

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica



“AISLAMIENTO DE UN NUEVO TIPO DE NANOCELULOSA A PARTIR DE
RESIDUOS SARGAZO, PARA LA PRODUCCIÓN DE POLÍMEROS
BIODEGRADABLES”

TESIS

PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA
CON ORIENTACIÓN EN NANOTECNOLOGÍA

PRESENTA:

ING. RICARDO ROSAS MACÍAS

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica



“AISLAMIENTO DE UN NUEVO TIPO DE NANOCELULOSA A PARTIR DE
RESIDUOS SARGAZO, PARA LA PRODUCCIÓN DE POLÍMEROS
BIODEGRADABLES”

TESIS

PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA
CON ORIENTACIÓN EN NANOTECNOLOGÍA

PRESENTA:

ING. RICARDO ROSAS MACÍAS

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica
Posgrado

Los miembros del Comité de Evaluación de Tesis recomendamos que la Tesis “Aislamiento de un nuevo tipo de nanocelulosa a partir de residuos sargazo, para la producción de polímeros biodegradables”, realizada por el estudiante Ricardo Rosas Macías, con número de matrícula 1983194, sea aceptada para su defensa comorequisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Orientación en Nanotecnología.

El Comité de Evaluación de Tesis

Dr. Leonardo Chávez Guerrero
Director

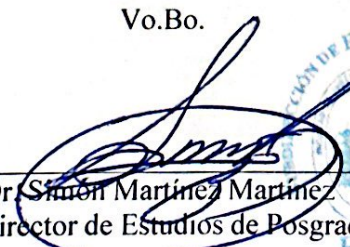
Co-director

Dr. Rodolfo Morales Ibarra
Revisor

Dra. Saida Mayea García Montes
Revisor

Dra. Sofía Vázquez Rodríguez
Revisor

Vo.Bo.


Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado



Institución 190001

Programa 557511

Acta Núm. 4473

Ciudad Universitaria, a 29 de agosto de 2024.

DEDICATORIAS

A mi querida Mamá, Ma. Candelaria, Mi MAPA... Mi todo. Por su amor incondicional y su apoyo constante a lo largo de mi vida. Tú paciencia y cariño me han brindado la fortaleza necesaria para completar este trabajo.

A Toñita. Gracias por creer en mí y enseñarme el valor del esfuerzo y la perseverancia.

A mis abuelos, quienes, aunque ya no están físicamente conmigo, su amor, sabiduría y enseñanzas siguen siendo una fuente constante de inspiración en mi vida.

A mi familia, que siempre ha sido mi pilar de apoyo y motivación.

A mis amigos y roomies, por sus palabras de aliento y por compartir conmigo los momentos de alegría y tristeza. Su compañía ha sido invaluable en este viaje.

AGRADECIMIENTOS

Al **Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT)** por financiar la beca que me permitió realizar esta maestría.

Al **Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología (CIIDIT)** por el préstamo de laboratorios y equipos para realización de experimentos y caracterización de materiales.

A la **Universidad Autónoma de Nuevo León (UANL)** y a la **Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (FIME)** por brindarme sus instalaciones para el desarrollo de esta tesis.

A mi asesor de tesis, el **Dr. Leonardo Chávez Guerrero**, mi más profundo agradecimiento por permitirme el desarrollo de este proyecto. Gracias por creer en mí, por sus valiosos consejos, por su dedicación en la orientación y realización de esta investigación. Su compromiso y guía han sido fundamentales para llevar a cabo este trabajo con éxito.

A mis profesores de posgrado, su guía y conocimiento han sido una fuente invaluable de inspiración y aprendizaje. Gracias por su dedicación, por compartir su sabiduría y por creer en mi potencial. Su apoyo y mentoría han sido fundamentales para la realización de esta tesis, y estoy profundamente agradecido por su compromiso y paciencia a lo largo de este viaje académico.

Asimismo, extendo mi más sincero agradecimiento al comité de tesis por su valioso tiempo, sus detalladas observaciones y su orientación crítica. Sus aportes han enriquecido este trabajo y han sido esenciales para alcanzar este logro.

Y a todos aquellos que, de una manera u otra, han contribuido a la realización de esta tesis, su apoyo y colaboración han sido invaluable. Gracias por estar ahí, por su paciencia, comprensión y esfuerzo. Su impacto en este trabajo es significativo y profundamente apreciado.

CONTENIDO

1	Resumen.....	1
2	Introducción	3
3	Justificación	4
4	Hipótesis	5
5	Objetivos.....	6
5.1	Objetivo general	6
5.2	Objetivos específicos.....	6
6	Marco teórico y antecedentes	7
6.1	Celulosa	7
6.2	Sargazo	8
6.3	Nanocelulosa	10
6.4	Métodos de extracción de la nanocelulosa	13
6.5	Propiedades de la nanocelulosa	16
6.5.1	Propiedades ópticas	19
6.6	Aplicaciones de la nanocelulosa.....	22
7	Técnicas experimentales	25
7.1	Materiales y métodos.....	25
7.1.1	Materiales.....	25
7.1.2	Método de extracción de microfibras.....	25
7.1.3	Método de extracción de nanocelulosa	25
7.1.4	Métodos de caracterización.....	27
8	Resultados y Discusión.....	29
9	Conclusiones.....	40
10	Bibliografía	41

11	Anexos.....	48
----	-------------	----

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema de composición de la celulosa (Adaptado de [1]).

Figura 2. Especies de sargazo en su estado natural (Tomado de [2]).

Figura 3. Diagrama que ilustra la configuración del sistema matriz/fibra y la organización jerárquica de la nanocelulosa. (Adaptado de [3]).

Figura 4. Imágenes de tipos de nanocelulosa mediante microscopia electrónica:

a) cristales de nanocelulosa, b) nanocelulosa bacteriana, c) fibras de nanocelulosa y d) láminas de nanocelulosa (Tomado de [4], [5]).

Figura 5. Fotografía digital de la película formada por nanocelulosa laminar (a-b). Imagen de microscopia electrónica, de las láminas que componen la película (c). En (d) se muestra la transmitancia comparada entre el vidrio y la película de NLC.

Figura 6. Distribución general de materiales compuestos utilizados en aviones Boeing 787 (Adaptada de [6]).

Figura 7. Temperatura de descomposición de los elementos celulósicos y no celulósicos presentes en las muestras.

Figura 8. Gráfica de resonancia magnética nuclear de carbón (RMN) de S-NCL.

Figura 9. Espectro de transmitancia (FT-IR) de S-NCL y su fotografía (recuadro).

Figura 10. Comparación de transmitancia de S-NCL y Vidrio.

Figura 11. Imágenes de SEM: a) de una sola nanolámina de celulosa, b-e) Nanofibrillas y f) Diámetro medio nanofibrillas entrelazadas.

Figura 12. Imágenes de nanoláminas (S-NCL) mediante microscopia: a y b) confocal (LSM), óptica (OM), y en e) Perfil de altura obtenido por LSM.

Figura 13. Fotografías de: a) Sargazo deshidratado y molido, b) Lugar de recolección, c) La aparición del sargazo y el peróxido al inicio del procedimiento, d) Después de 1 h en esas condiciones, e) Polvo de sargazo después de 1 h después de agregar el ácido sulfúrico al recipiente, y finalmente, f) Luego de 1 h dentro del autoclave, en un proceso continuo (one-pot).

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Tamaño promedio, fuentes y preparación de las diversas nanomorfologías de celulosa (Adaptado de [7]).

Tabla 2. Nanocelulosa de *Sargazo* obtenida mediante métodos de hidrólisis ácida.

Tabla 3. Comparativa de propiedades de la celulosa acuerdo a su escala (Tomada de [8]).

