: Material origin, methods, properties. Resources, Conservation and Recycling, 2014, 85:88-97.
4. Han, J. H. 2003. Antimicrobial food packaging. in: Ahvenainen R. (Eds), Novel food packaging techniques. CRC Press, sayfa. 50-70.
5. Gordon L. Robertson. Food Packaging Principles and Practice. Taylor & Francis, 2006.
6. P.Prasad y A. Kochhar. Active Packaging in Food industry: A Review. iOSR Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology, 8:2319-2402, 2014.
7. L.J. Bastarrachea, D.E. Wong, M.J. Roman, Z. Lin y J.M. Goddard. Review Active Packaging Coatings. Coatings,

5:771-791, 2015.
8. Muriel-Galet, V., Cerisuelo, J.P., Lopez-Carballo G, Aucejo S., Gavara R., Hernandez-Munoz, P. 2013. Evaluation of EVOH-coated PP films with oregano essential oil and citral to improve the shelf-life of packaged salad. Food Control, 30, 137-143.
9. Cerisuelo, J. P., Bermudez, J.M., Aucejo S., Catala R., Gavara R., Hernandez-Munoz P. 2013. Describing and modeling the release of an antimicrobial agent from an active PP/EVOH/PP package for salmon. J. of Food Engineering. 116, 352-361.
10. Cerisuelo, J. P., Bermudez, J.M., Aucejo S., Catala R., Gavara R., Hernandez-Munoz P. 2013. Describing and modeling the release of an antimicrobial agent from an active PP/EVOH/PP package for salmon. J. of Food Engineering. 116, 352-361.
11. Ravishankar, S., Jaroni, D., Zhu, L., Olsen, C., McHugh, T., Friedman, M. 2012. inactivation of Listeria monocytogenes on Ham and Bologna Using Pectin-Based Apple, Carrot, and Hibiscus Edible Films Containing Carvacrol and Cinnamaldehyde. J. Food Science.77, 7, M 377-382.
12. Galotto, M.J., Valenzuela, X., Rodriguez, F., Bruna, J., Guarda, A.2012. Evaluation of the Effectiveness of a New Antimicrobial Active Packaging for Fresh Atlantic Salmon (Salmo Salar L.) Shelf Life. Packag. Technol. Sci.; 25: 363-372
13. Suppakul, P., Miltz, J., Sonneveld, K., Bigger, S. W. 2003. Antimicrobial properties of basil and its possible application in food packaging. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51, 3197-3207.
14. Suppakul, P., Sonneveld K., Bigger, S. W. Miltz, J. 2008. Efficacy of polyethylene-based antimicrobial films containing principal constituents of basil. LWT Food Science and Technology, 41, 779-788.
15. A.C.K. Bierhalz, M.A. da Silva y T.G. Kieckbusch. Natamycin Release from Alginate/Pectin Films for Food Packaging Applications. Journal of Food Engineering, 110:18-25, 2012.
16. P.J. Espitia, R.J. Avena-Bustillos, W.X. Du, R.F. Teofilo, N.F.F Soares y T.H. McHugh. Optimal Antimicrobial Formulation and Physical-Mechanical Properties of Edible Films Based on Agai and Pectin for Food Preservation. Food Packaging and Shelf Life, 2:38-49, 2014.
17. C.G. Otoni, M.R. de Moura, F.A. Aouada, G.P. Camilloto, R.S. Cruz, M.V. Lorevice, N.F.F. Soares y L.H.C. Mattoso. Antimicrobial and Physical-Mechanical Properties of Pectin/Papaya Puree/Cinnamaldehyde Nanoemulsion Edible Edible Composite Films. Food Hydrocolloids, 41:188-194, 2014.
18. J.F. Martucci, L.B. Gende, L.M. Neira y R.A. Ruseckaite. Oregano and Lavender Essential Oils as Antioxidant and Antimicrobial Additives of Biogenic Gelatin Films. industrial Crops and Products, 71:205-213, 2015.
19. Bailey P. J., G. Cousins, G. A. Snow, White A.J.. 1980. Boron-Containing Antibacterial Agents: Effects on Growth and Morphology of Bacteria Under Various Culture Conditions. Antimicrobial Agents and Chemotherapy, 17, 549-553.
20. Benkovic S.J., S.J. Baker y Alley M.R. 2005. identification of boronic esters as inhibitors of bacterial cell growth and bacterial methyltransferases, CcrM and MenH. Journal of Medicinal Chemistry, 48, 7468-7476.
21. Reynolds, R.C., Campbell S.R., Fairchild R.G., Kisliuk R.L., Micca P.L., Queener S.F., Riordan J.M., SedwickW.D., Waud W.R., Leung A.K.W., Dixon R.W., Suling W.J., BorhaniD.W. 2007, Novel boron-containing, nonclassical antifolates: Synthesis and preliminary biological and structural evaluation. Journal of Medicinal Chemistry, 50, 3283-3289.
22. Qin G., S. Tian, Z. Chan, Li B. 2007. Crucial role of antioxidant proteins and hydrolytic enzymes in pathogenicity of Penicillium expansum. Molecular & Cellular Proteomics, 6, 425-438.
23. Qin G.,Y. Zong, Q. Chen, D. Hua, Tian S. 2010, inhibitory effect of boron against Botrytis cinerea on Tablo grapes and its possible mechanisms of action. international Journal of Food Microbiology, 138, 145-150.
24. Lalitha, M. K.,Vellore, T.N. 2005. "Manual on antimicrobial susceptibility testing", URL: http://www.ijmm.org/documents/Antimicrobial.doc".

