

Uso de técnicas termoanalíticas en la evaluación de la propiedad de captación de humedad del almidón de maíz parcialmente pregelatinizado

Adriana Quiroga, Raxit Y. Mehta, Manish Ghimire and Ali R. Rajabi-Siahboomi

Colorcon Inc., Harleysville, PA 19438, USA

PROPÓSITO

El desarrollo de formulaciones con activos sensibles a la humedad comienza con el desarrollo de núcleos robustos y estables que aseguren eficacia y seguridad. La selección adecuada de excipientes puede ayudar a prevenir la exposición del activo a la humedad y mejorar la estabilidad del producto final durante su vida útil. Se ha demostrado previamente que el almidón parcialmente pregelatinizado Starch 1500® tiene una menor actividad de agua, comparándolo con otros excipientes comúnmente utilizados. Por lo tanto, su uso en formulaciones con activos sensibles a la humedad puede mejorar la estabilidad de estos. El propósito de este trabajo fue investigar las interacciones con la humedad del Starch 1500® y la celulosa microcristalina (CMC). Muestras de Starch 1500® y CMC se expusieron a diferentes niveles de agua (10-30% p/p) y el estado del agua en las muestras se estudió utilizando termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC).

RESULTADOS

TGA se utilizó para medir la tasa de evaporación de humedad del Starch 1500® y CMC a 20% p/p de agua (Figura 1). La pérdida de peso de CMC permaneció constante (17.5-17.7%), mientras que la muestra de Starch 1500® continuó perdiendo un 2.46% p/p de humedad adicional luego de los 100oC. Adicionalmente, la tasa máxima de evaporación de humedad del Starch 1500® fue del 2.20% por minuto, mientras que para CMC fue del 2.71% por minuto. La menor tasa de evaporación de humedad puede indicar una mayor asociación de la humedad con Starch 1500®. Los resultados del DSC se muestran en la Figura 2. El ciclo de calentamiento muestra un pico de fusión del agua alrededor de 0°C en ambas muestras; sin embargo, una diferencia significativa en el calor de fusión de CMC (17,0 J / g) y Starch 1500® (4,6 J / g) puede sugerir que no toda el agua está disponible libremente para fundirse en la muestra de Starch 1500®. En consecuencia, CMC mostró un pico agudo de cristalización de agua alrededor de -20°C en el ciclo de enfriamiento, mientras que dicho pico estuvo ausente para Starch 1500®. Este resultado indica la presencia de agua ligada en Starch 1500®. Se obtuvieron resultados similares para Starch 1500® y CMC que contenían 10 % y 30% p/p de agua (datos no mostrados en el resumen).

MÉTODOS

Starch 1500® (Colorcon, USA) y CMC (Avicel, PH-102, Dupont Nutrition and Bioscience, USA) fueron granulados mediante el agregado de 10, 20 o 30% p/p de agua desionizada en un procesador de alimentos (Cuisinart, USA) por 5 minutos, para asegurar la distribución uniforme del agua dentro de los excipientes. En las muestras granuladas se evaluó primero la actividad de agua (Aqualab 3, METER food, USA). Luego, se midió la tasa de liberación de humedad de muestras entre 9-11 mg, en una rampa de calentamiento cada 5°C, hasta 300°C, utilizando análisis termogravimétrico (TGA Q500, TA Instruments, USA). Los ensayos de calorimetría diferencial de barrido (DSC Q200, TA Instruments, USA) se realizaron con una rampa de temperatura, cada 5°C, en ciclo frío-calor-frío de 75°C a -75°C para identificar las transferencias de calor asociadas con los estados de interacción del agua con los excipientes.