GLOSARIO

2D - Bidimensional

OH^{-1} - Grupos hidroxilo reactivos

AFM - Microscopia de fuerza atómica

BNC - Nanocelulosa bacteriana

BSG - Desechos del proceso de elaboración de la cerveza

CO_2 - Dióxido de carbono

CNC - Cristales de nanocelulosa

E - Módulo de Young

FTIR - Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier

GPa – Giga pascales

H_2SO_4 – Ácido Sulfúrico

H_2O_2 – Peróxido de hidrogeno

HCl - Ácido Clorhídrico

I+D - Innovación y el desarrollo

ISO - Organización Internacional de Estandarización

LSM - Microscopia de barrido láser

m^2/g – metros cuadrados por gramo / densidad superficial

NaOCl - hipoclorito de sodio

NaOH - hidróxido de sodio

NCL – Nano celulosa laminar

NFC - Fibras de nanocelulosa

nm – Nanómetro

OHLF - Open Hybrid LabFactory

p/p - Porcentaje en peso

ppm - Partes por millón

Psi - Libras por pulgada cuadrada (Unidades de presión)

R_m - Resistencia a la tracción

RMN - Resonancia magnética nuclear

SEM - Microscopia electrónica de barrido

TEMPO - 2,2,6,6-Tetrametilpiperidina 1-oxilo

TGA - Análisis termogravimétrico

UV-Vis - Espectrofotometría ultravioleta y visible

W/m·K - Watts por metro-Kelvin (conductividad térmica de un cuerpo)

Resumen

La celulosa es el biopolímero de mayor abundancia y relevancia en el planeta. A pesar de su uso cotidiano, su estructura jerárquica no ha sido completamente descifrada. Este compuesto es ampliamente empleado en diversas aplicaciones cotidianas, tales como la producción de papel y como aditivo alimentario, así como en aplicaciones avanzadas, incluyendo sustratos para dispositivos electrónicos flexibles y biopolímeros, entre otros. Tradicionalmente, se reconoce que la celulosa se organiza en microfibras alineadas paralelamente, que se entrelazan para formar fibras milimétricas, las cuales desempeñan una función de soporte en todas las plantas terrestres y en algunos tipos de algas.

Sargassum spp., una especie de alga parda invasora, ha sido reconocida recientemente como una preocupación creciente en diversas zonas, debido a su proliferación masiva en las costas del Caribe. Este fenómeno ha causado efectos negativos en la industria del turismo y ha alterado los ecosistemas acuáticos, impactando a diversas especies. En 2014, un evento de inundación de sargazo tuvo una concentración 300 veces mayor que cualquier otro año en los últimos 20 años [9], [10]. En cambio, en 2018 se estimó la presencia de aproximadamente 20 millones de toneladas métricas en región del océano Atlántico, denominada el Mar de los Sargazos. [11]. Y actualmente, en 2024, la cantidad total en el Atlántico occidental y el Mar Caribe se estimó en 10 millones de toneladas métricas, un incremento significativo en algunas áreas, aunque no tan alarmante como en años anteriores. No obstante, se prevé que la situación siga cambiando, con incrementos periódicos influenciados por factores como el aporte de nutrientes desde el río Amazonas y África occidental [12].

Explorar y fomentar alternativas es esencial para mitigar los efectos negativos del sargazo y promover un enfoque más sostenible y rentable frente a esta problemática. Por ende, en el presente trabajo se muestra un procedimiento optimizado para la obtención de nanocelulosa bidimensional (2D), utilizando biomasa proveniente del mar (Sargazo) disminuyendo la cantidad de agua y reactivos químicos (H_2SO_4 y H_2O_2) en un 95% para lograr la purificación. Por otra parte, la caracterización fisicoquímica demuestra la existencia de una nueva forma de nanocelulosa laminar estable, en la cual las nanofibras de ≈ 3 nm de diámetro se entrelazan mediante celulosa amorfa para formar nanoláminas

de aproximadamente 70-80 nm de espesor. El aislamiento de dicha nanoestructura de celulosa ofrece nuevas oportunidades de estudio, gracias a la atribución de sus características como nanomaterial. De acuerdo a la caracterización química y estructural, el trabajo muestra las propiedades térmicas, ópticas, mecánicas y de biodegradabilidad de películas delgadas fabricadas a partir de nanocelulosa laminar.

1 Introducción

Los desechos plásticos se han transformado en uno de los principales retos ambientales más apremiantes de nuestro tiempo. Estos desechos no solo son difíciles de biodegradar, sino que también liberan componentes tóxicos que afectan tanto a humanos como a animales durante su descomposición. Sin embargo, en la búsqueda de soluciones, las materias primas ecológicas emergen como una esperanza. Entre ellas, los biopolímeros de diversas fuentes están capturando la atención de investigadores y activistas por igual.

En este escenario, con el objetivo de aprovechar el residuo sólido del mar, las algas, y en particular el sargazo, se presentan como una alternativa revolucionaria. En vista que, esta alga marina frecuentemente es vista como una molestia, por la plaga en las costas del Caribe, pero tiene un potencial asombroso, gracias a su composición química; el sargazo puede convertirse en un aliado en la lucha contra la contaminación plástica.

Entre las opciones innovadoras, la nanocelulosa ha ganado relevancia como biopolímero, siendo empleada en la fabricación de empaques, fibras dietéticas y aditivos en alimentos, entre otras cosas. Por ende, en este estudio, se aislará nanocelulosa del sargazo mediante un proceso novedoso de múltiples etapas en un solo recipiente (One-pot), síntesis ampliamente utilizada en química y ciencias de los materiales, que permite la realización de múltiples reacciones en un solo contenedor o reactor, sin necesidad de aislar intermediarios. Esto mejora la eficiencia del proceso, al reducir el tiempo de manipulación, los costos de purificación y la generación de residuos. Además, minimiza la pérdida de material y disminuye el riesgo de exposición a productos intermedios potencialmente peligrosos. Así, se evidenciará cómo el sargazo puede proporcionar una solución sostenible y versátil, con aplicaciones potenciales en diversas industrias.

2 Justificación

En primer lugar, el sargazo se ha convertido en un problema ambiental significativo debido a su acumulación masiva en muchas regiones costeras. Aprovecharlo como materia prima para producir nanocelulosa ayuda a mitigar este problema, transformando un residuo abundante y problemático en un recurso valioso. Esto no solo promueve una gestión sostenible de los desechos, sino que también disminuye la dependencia de recursos fósiles, al utilizar un material renovable en lugar de polímeros derivados del petróleo.

A nivel económico y social, aprovechar el sargazo para producir nanocelulosa puede generar beneficios al crear nuevas cadenas de valor y oportunidades de empleo en las regiones afectadas por la invasión de sargazo. Además, contribuye a la sensibilización y educación sobre la importancia de desarrollar soluciones sostenibles para los desafíos ambientales.

En resumen, la investigación y el desarrollo de tecnologías para extraer y utilizar nanocelulosa a partir de sargazo, fomentan la innovación en el campo de los materiales biodegradables. Esto no solo abre nuevas oportunidades en la industria, sino que también promueve el desarrollo de productos más sostenibles y responsables con el medio ambiente. Asimismo, con la finalidad de mostrar la viabilidad de la obtención de nanocelulosa, estudios recientes han revelado que la obtención de nanocristales de celulosa a partir de algas pardas se logró mediante una serie de procesos que incluyen blanqueo y alcalinización, seguidos de una hidrólisis utilizando ácidos concentrados como H_2SO_4 , HCl o 2,2,6,6-Tetrametilpiperidina 1-oxilo (TEMPO) [13], [14] y finalmente ultrasonificación [15], [16].

3 Hipótesis

Es factible la obtención de nanocelulosa laminar, del orden de ≈ 80 nm de espesor, obtenida a partir de biomasa residual mediante un método alternativo que prescinde de tratamientos químicos intensivos y a su vez ofreciendo una alternativa más sostenible. Adicionalmente su potencial uso, se podrá emplear en la producción de películas delgadas en aplicaciones de empaque. Debido a sus propiedades ópticas y mecánicas que superan considerablemente a las de los polímeros biodegradables convencionales; Esta mejora se verá reflejada debido a la alta relación de aspecto y a la estructura nanométrica de la nanocelulosa, que contribuirá a una mayor resistencia mecánica y a una mejor transparencia.

4 Objetivos

4.1 Objetivo general

Llevar a cabo la extracción de una nueva nanoestructura laminar de celulosa (NCL) empleando una menor cantidad de reactivos. Además, estudiar las propiedades fisicoquímicas de películas delgadas y sus aplicaciones como biopolímero.

4.2 Objetivos específicos

- I. Estudiar los fenómenos que permiten la separación de sargazo, sin el uso de un pretratamiento químico, lo que asegura una contribución al conocimiento científico y tecnológico en el campo de la nanocelulosa.
- II. Mejorar las técnicas de obtención y caracterización de nanocelulosa laminar, en comparación con los métodos de separación tradicionales.
- III. Sintetizar películas delgadas compuestas de un polímero biodegradable.
- IV. Caracterizar las películas delgadas de nanoláminas de celulosa.
- V. Evidenciar la viabilidad de obtener un material a partir de los residuos, con potencial para productos que presenten propiedades favorables y de valor agregado.

5 Marco teórico y antecedentes

5.1 Celulosa

La celulosa es un polisacárido, insoluble en agua que contiene miles de unidades β -glucosa (Ver **Figura 1**). Además, es el biopolímero más abundante de la tierra y es el principal componente de las plantas (Ver **Figura 1**), incluso puede ser sintetizada por algas, como *Sargassum spp.* y bacterias, como la *Acetobacter xylinum*. Fue identificada por primera vez en 1838 por el químico francés Anselme Payen, quien logró aislarla a partir del papel de madera; fue el primero en estudiar su estructura y propiedades [17]. Sin embargo, se demostró su estructura polimérica hasta 1920 por Staudinger.