REIVINDICACIONES

1. Un material de recubrimiento superficial antimicrobiano a base de pectina o gelatina que comprende octaborato disódico en una cantidad del 15 % en masa y que muestra propiedades antibacterianas frente a las bacterias *Escherichia coli, Staphylococcus aureus, Pseudomonas aeruginosa* y propiedades anticándidas frente a la levadura *Candida albicans* y propiedades antifúngicas frente al hongo *Aspergillus niger*.

2. El material de recubrimiento superficial antimicrobiano a base de pectina o gelatina, según la reivindicación 1, para la industria del envasado que requiere higiene.

3. El material de recubrimiento superficial antimicrobiano a base de pectina o gelatina, según la reivindicación 1, para frutas o vegetales por medio de rociado o inmersión.

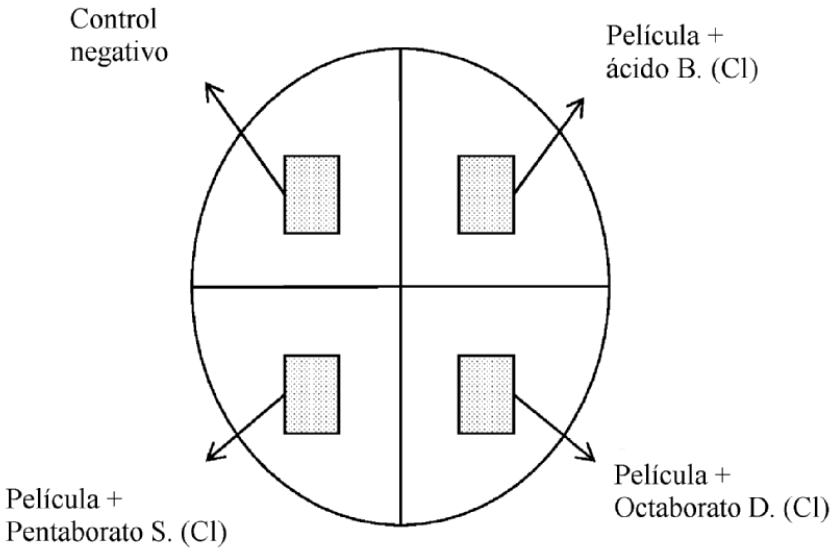


Figura 1

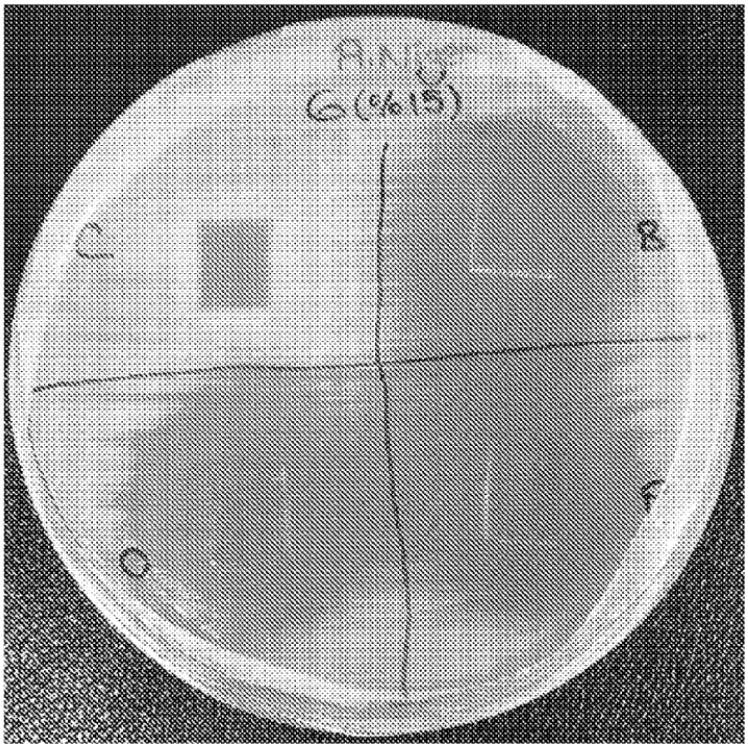


Figura 2

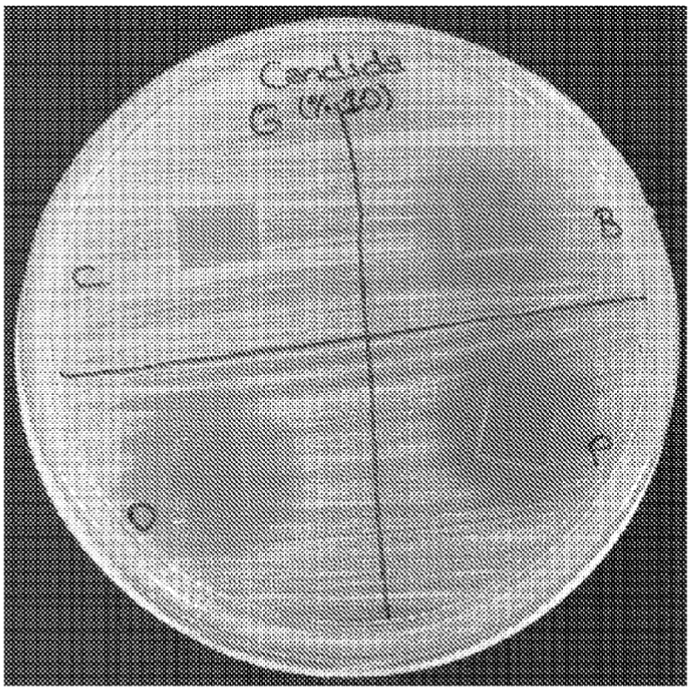


Figura 3

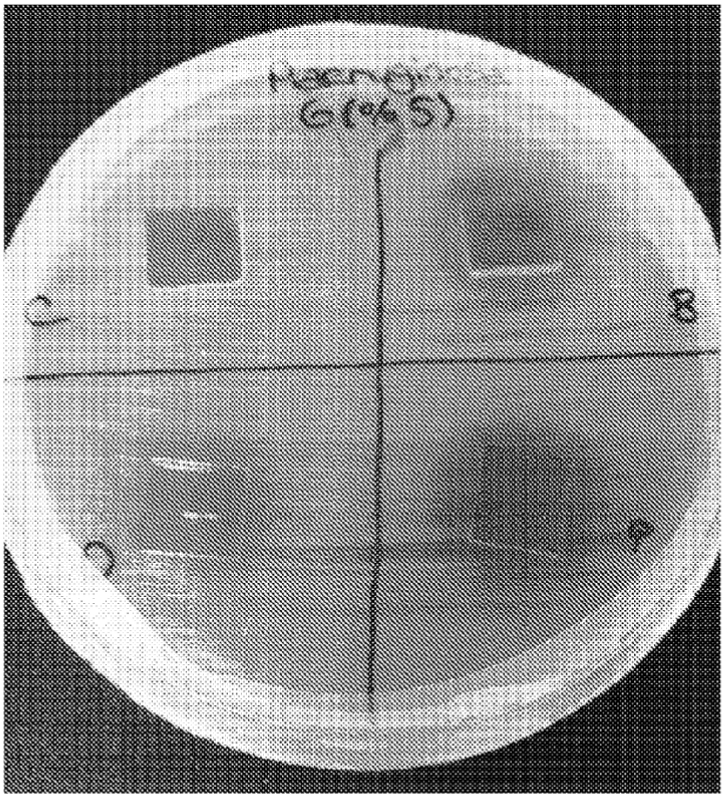


Figura 4