Figura 1: TGA de muestras de Starch 1500® y CMC a 20% p/p de agua

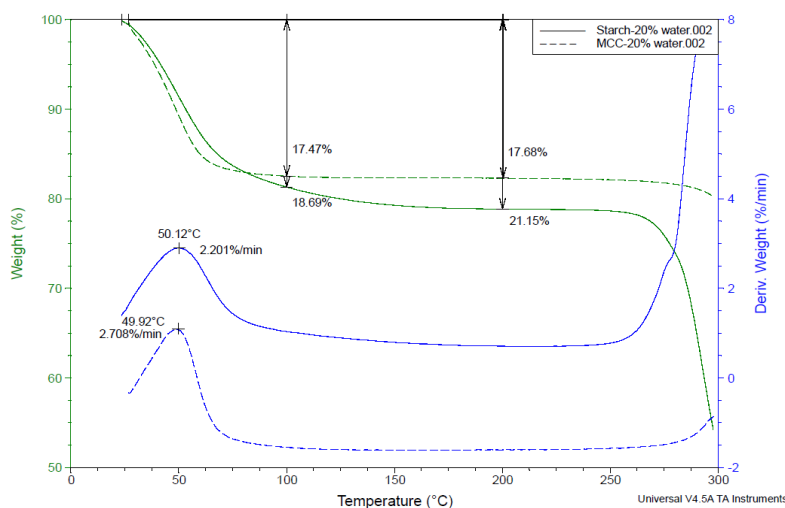
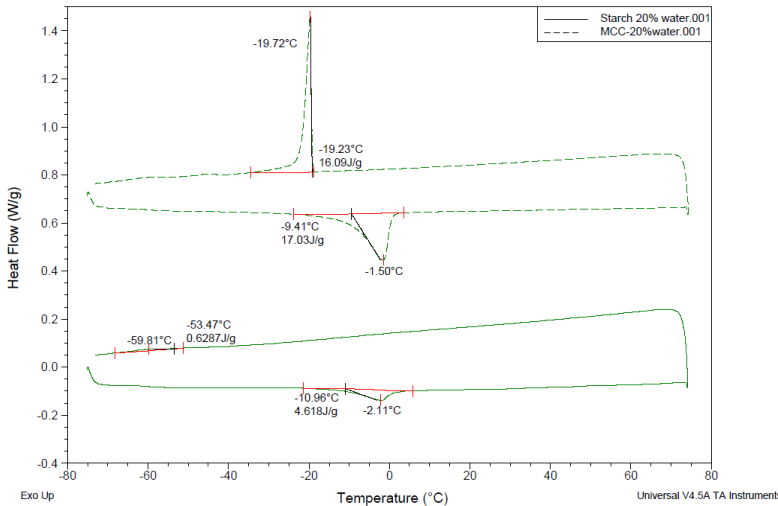


Figura 2: DSC de muestras de Starch 1500® y CMC a 20% p/p de agua. El gráfico muestra el flujo de calor (Heat Flow (W/g)) en función de la temperatura (°C). La muestra de Starch 1500® (línea verde) muestra un pico de fusión del agua a 4.62 J/g. La muestra de CMC (línea azul) muestra un pico de fusión del agua a 17.03 J/g. Los picos de cristalización de agua están marcados a -19.72°C y -19.23°C para CMC, y -10.96°C y -2.11°C para Starch 1500®.



RESULTADOS

TGA se utilizó para medir la tasa de evaporación de humedad del Starch 1500® y CMC a 20% p/p de agua (Figura 1). La pérdida de peso de CMC permaneció constante (17.5-17.7%), mientras que la muestra de Starch 1500® continuó perdiendo un 2.46% p/p de humedad adicional luego de los 100oC. Adicionalmente, la tasa máxima de evaporación de humedad del Starch 1500® fue del 2.20% por minuto, mientras que para CMC fue del 2.71% por minuto. La menor tasa de evaporación de humedad puede indicar una mayor asociación de la humedad con Starch 1500®. Los resultados del DSC se muestran en la Figura 2. El ciclo de calentamiento muestra un pico de fusión del agua alrededor de 0°C en ambas muestras; sin embargo, una diferencia significativa en el calor de fusión de CMC (17,0 J / g) y Starch 1500® (4,6 J / g) puede sugerir que no toda el agua está disponible libremente para fundirse en la muestra de Starch 1500®. En consecuencia, CMC mostró un pico agudo de cristalización de agua alrededor de -20°C en el ciclo de enfriamiento, mientras que dicho pico estuvo ausente para Starch 1500®. Este resultado indica la presencia de agua ligada en Starch 1500®. Se obtuvieron resultados similares para Starch 1500® y CMC que contenían 10 % y 30% p/p de agua (datos no mostrados en el resumen).