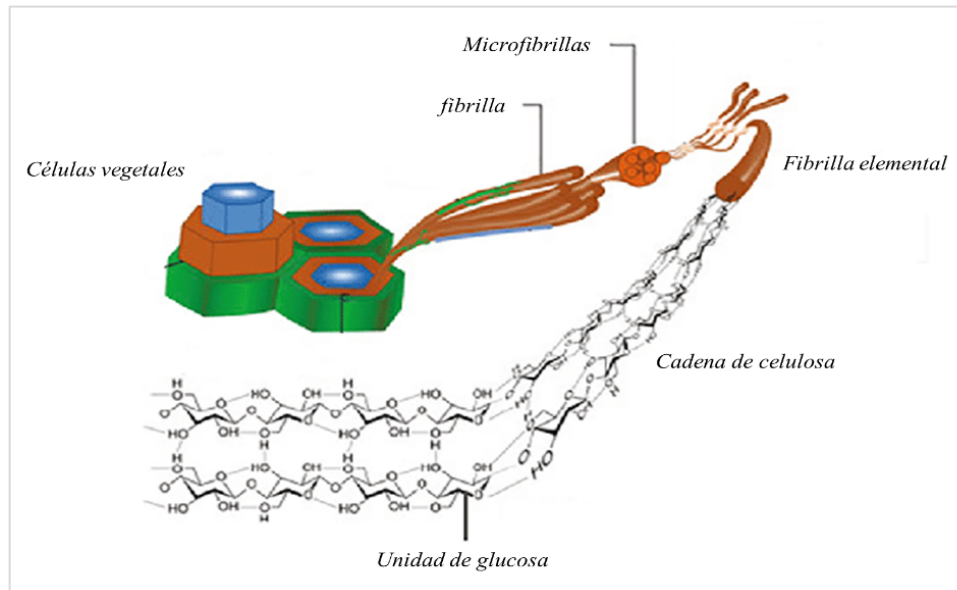


Figura 1. Esquema de composición de la celulosa (Adaptado de [1]).

Paralelamente, se ha identificado seis formas alomórficas que puede adoptar la celulosa (*I*, *II*, *III_I*, *III_{II}*, *IV_I* y *IV_{II}*) de acuerdo a la configuración cristalina que llega a tener esta biomolécula, basadas en la disposición de sus enlaces de hidrógeno tanto dentro de las hebras como entre ellas. Estas variaciones estructurales influyen en sus propiedades físicas y químicas, haciéndola relevante para diversas aplicaciones industriales y científicas [18]. Por otra parte, su alta capacidad de formar enlaces de hidrógeno le otorga una resistencia

considerable y flexibilidad, lo que la hace ideal para su uso en la fabricación de papel, textiles y otros materiales [19].

Actualmente la madera es la fuente principal de celulosa, por lo que constantemente se buscan fuentes y métodos de extracción alternativos de este importante material natural [20]. Cabe destacar que la celulosa I, también denominada celulosa nativa, es la forma más prevalente en la naturaleza.

Del mismo modo, en la naturaleza existen microorganismos capaces de producir enzimas (celulasa) que pueden degradar la celulosa hasta azúcar y utilizar esta como energía. Por esa razón, los biopolímeros hechos a partir de celulosa son biodegradables, además de que no generan compuestos tóxicos cuando se descomponen y reintegran al medio ambiente [21]. En consecuencia, ha aumentado el interés en las fibras naturales y los materiales compuestos basados en celulosa, puesto que se pueden usar como refuerzo y/o barrera con distintos polímeros en aplicaciones en las que se requiere transparencia, baja expansión térmica y alta resistencia [22], [23].

Debido a lo mencionado anteriormente, la celulosa continúa siendo un campo de investigación activo, gracias a sus propiedades únicas y su potencial en diversas aplicaciones tecnológicas y ecológicas [24], dado que este polímero; compuesto; se encuentra en la pared celular de plantas y algas.

5.2 Sargazo

El sargazo, un tipo de alga marina flotante, se ha convertido en una plaga significativa en el Caribe Mexicano al formar grandes masas en la región. Este fenómeno ha suscitado un creciente interés científico debido a su impacto ambiental en el Atlántico y a sus posibles aplicaciones [25]. Las especies de sargazo se encuentran principalmente en dos géneros: *Sargassum natans* y *Sargassum fluitans*; su forma natural se muestra en la **Figura 2**. Estas macroalgas están compuestas por carbohidratos, proteínas, lípidos y compuestos bioactivos como fenoles y flavonoides [26].

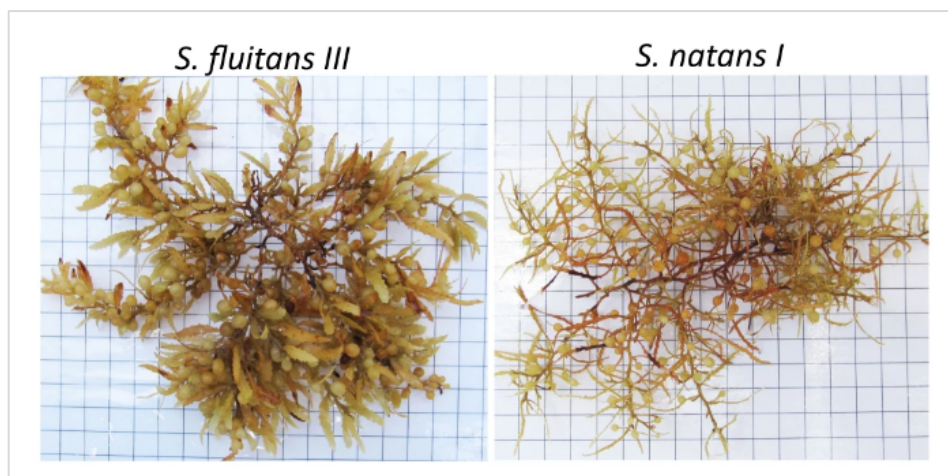


Figura 2. Especies de sargazo en su estado natural (Tomado de [2]).

Aunque el sargazo juega un papel importante en el ecosistema marino, su proliferación excesiva puede presentar importantes desafíos [27]. En este sentido, se ha identificado a varios polisacáridos de alto valor y gran interés, entre los cuales destacan los fucoidanos. Estos polisacáridos altamente sulfatados se encuentran principalmente en las algas pardas (*Phaeophyceae*), localizándose en los espacios intercelulares y en las paredes celulares fibrilares. Los fucoidanos están compuestos principalmente de fucosa, galactosa y otros monosacáridos, con grupos sulfatados; constituidos entre el 5% y el 30% de su peso seco de la biomasa [28].

Es importante destacar que la celulosa es una parte fundamental del sargazo, ya que proporciona estructura y soporte en la pared celular. Esto permite que el sargazo mantenga su forma y resista la presión del agua, posibilitando su flotación en la superficie del mar, lo cual es esencial para su supervivencia; Dado que, muchas especies de sargazo dependen de la luz solar para la fotosíntesis y, por lo tanto, necesitan permanecer en la zona fótica del océano.

Además, la celulosa es resistente a la mayoría de los microorganismos, lo que le confiere al sargazo una mayor durabilidad y capacidad para resistir la descomposición en el ambiente marino. En relación a esto, la investigación sobre la celulosa del sargazo es un campo dinámico y en expansión. Los científicos están continuamente explorando nuevas técnicas para optimizar la extracción y ampliar las posibles aplicaciones de la celulosa [29]. Al ser uno de los componentes más abundantes del sargazo, un biopolímero que

puede ser extraído y utilizado en la fabricación de productos sostenibles, convirtiéndose en una tecnología ambiental innovadora.

El desarrollo de esta tecnología ambiental no solo se centra en la extracción eficiente de celulosa, sino también en minimizar el impacto ambiental de los procesos utilizados. Al emplear métodos sostenibles y ecológicos, se busca minimizar el empleo de sustancias químicas dañinas y mejorar la eficiencia energética. Esto garantiza que la producción de celulosa a partir del sargazo sea una alternativa verde y responsable.

5.3 Nanocelulosa

En las últimas décadas, la investigación sobre la celulosa ha avanzado significativamente. Se han desarrollado métodos para modificar su estructura a nivel nanométrico (nanocelulosa), lo que ha permitido su aplicación en nuevos campos como materiales compuestos, biomedicina y tecnología de alimentos [30]. De igual forma, se está explorando su potencial en la producción de bioetanol y otros biocombustibles [31].