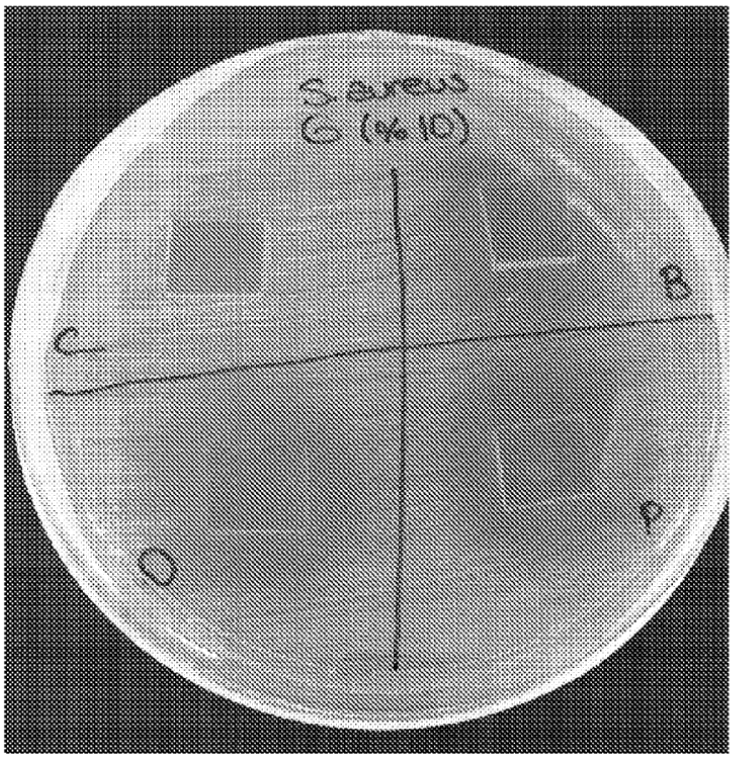


Figura 5

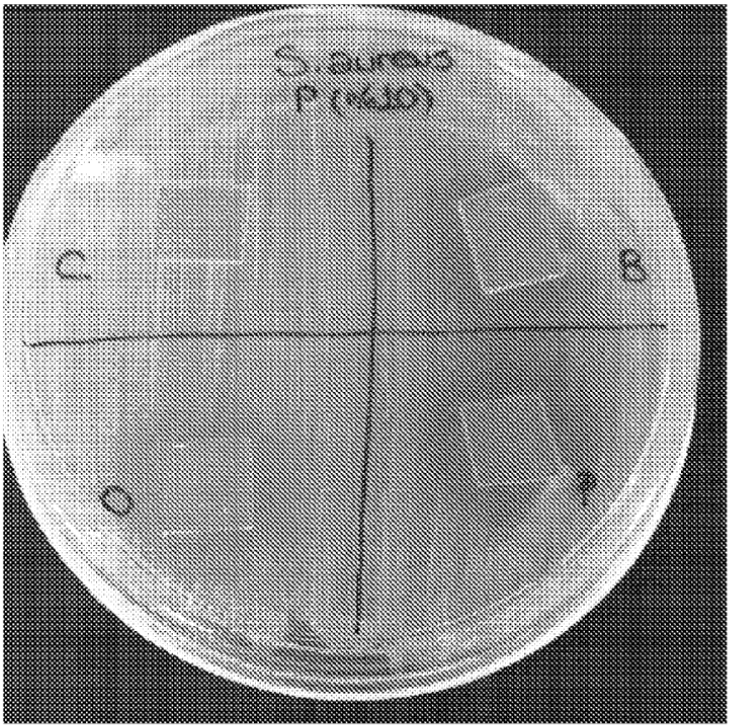


Figura 6

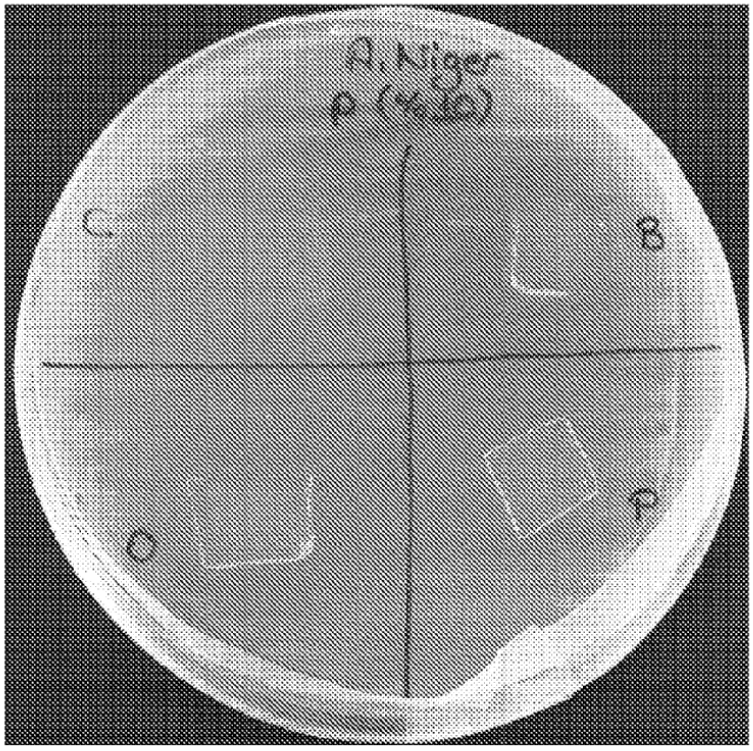


Figura 7

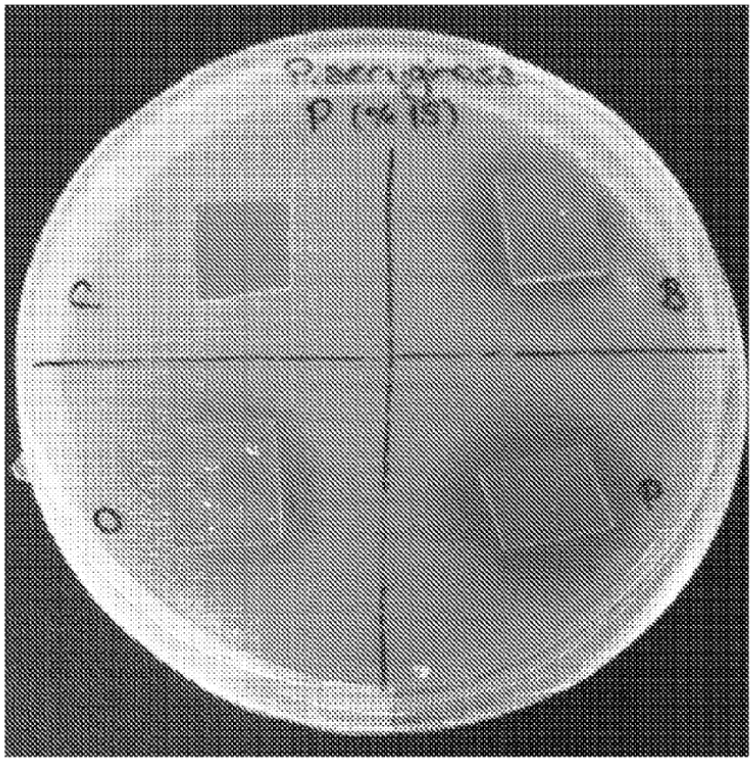


Figura 8

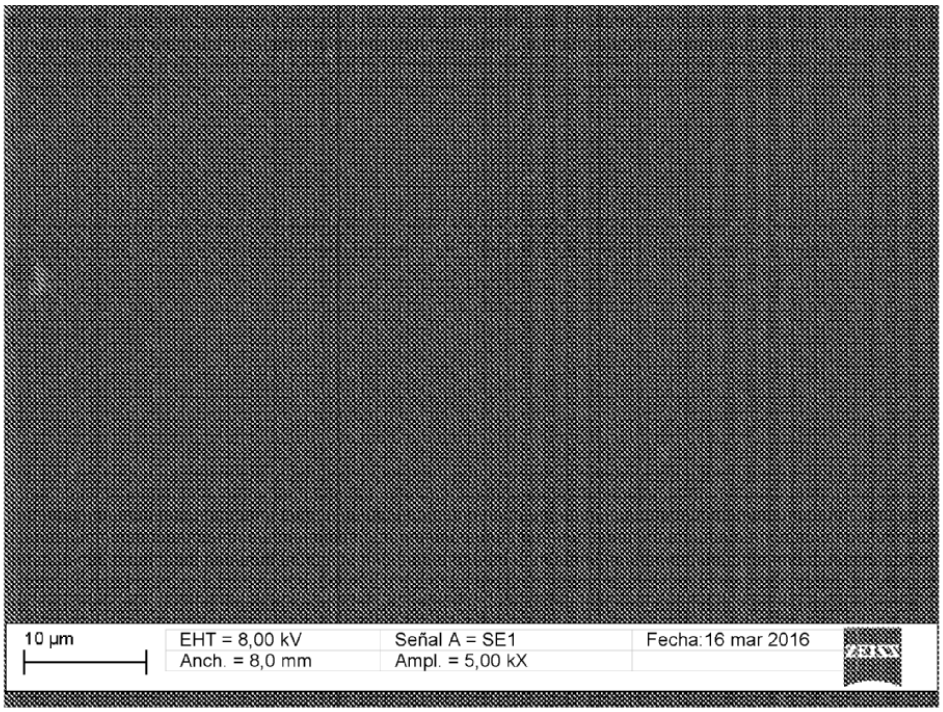