Por otra parte, en 2010 la Organización Internacional de Estandarización (ISO) definió el término nanotecnología como “el control de la materia a la escala nanométrica ($<100nm$), de por lo menos una de sus dimensiones ($0D$, $1D$, $2D$ o $3D$)” [32]. Además, a esta escala, la materia exhibe propiedades únicas, lo que posibilita innovaciones disruptivas y aplicaciones previamente impensables [33]. En el campo de la nanocelulosa, se emplean dos enfoques principales para su producción: los procesos Bottom-up y Top-down.

El enfoque bottom-up implica la construcción de nanocelulosa a partir de componentes moleculares o atómicos básicos. Este método aprovecha el autoensamblaje y otros procesos de ensamblaje molecular para crear estructuras nanocelulósicas a partir de precursores más pequeños. Por otro lado, el método Top-down se centra en la reducción de materiales celulósicos de mayor tamaño para obtener nanocelulosa. Cada enfoque presenta sus propias ventajas y desventajas, y la selección entre ellos se basa en los requisitos particulares de la aplicación y los recursos disponibles. [34].

Un caso ejemplar de estas innovaciones es la celulosa, gracias a que está compuesta por numerosas fibrillas de nanocelulosa dispuestas de manera jerárquica y unidas por una matriz amorfa [35] cómo se observa en la **Figura 3**. Esta característica define su estructura única, la cual es fundamental para sus propiedades sobresalientes [36], sin embargo, para que un material se clasifique como nanocelulosa, debe presentar al menos una dimensión en el rango nanométrico, es decir, entre 1 y 100 nm. Esto permite que la estructura fractal de la celulosa se exprese en diversas escalas de longitud, lo que mejora la resistencia del material con un diseño eficiente. De tal manera, el interés en las fibras naturales y los compuestos basados en nanocelulosa ha crecido debido a su potencial para desarrollar materiales funcionales avanzados y su capacidad para servir como fuentes sostenibles de nanomateriales. [37].

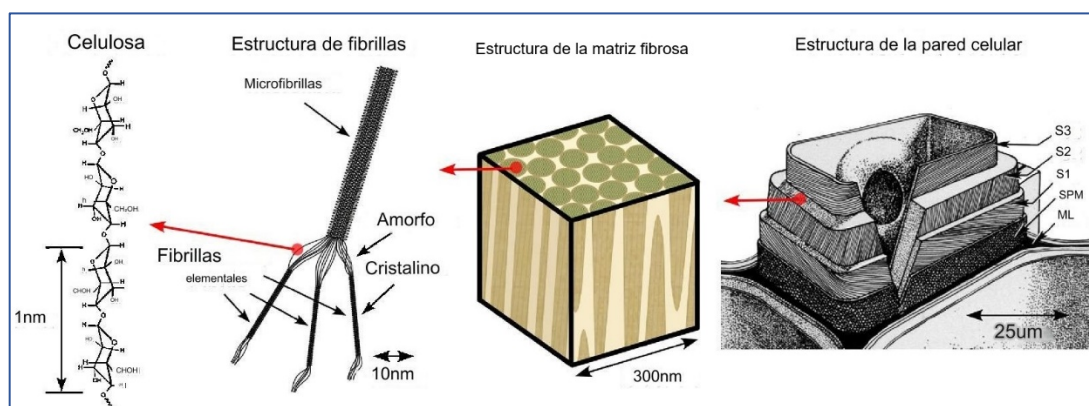


Figura 3. Diagrama que ilustra la configuración del sistema matriz/fibra y la organización jerárquica de la nanocelulosa. (Adaptado de [3]).

En contraste, la clase de nanocelulosa está determinada por la fuente de origen y el procedimiento de extracción empleado, lo que da lugar a tres tipos principales: cristales de nanocelulosa (CNC), fibras de nanocelulosa (NFC) y nanocelulosa bacteriana (BNC) (ver **Figura 4**). De este modo, la categorización de la nanocelulosa permite entender sus diversas propiedades y seleccionar la aplicación más adecuada para cada tipo. Por ejemplo, los CNC, poseen una forma alargada similar a granos de arroz. Este patrón de nanocelulosa se define como cristales alargados, denominados: “whiskers”; como resultado, estos se originan de la eliminación de la fase amorfa que une las fibrillas o nanofibras. De manera similar, las NFC presenta nanofibras entrelazadas con regiones

tanto amorfas como cristalinas, con una variación en su diámetro de 10 - 40 nm y longitudes superiores a 1000 nm, exhibiendo una morfología similar a pequeños tubos y siendo las más empleadas. Por otro lado, la NCB, producida por microorganismos, fue descrita inicialmente por Adrian J. Brown en 1886 como "una membrana gelatinosa translúcida que se desarrolla en la superficie del medio de cultivo". Esta sustancia es generada con mayor eficacia por ciertos organismos procariotas, verbi gratia *Gluconacetobacter xylinus* [38].

Sin embargo, se ha descubierto un nuevo tipo de nanocelulosa, llamado láminas de nanocelulosa (NCL), que se caracterizan por tener un espesor menor a 100 nm (Ver **Figura 4**), compuesto de nanofibras entrelazadas para formar "tapetes". Estas estructuras descritas recientemente, han demostrado tener ventajas significativas con respecto a la nanocelulosa tradicional [4], [5].

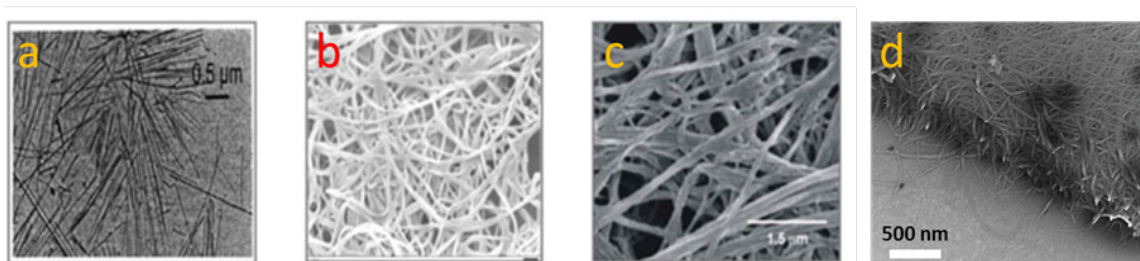


Figura 4. Imágenes de tipos de nanocelulosa mediante microscopía electrónica:

- a) cristales de nanocelulosa, b) nanocelulosa bacteriana, c) fibras de nanocelulosa y d) láminas de nanocelulosa (Tomado de [4], [5]).

En termino generales las NCL, estructuralmente se componen de unidades repetidas de glucosa enlazadas por enlaces $\beta(1 \rightarrow 4)$, formando largas cadenas lineales. Estas cadenas se agrupan mediante enlaces de hidrógeno y fuerzas de Van der Waals, otorgándoles una alta cristalinidad y rigidez. Además, las nano láminas presentan una notable capacidad de adsorción de agua y otras moléculas debido a la abundancia de grupos hidroxilo en su superficie [39], [40].

Por estas razones, las láminas de nanocelulosa han emergido como materiales de gran relevancia en diversas aplicaciones científicas e industriales, debido a sus excepcionales propiedades mecánicas y sostenibilidad. Por el contrario, la producción de nanoláminas

de celulosa de alta calidad a escala industrial sigue siendo un desafío, a pesar de que se están desarrollando métodos más eficientes para abordar esta problemática [41], [42].

5.4 Métodos de extracción de la nanocelulosa

En la actualidad, las investigaciones se han centrado en optimizar la extracción de celulosa y explorar nuevas fuentes para reducir la dependencia de la madera y el impacto ambiental. No obstante, la extracción de nanocelulosa es un proceso complejo que varía según el tipo de nanocelulosa deseado (Ver **Tabla 1**); Asimismo, el grado de cristalinidad de la celulosa varía según el tipo y la fuente de origen de la celulosa [42], [43].

Tabla 1. Tamaño promedio, fuentes y preparación de las diversas nanomorfologías de celulosa (Adaptado de [7]).

Nanomorfología	Técnica	Fuente	Diámetro (Ø) y Longitud (L)	Preparación
Nanofibras de celulosa (CNF)	“Top-down”	Madera, algodón, cáñamo, remolacha, etc.	Ø: 5 - 60 nm L: varios micrómetros	Desfibrilación de pulpa de mediante tratamiento mecánico antes y/o después de procesos químicos (y/o enzimáticos)
Nanocelulosa bacteriana (BNC)	“Bottom-up”	Azúcares y alcoholes de bajo peso molecular	Ø: 20–100 nm L: 100 nm a varios micrómetros	Sintetizado por bacterias
Nanocristales de celulosa (CNC)	“Top-down”	Algas, bacterias, lino, paja, tubérculos, tunicados, etc.	Ø: 5–70 nm L: 100 nm a varios micrómetros	Tratamiento químico en forma de hidrólisis ácida de celulosa (o hidrólisis asistida por enzimas)

Los métodos top-down para la obtención de nanocelulosa del sargazo implican técnicas que descomponen la celulosa de su forma original. Según un estudio reciente de Lee et al. (2023), se emplearon métodos de oxidación con TEMPO para transformar la celulosa extraída del sargazo en nanofibras, lo que mejoró significativamente sus propiedades de dispersabilidad y funcionalidad [44]. En otro trabajo de Doh et al. (2020), se exploró la extracción de nanocelulosa utilizando métodos de homogeneización a alta presión, obteniendo nanofibras de celulosa que presentan características prometedoras para diversas aplicaciones en materiales compuestos [45].

En el contexto de los métodos bottom-up, estos se centran en la síntesis de nanocelulosa a partir de unidades más pequeñas. Recientemente, Castañeda et al. (2022) investigaron la utilización de celulasas para descomponer la celulosa presente en el sargazo, generando nanofibras de celulosa que demostraron ser más eficientes en términos de consumo energético y tiempo de procesamiento [46]. Además, Fernando et al., (2020) mostraron un enfoque innovador mediante técnicas electrocinéticas, que no solo mejoran la eficiencia del proceso, sino que también resultan en una producción más sostenible de nanocelulosa [47].

A causa de lo mencionado antes, se ha observado que las suspensiones producidas por hidrólisis con ácido sulfúrico (H_2SO_4) son más estables, como resultado de la introducción de grupos sulfato en la superficie de las partículas que genera una carga negativa; que produce una repulsión entre las partículas, lo que evita la floculación o aglomeración [48], [49]. En consecuencia, las nanofibras de celulosa obtenidas con H_2SO_4 se encuentran orientadas al azar en medio acuoso, pero a medida que se aumenta la concentración adoptan orden de corto alcance, donde se aprecia un alineamiento minimizando las interacciones electrostáticas [50].

La **Tabla 2** presenta diversos métodos para la obtención de nanocelulosa, destacando la necesidad de pretratamiento y las grandes cantidades de ácido sulfúrico concentrado requeridas.

Tabla 2. Nanocelulosa de *Sargazo* obtenida mediante métodos de hidrólisis ácida.

Fuente	Pretratamiento	Hidrólisis con H ₂ SO ₄	Dimensiones Ø (nm)	Referencia
<i>S. natans I, S. natans VIII y S. fluitans III</i>	CH ₃ CO ₂ H, NaOH H ₂ O ₂ , HCl, KOH, NaClO	51 %, 45 °C, 60 min	≤ 100	[51]
<i>Sargazo fluitans</i>	CH ₃ OH, CH ₃ COONa, CH ₃ COOH, NaClO ₂ , NaOH, HCl	3 N (~40 ml), 80 °C, 10 min	14 – 26	[52]
<i>Sargazo fluitans</i>	CaCl ₂ , C ₃ H ₈ O ₃ , (C ₆ H ₇ NaO ₆) _n , (C ₆ H ₈ O ₆) _n , C ₆ H ₁₀ O ₇	51%, 45°C, 30 min	43.06 ± 8.94	[45]
<i>Sargazo natans</i>	HCl, KOH, NaClO, CH ₃ COOH, H ₂ O ₂	51 %, 45 °C, 30 min	26	[53]

Sin embargo, existe un método alternativo conocido como el proceso de extracción en "seco", que se detalla en este trabajo. Este proceso consiste en el tratamiento mecánico de la biomasa liofilizada y, a diferencia de los métodos convencionales, no requiere un tratamiento químico previo para separar completamente los componentes de la biomasa (matriz y fibra). Los materiales extraídos de la matriz mediante este método presentan propiedades superiores en comparación con los obtenidos con métodos tradicionales. Como resultado, este procedimiento permite el aislamiento de nanoláminas de celulosa (NCL) con un espesor de 80 nm, abriendo nuevas oportunidades de investigación en el campo de la nanocelulosa, como se menciona en los estudios de Chávez et al. (2017). El método mencionado se probó inicialmente con *Agave salmiana* [54], [55]. A pesar de ello, ya se ha logrado generalizarlo utilizando otras fuentes de biomasa nativa, como residuos de azúcar de caña y desechos del proceso de elaboración de la cerveza (BSG).

5.5 Propiedades de la nanocelulosa

Algunos métodos permiten la funcionalización de la nanocelulosa durante el proceso de extracción, lo que es beneficioso para aplicaciones que requieren propiedades específicas. En cambio, estas varían según el método de extracción, temperatura y material de origen. En particular, la alta cristalinidad de la nanocelulosa, muestra gran resistencia a la tracción, un buen porcentaje de transmitancia, grandes valores de área superficial, además de la rigidez combinada con el bajo peso y la biodegradabilidad; a diferencia de otros materiales, la nanocelulosa es biodegradable y su degradación no genera subproductos tóxicos, lo que contribuye a la sostenibilidad y al respeto por el medio ambiente [56].

Aun cuando es fundamental reconocer que la celulosa presenta propiedades excepcionales, que pueden ser drásticamente mejoradas al ser procesada a la escala nanométrica (Ver **Tabla 3**). Esta optimización se debe a varios factores críticos relacionados con las características inherentes a los nanomateriales, como el aumento de la relación superficie-volumen, la mayor reactividad química y la mejora en la alineación estructural, que conjuntamente potencian sus propiedades mecánicas, ópticas y funcionales. Por lo tanto, la nanocelulosa ofrece beneficios únicos que no se pueden igualar con la microcelulosa, cuyo tamaño micrométrico limita sus propiedades y aplicaciones, como se expone en la **Tabla 3**.

Tabla 3. Comparativa de propiedades de la celulosa acuerdo a su escala (Tomada de [8]).

Propiedad	Modificación en comparación con la microescala	Razón	Mercado
Área superficial específica	Enorme aumento	Nanoescala y alta relación superficie-volumen	Papel y cartón, compuestos, embalajes, productos farmacéuticos, membranas, hidrogeles y aerogeles

Rigidez	Mejora	Reducción de defectos	Compuestos, embalajes, papel y cartón
Relación de aspecto	Amplia gama	Diferentes técnicas de preparación	Compuestos
Propiedades térmicas	Menor coeficiente de expansión térmica	Cristalinidad y capacidad de formar una red densa	Electrónica y sensores
Propiedades Reológicas	Alta viscosidad de la suspensión y comportamiento de adelgazamiento por cizallamiento	Alta superficie específica, alta densidad de grupos hidroxilo superficiales	Alimentación, cosmética, petróleo, construcción, pinturas, revestimientos, tintes, papel y cartón
Propiedades ópticas	Transparencia e iridiscencia	Nanoescala, morfología en forma de bastón y birrefrigeria	Electrónica, embalaje, papel, patrimonio cultural, cosmética, revestimientos y tintas
Propiedades de barrera	Mejora en condiciones secas	Nanoescala, cristalinidad y capacidad de formar una red densa	Embalaje
Funcionalización	Amplia gama	alta densidad de grupos hidroxilo superficiales	Compuestos, filtración, biomédica e higiene

Una de las características más destacadas de la celulosa en la nano escala, es su notable capacidad de modificación superficial, lo que permite ajustar y optimizar sus propiedades para aplicaciones específicas. Esta flexibilidad en la modificación se debe a la estructura química de la celulosa, que contiene numerosos grupos hidroxilo reactivos (OH^-) en su superficie. La nanocelulosa también posee una alta área superficial específica que puede alcanzar hasta $400 \text{ m}^2/\text{g}$, lo que le permite una mayor capacidad de interacción con otras sustancias, facilitando aplicaciones en la adsorción y en la catálisis [57].

Asimismo, se ha observado que las nanoláminas de celulosa son eficaces como barreras contra gases, como: O_2 (oxígeno) y CO_2 (dióxido de carbono). Su estructura densa y cristalina limita la permeabilidad de estos gases, lo cual es crucial para la conservación de alimentos y productos sensibles a la oxidación. Estudios han demostrado que los films de nanocelulosa pueden reducir significativamente la permeabilidad al oxígeno en comparación con los polímeros convencionales [58], [59].

En términos de propiedades térmicas, exhiben excelentes propiedades térmicas, permitiendo una baja expansión térmica y una alta resistencia a las variaciones de temperatura, llegando a ser estable a temperaturas de hasta $250^{\circ}C$ y poseyendo una baja conductividad térmica; lo que la hace adecuada para aplicaciones de aislamiento [60].

Investigaciones han demostrado que las nano láminas de celulosa cristalina presentan una conductividad térmica en el rango de 0.1 a $0.5\text{ W/m}\cdot\text{K}$, este valor es considerablemente bajo en comparación con otros materiales, lo que destaca su potencial como un excelente material aislante térmico [59], [61]. Aunque es un aislante eléctrico por naturaleza, puede ser combinada con materiales conductores para crear nanocompuestos con propiedades eléctricas personalizadas, útiles en sensores y dispositivos electrónicos [62].