Figura 9

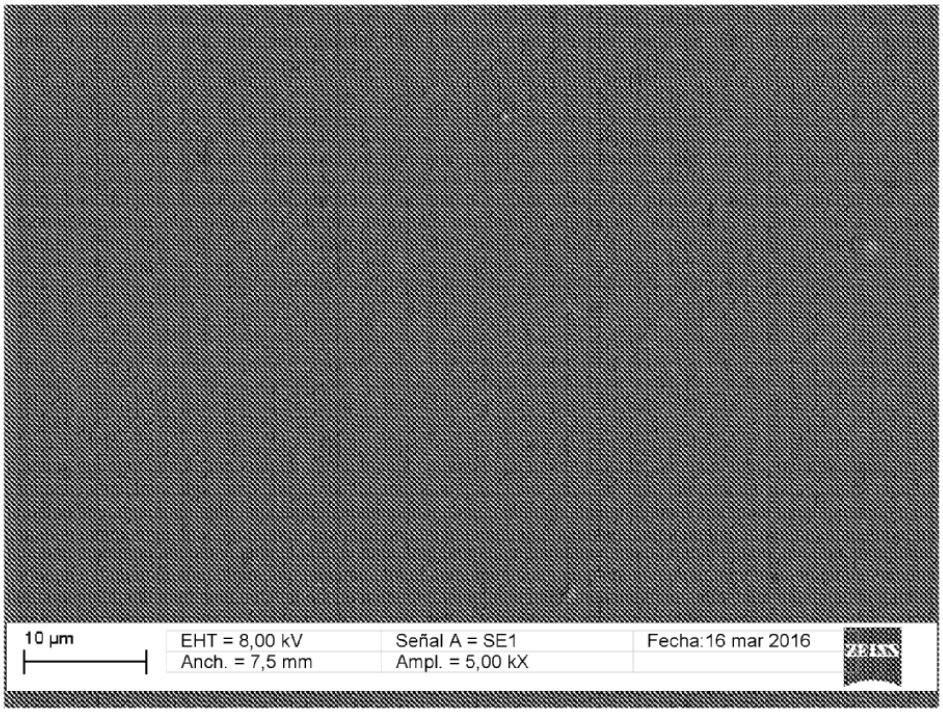


Figura 10

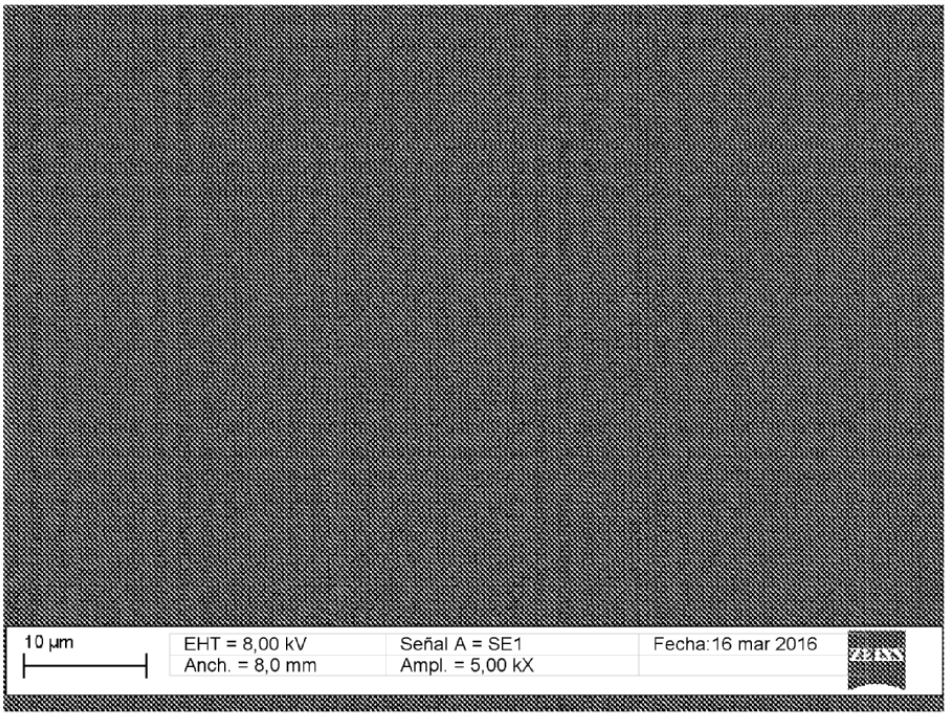


Figura 11

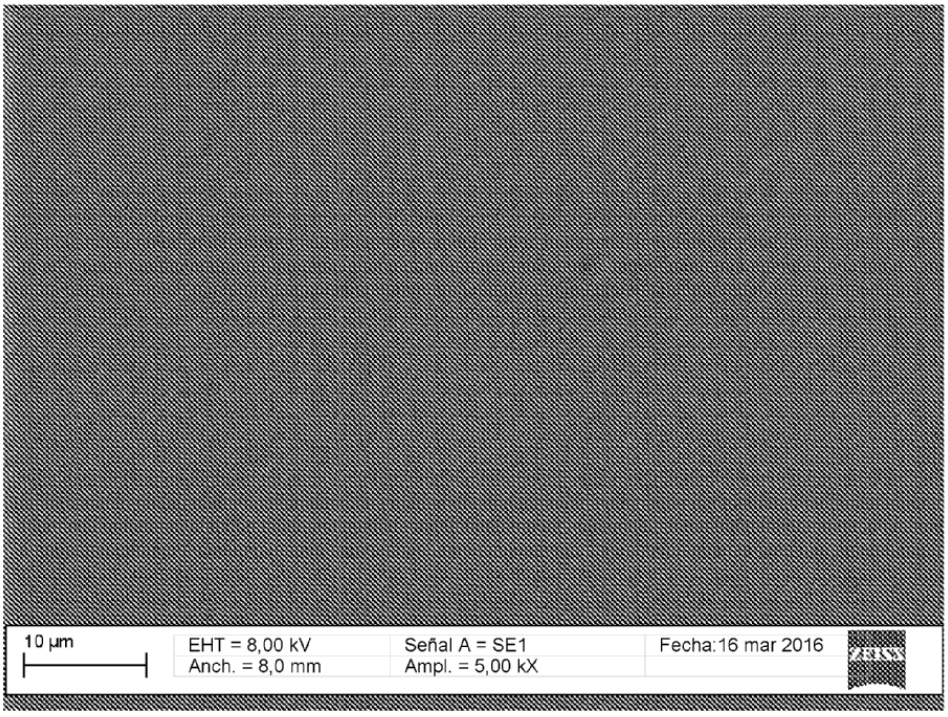


Figura 12

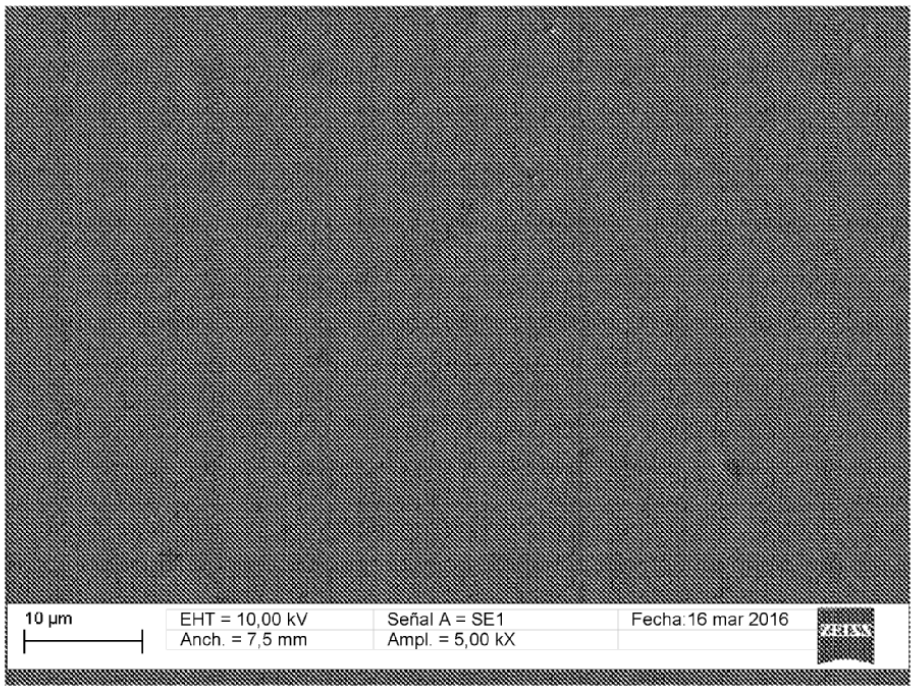


Figura 13