Como se mencionó en capítulos anteriores, la nanocelulosa es un material conocido por sus destacadas propiedades físicas, químicas y mecánicas. Entre sus características más sobresalientes se encuentra su excepcional resistencia mecánica. Estas propiedades mecánicas pueden fluctuar en función del tratamiento de purificación y del tipo de nanocelulosa. Por ejemplo, la aplicación de un tratamiento con hipoclorito de sodio ($NaOCl$) e hidróxido de sodio ($NaOH$) puede resultar en una duplicación de los valores de resistencia a la tracción en comparación con el material que no ha sido sometido a este tratamiento [63], [64]. Al eliminar las impurezas, se mejora significativamente la interacción entre las nanofibras, lo que resulta en propiedades mecánicas superiores. Un factor crucial en estas propiedades es el porcentaje de cristalinidad de la nanocelulosa, ya que una mayor cristalinidad generalmente conduce a una mayor resistencia y rigidez. Debido a estas características mejoradas, la nanocelulosa se utiliza ampliamente para reforzar diversos materiales nanoestructurados, optimizando su rendimiento en aplicaciones avanzadas [58].

No obstante, la nanocelulosa exhibe una resistencia a la tracción extremadamente alta, que supera a muchos materiales tradicionales; lo que la hace ideal para aplicaciones que requieren materiales ligeros pero fuertes, como compuestos y materiales de construcción. Esta resistencia se debe a su estructura nanométrica y a la alta cristalinidad de las fibrillas, las cuales forman una red de enlaces de hidrógeno muy fuerte [65]. Estudios han demostrado que la región cristalina de la nanocelulosa puede tener una resistencia a la tracción (R_m) de hasta 10 GPa y un módulo elástico (E) entre 130 - 150 GPa, comparable a la del acero, pero con una densidad mucho menor [66].

En pocas palabras, estas láminas se destacan por resistencia mecánica y rigidez, proporcionando una robustez estructural superior y funcionales sin degradación significativa. Esta resistencia mecánica se complementa con su baja densidad, lo que permite el diseño de productos ligeros y de alto rendimiento sin sacrificar la fortaleza estructural y la calidad del material, esencial en industrias como la aeroespacial y la automotriz [58].

Análogamente, un artículo publicado recientemente, destaca cómo la alineación controlada de las nanofibrillas en las películas de nanocelulosa puede optimizar aún más su transparencia y propiedades mecánicas. Este avance tecnológico permite el desarrollo de películas que no solo son altamente transparentes, sino también excepcionalmente fuertes y flexibles [67].

5.5.1 Propiedades ópticas

En particular, las investigaciones han demostrado que una característica destacada de las películas de nanocelulosa es su transparencia óptica, la cual puede aproximarse a un 90% de claridad en el espectro visible [68], [69]. Esta alta transparencia se debe a la estructura nanométrica de las fibrillas de celulosa, que dispersan mínimamente la luz visible. Además, la nanocelulosa presenta una baja absorción de luz en el rango visible, lo que contribuye a su alta transparencia [70]. En otras palabras, El principal factor responsable de la transparencia en las películas de nanocelulosa es el denso empaquetamiento de las nanofibras, cuya estructura presenta intersticios tan diminutos que impiden la dispersión de la luz.

Sin embargo, las características ópticas de las películas de nanocelulosa están significativamente afectadas por el proceso de fabricación, ya que este determina la microestructura de las películas. En particular, las técnicas de filtración lenta, secado y compresión tienden a producir películas más densas, las cuales, en lugar de ser ópticamente transparentes, resultan ser translúcidas; Esto se debe a que la estructura resultante provoca una mayor dispersión de la luz superficial [71].

De igual manera, esto proporciona la posibilidad de ajustar su índice de refracción mediante tratamientos térmicos y químicos. Esta capacidad permite personalizar las propiedades ópticas de las películas para diferentes aplicaciones; lo cual es esencial para el diseño de dispositivos ópticos avanzados. Debido a que estas películas mantienen sus propiedades ópticas bajo diferentes condiciones ambientales, incluyendo variaciones de temperatura y humedad, lo que las hace adecuadas para entornos diversos[72].

Del mismo modo, la NCL en forma de películas, presenta una serie de propiedades ópticas excepcionales que la hacen ideal para diversas aplicaciones tecnológicas avanzadas. Una de las características más destacadas de estas películas es su alta transparencia, la cual puede ser comparable o incluso superior a la del vidrio, alcanzando una transmitancia de luz de hasta el 90%, en el rango de longitud de onda de 400nm (Ultravioleta A) hasta 800nm (Visible), como se observa en la **Figura 5**; a causa de su estructura altamente ordenada y a la mínima dispersión de luz que presentan [71].

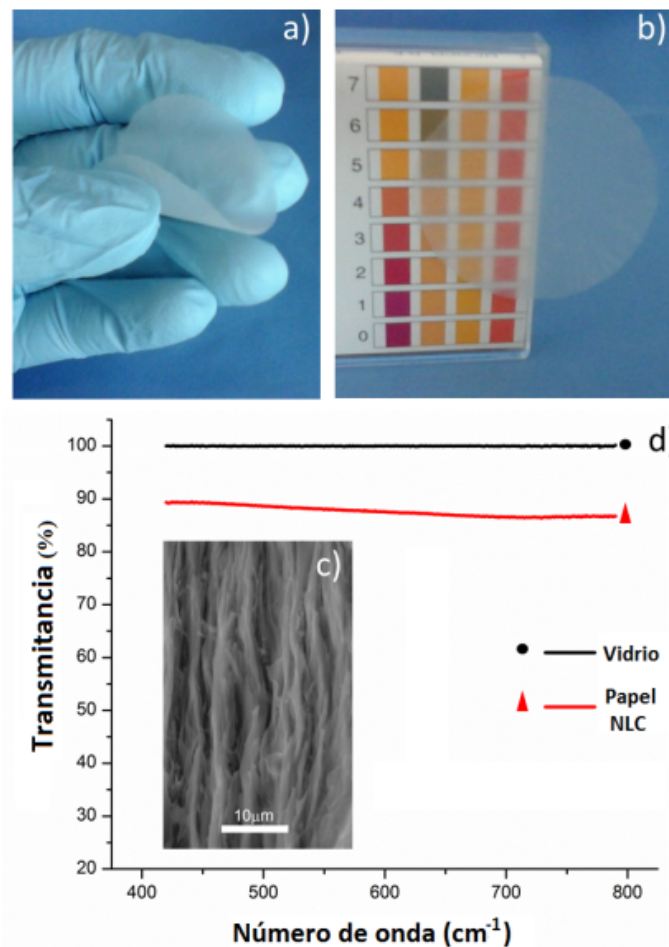


Figura 5. Fotografía digital de la película formada por nanocelulosa laminar (a-b). Imagen de microscopia electrónica, de las láminas que componen la película (c). En (d) se muestra la transmitancia comparada entre el vidrio y la película de NLC.

Además de su alta transparencia, la NCL exhibe una baja opacidad, lo que la hace adecuada para aplicaciones donde se requiere una alta claridad óptica, como en pantallas flexibles y empaques ópticamente transparentes. Su bajo índice de dispersión de luz mejora el rendimiento en aplicaciones ópticas, reduciendo el deslumbramiento y mejorando la calidad de la imagen en dispositivos ópticos [71].

5.6 Aplicaciones de la nanocelulosa

La nanocelulosa es un material altamente versátil con aplicaciones en diversas áreas, destacando por su sustentabilidad, reciclabilidad y seguridad no tóxica [73]. Debido a estas características, se ha impulsado su producción a gran escala, con un enfoque en aplicaciones ecológicas. Por ello, es usado ampliamente en materiales compuestos, papel y cartón de alta resistencia, productos biomédicos y como agente espesante en alimentos y cosméticos [60], [68].

En biomedicina, la nanocelulosa es empleada para sistemas de liberación controlada de medicamentos y como andamios para la ingeniería de tejidos, debido a su biocompatibilidad y estructura porosa. Además, su gran área superficial la hace útil en aplicaciones de adsorción, catálisis y sensores [59].

En el campo de la óptica, su resistencia, transparencia y capacidad para ajustar el índice de refracción la convierten en un material prometedor para pantallas flexibles, ventanas y dispositivos optoelectrónicos. Su birrefringencia la hace ideal para aplicaciones ópticas avanzadas, como filtros de polarización [74].

En la industria automotriz, compañías como Volkswagen y Ford ya han incorporado nanocelulosa en sus procesos productivos. Volkswagen, con la ayuda del Open Hybrid LabFactory (OHLF), ha utilizado nanocelulosa en paneles de puertas y tableros de instrumentos, logrando reducir el peso de los vehículos y mejorando la eficiencia del combustible. Además, la empresa está explorando la posibilidad de sustituir el cuero por nanocelulosa, utilizando celulosa pura derivada de materias primas naturales. Esto no solo redefine la sostenibilidad en la fabricación de materiales, sino que también promueve el reciclaje, ya que este material es compostable. Ford, por su parte, ha integrado nanocelulosa en compuestos poliméricos para estructuras interiores, lo que ha resultado en componentes más ligeros y resistentes al desgaste. Asimismo, empresas como Birla Carbon y GranBio Technologies han desarrollado la mezcla maestra NDC™, que

incorpora nanocelulosa en compuestos de caucho para mejorar la resistencia de los neumáticos y reducir el consumo de combustible [75], [76].

En la industria aeronáutica, tanto Boeing como Airbus están utilizando nanocelulosa en componentes estructurales. Boeing ha aplicado este material en alas y fuselajes, logrando una significativa reducción de peso sin comprometer la resistencia estructural; explorado el uso del 50% en materiales compuestos, como se muestra en la **Figura 6**. Lo que mejora la eficiencia del combustible y reduce las emisiones de CO₂. Airbus ha seguido un camino similar, aplicando nanocelulosa en secciones del fuselaje y superficies de control, lo que ha mejorado la resistencia a impactos y deformaciones [6], [77].

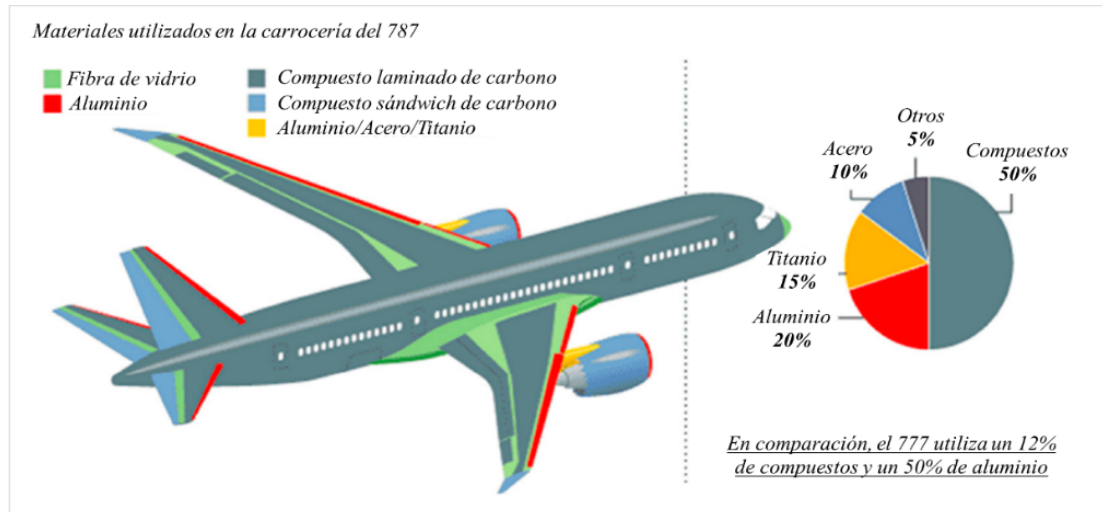


Figura 6. Distribución general de materiales compuestos utilizados en aviones Boeing 787 (Adaptada de [6]).

En el sector de empaques, la empresa Melodea ha desarrollado materiales a base de nanocelulosa, como MelOx™ y VBcoat™, que proporcionan barreras contra oxígeno, agua, aceite y grasa. Estos materiales están diseñados para sustituir plásticos y aluminio en empaques biodegradables y reciclables, siendo una solución ecológica aprobada por la FDA para su uso en alimentos [78].

En el ámbito energético, la nanocelulosa se está utilizando en celdas solares por su transparencia y capacidad para formar películas delgadas, así como en electrodos para

supercondensadores y baterías debido a su alta superficie específica y capacidad de adsorción, contribuyendo a tecnologías sostenibles y con menor impacto ambiental [79]. Adicionalmente, debido a su baja conductividad térmica, es un buen aislante térmico, ideal para materiales de embalaje y revestimientos de edificios. Esta combinación de propiedades prácticas y ambientales destaca el potencial de la nanocelulosa para revolucionar múltiples industrias [80].

Estos ejemplos industriales resaltan el potencial de la nanocelulosa para transformar procesos productivos, reducir el peso de los materiales, mejorar la eficiencia energética y ofrecer alternativas ecológicas a los materiales tradicionales, posicionándose como un material clave en la transición hacia una economía más sostenible [59].

6 Técnicas experimentales

6.1 Materiales y métodos

6.1.1 Materiales

El *Sargassum spp.* fue colectado en la costa de Puerto Morelos en Quintana Roo, México (**Figura 8 a**). Se usó ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 98%, peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30% y los pellets de hidróxido de sodio (NaOH) de grado reactivo. Se utilizó agua desionizada con una resistividad de $18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$. Asimismo, se empleó microcelulosa comercial de $20 \mu\text{m}$, de la marca Sigma-Aldrich; Esta muestra fue nombrada MCC20 y fue usada como estándar para comparar los resultados.

6.1.2 Método de extracción de microfibras

Se colocaron 100g de *Sargazo spp* en un vaso de precipitados, añadiendo 10 ml de agua destilada por cada gramo de material. La mezcla se mantuvo a una temperatura constante de 60°C durante una hora. Luego, el material restante se pasó a través de un tamiz y se lavó tres veces con agua desionizada a 25°C . Posteriormente, el sargazo se secó en una estufa a 40°C durante 48 horas. Por último, el material seco se molió durante 2 minutos y se tamizó utilizando un tamiz estándar #50 para obtener el polvo de sargazo; esta muestra se le denominó **Control**.

6.1.3 Método de extracción de nanocelulosa

- Paso 1: Para aislar la nanocelulosa, se agregaron 100 mL de H_2O_2 (30%) a una botella de vidrio de 500 mL, que previamente se esterilizó en la autoclave. Se calentó a 70°C , luego se agregaron 5 g de polvo de sargazo bajo agitación constante, estas condiciones se mantuvieron durante 60 min, esta muestra se denomina Sar- H_2O_2 .
- Paso 2: Seguidamente se adicionaron 3 ml de H_2SO_4 a 47 ml de H_2O_2 (30%) en un matraz cónico, la mezcla se mantuvo a temperatura ambiente por 5 min, posteriormente

esta mezcla se agregó al frasco de vidrio con el Sar- H_2O_2 , y se mantuvo en agitación constante durante 60 min a 70°C .

- Paso 3: Luego, la botella de vidrio con la mezcla (Sar- H_2O_2 - H_2SO_4) se mantuvo dentro de una autoclave, y se calentó por 60 min una vez que la temperatura alcanzó los 110°C y 0.5 Psi.

Finalmente, se apagó la autoclave y se extrajo la botella de vidrio una vez que la temperatura descendió a 70°C . La muestra se filtró al vacío y luego se añadieron 100 ml de agua al sólido restante y se neutralizó con gránulos de NaOH. Por último, la muestra se filtra una vez más y el gel residual (Sar- H_2O_2 -Ácido) se deposita en un recipiente para obtener películas delgadas por el método de colada-evaporación con un espesor de $\approx 40\ \mu\text{m}$. Cabe señalar que, todas las muestras se realizaron por triplicado y los resultados se muestran como promedio.

6.1.4 Métodos de caracterización

6.1.4.1 Análisis termogravimétrico (TGA)

Las propiedades térmicas de las tres muestras se estudiaron utilizando un analizador termogravimétrico, SDT Q600 TA Instruments. Una bandeja de aluminio con 10 g de la muestra se expuso a una atmósfera de aire a través de un rango de temperatura de 25 a 900 °C y una velocidad de calentamiento de 10 °C min⁻¹.

6.1.4.2 Resonancia magnética nuclear (RMN)

La caracterización mediante resonancia magnética nuclear (RMN) se llevó a cabo en un espectrómetro Bruker 500MHz modelo Avance III, equipado con una sonda sólida que opera en el ángulo mágico y utiliza rotores de circonio de 4 mm equipados con tapas de turbina Kel-F. Las muestras de celulosa se empaquetaron en los rotores y se centrifugaron a 10 kHz. Los experimentos de polarización cruzada de ¹³C se adquirieron a 125.55 MHz y los espectros se referenciaron externamente al estándar adamantano (δ38.5 ppm). Las condiciones de optimización de Hartmann-Hahn se lograron estableciendo tiempos de contacto a potencias CP de 62 y 85 Watts para los canales de protones y carbono, respectivamente.