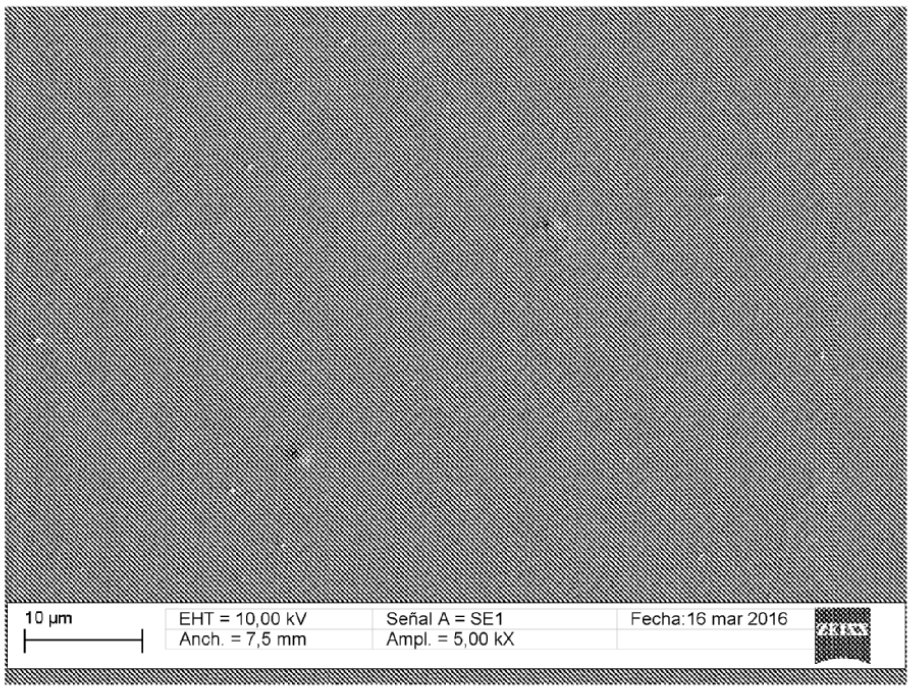


Figura 14

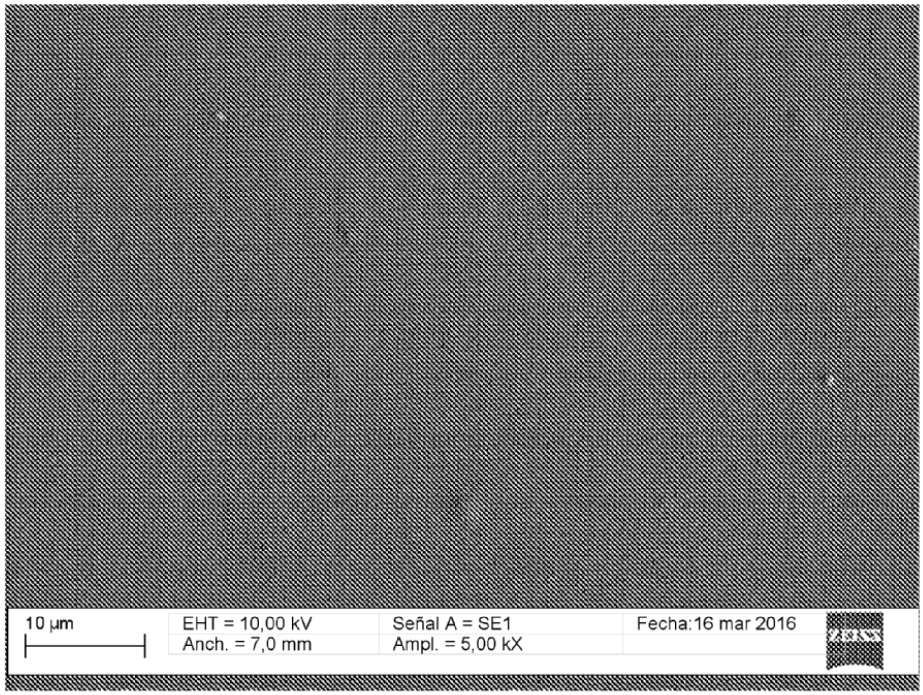


Figura 15

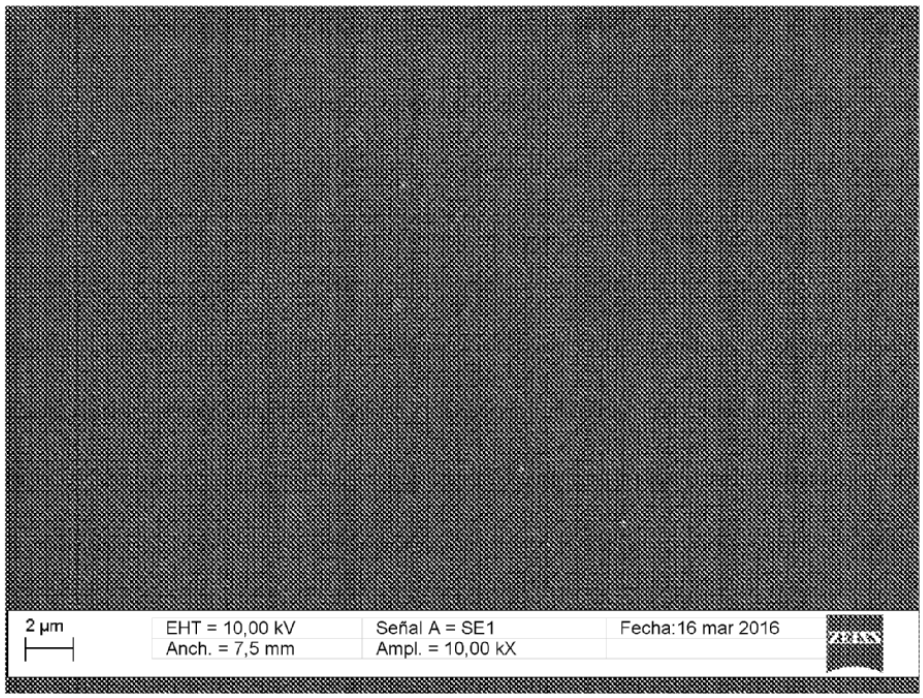


Figura 16

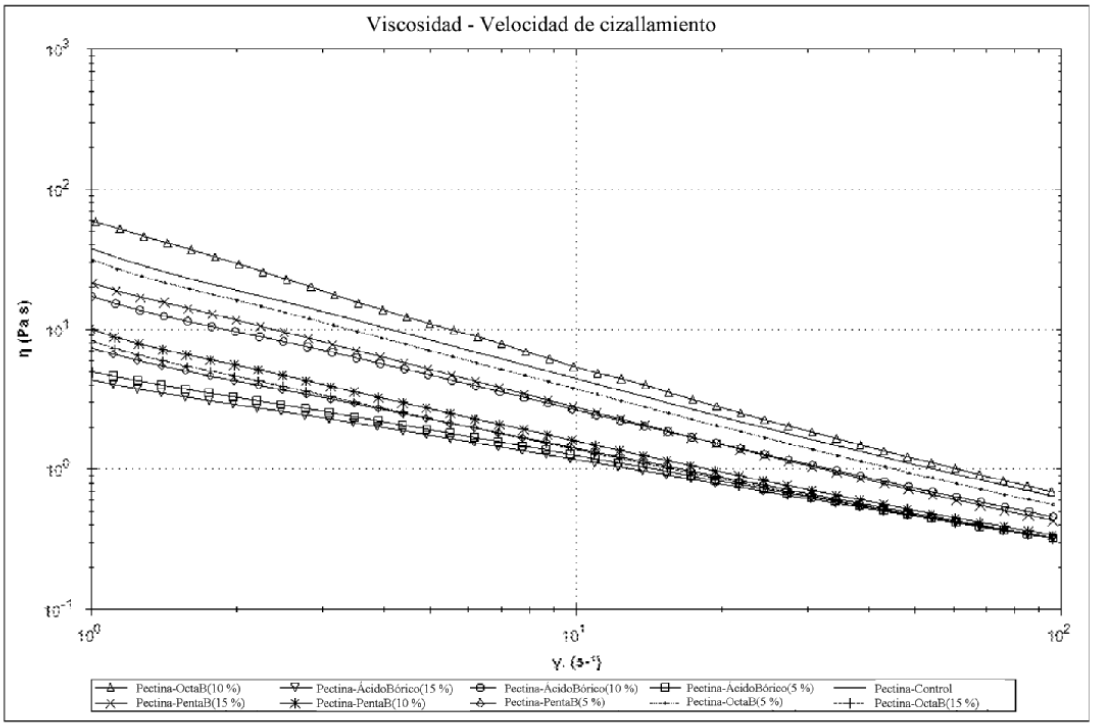


Figura 17

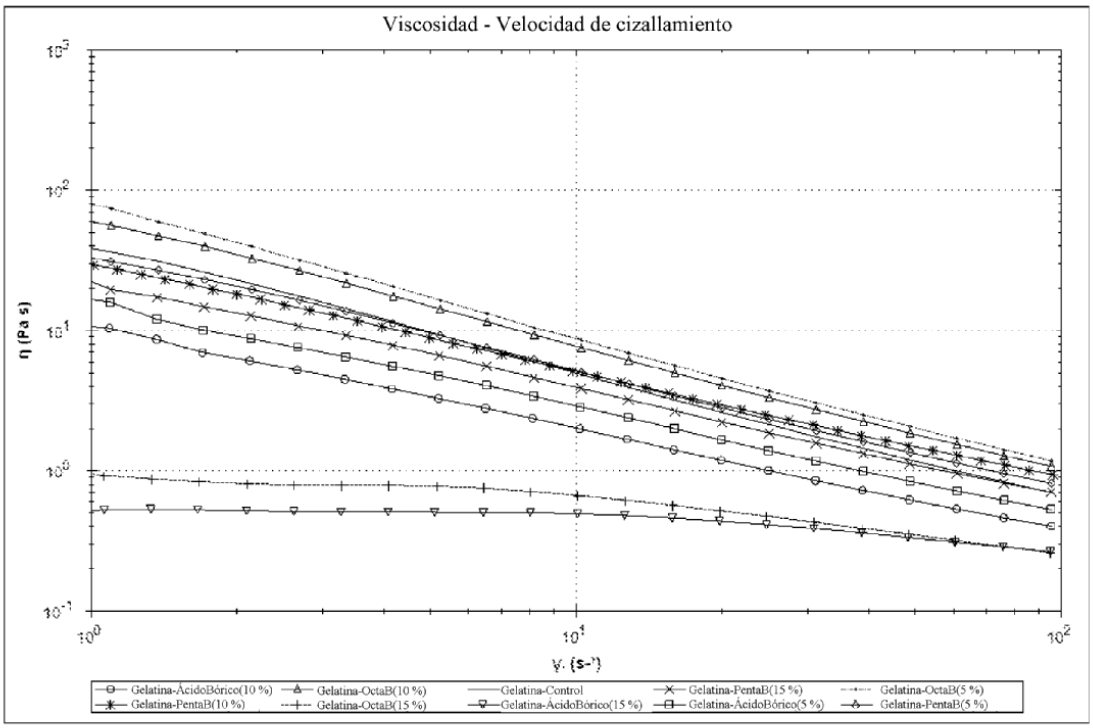


Figura 18