6.1.4.3 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Las muestras se analizaron utilizando un espectrómetro FTIR Thermo Nicolet 6700 equipado con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR). La muestra seca se colocó sobre un cristal de diamante y los espectros se adquirieron en un rango de longitud de onda de 4000 a 400 cm⁻¹, con una resolución espectral de 4 cm⁻¹.

6.1.4.4 Espectrofotometría ultravioleta y visible (UV-Vis)

La transmitancia se obtuvo con un espectrofotómetro UV-Vis-NIR Agilent Cary 5000 equipado con una esfera integradora utilizando el puerto de transmisión y el aire como línea de base. También se analizó como referencia un portaobjetos de vidrio.

6.1.4.5 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

La morfología de las muestras se estudió mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM) usando un equipo Hitachi UHR Cold-Emission FE-SEM SU8020, las muestras se observaron empleando voltajes de 1kV a 5 kV, con una distancia de trabajo de 5 mm.

6.1.4.6 Microscopia de barrido láser (LSM)

También se utilizó un microscopio confocal de barrido por láser (LSM), con un equipo Zeiss LSM 700 con láser de 405 nm. Cada imagen está conformada por 150 láminas con resolución de 512x512 píxeles, todas se obtuvieron a una magnificación de 100x.

7 Resultados y Discusión

En los capítulos anteriores, se ha detallado la preparación del S-NCL con el objetivo de evaluar sus propiedades mediante técnicas avanzadas de caracterización. Las muestras preparadas serán sometidas a un riguroso análisis utilizando una serie de métodos que han sido previamente explicados en este documento.

En primer lugar, en el análisis termogravimétrico (TGA) realizado a todas las muestras (**Figura 7**) se identificó una pequeña pérdida de masa en el rango de 80 °C a 220 °C. Esta pérdida se atribuye a la evaporación de compuestos volátiles y al agua ligada a las fibras del material, como se exhibe en el estudio de S. Murugesan et al. (2024), [53]. En las muestras Control y Sar-H₂O₂, se observan tres pendientes en el intervalo de 220 °C a 390 °C y de acuerdo a la investigación realizada por Doh et al. (2020), [16], confirman que la mayor pérdida de masa se produce en ese rango, debido a la degradación de celulosa y alginatos. Mientras que en la muestra Sar-NCL solo se detecta celulosa. La mayor pérdida de masa se registra en el rango de 220 °C a 390 °C, lo cual se asocia a la descomposición inicial de los polisacáridos presentes.

Adicionalmente, entre 390 °C y 560 °C, se evidencia un segundo paso de descomposición, correspondiente a la degradación de los productos generados en la primera etapa de descomposición, tales como furfural, furano, ácido acético y compuestos fenólicos, como señala el análisis desarrollado por A. Lakshmanan et al. (2022), [81]. La presencia de fucoidanos se detecta a temperaturas superiores a 560 °C y hasta 730 °C, conforme a lo demostrado previamente por R. Li et al. (2023), [82].

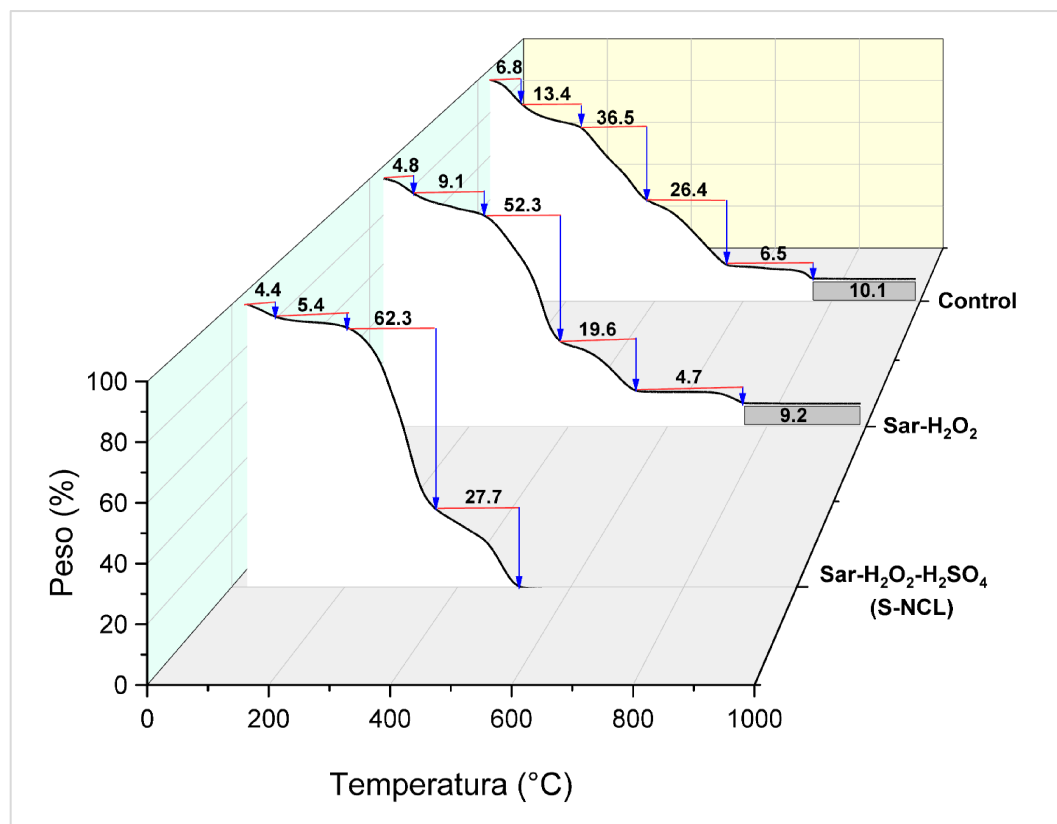


Figura 7. Temperatura de descomposición de los elementos celulósicos y no celulósicos presentes en las muestras.

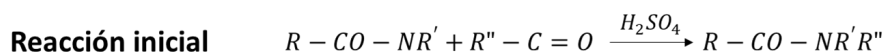
Los resultados obtenidos evidencian que los fucoidanos, la celulosa, las proteínas y los alginatos persisten en las muestras incluso después de un lavado con agua caliente (Control). Esto sugiere la necesidad de un pretratamiento más agresivo para su eliminación completa. Además de eso, la muestra Control presenta una mayor cantidad de agua libre (6.8%) en comparación con las demás muestras. Esta diferencia se atribuye a la diversidad de compuestos orgánicos e inorgánicos presentes en la materia prima, lo que a su vez respalda las variaciones observadas en el TGA.

Aunque los fucoidanos pueden ofrecer beneficios bioactivos, su presencia en cantidades significativas podría alterar las propiedades mecánicas de la nanocelulosa, reduciendo su resistencia o estabilidad estructural, lo cual no sería deseable en aplicaciones que requieren materiales con alta rigidez o resistencia. Complicando el procesamiento de la

nanocelulosa, ya que su estructura química podría interferir con la uniformidad del material o con los tratamientos térmicos necesarios para fabricar ciertos productos.

En cambio, la ausencia de compuestos como furfural, ácido acético, fenoles, y otros subproductos de la degradación en la nanocelulosa ofrece varias ventajas importantes tanto en aplicaciones industriales como medioambientales. Al eliminar estos compuestos, la nanocelulosa tiene un perfil térmico más estable, permitiendo que sea procesada a temperaturas más altas sin sufrir una descomposición prematura.

En contraste, los resultados de RMN de carbón presentados en la **Figura 8** revelan detalladamente la estructura química de las muestras analizadas. Por ende, se ha determinado que el pico a 31 ppm corresponde a las proteínas presentes en el sargazo, conforme a lo reportado por Arnold et al. (2015), [83]. La región de los carbohidratos, particularmente de la celulosa, se encuentra entre 60 y 110 ppm. Las señales correspondientes a las regiones amida y carbonilo, usualmente ubicadas entre 160 y 180 ppm, no están presentes tras la hidrólisis, lo que sugiere su eliminación durante este proceso, como se puede apreciar en su esquema de reacción química:



Por consiguiente, basado en la estructura molecular de la celulosa, se pueden identificar claramente los picos característicos de los carbonos C1 a C6, situados entre 60 y 110 ppm [83], [84]. Donde, el carbono C1 aparece típicamente a 106.2 ppm, mientras que el doblete de C4 se observa a 89 ppm (cristalino) y 85 ppm (amorfo). Los picos correspondientes a C2, C3 y C5 se encuentran en el rango de 72 a 75 ppm. Finalmente, el carbono C6 se identifica alrededor de 64 ppm, mostrando un doble pico distintivo.

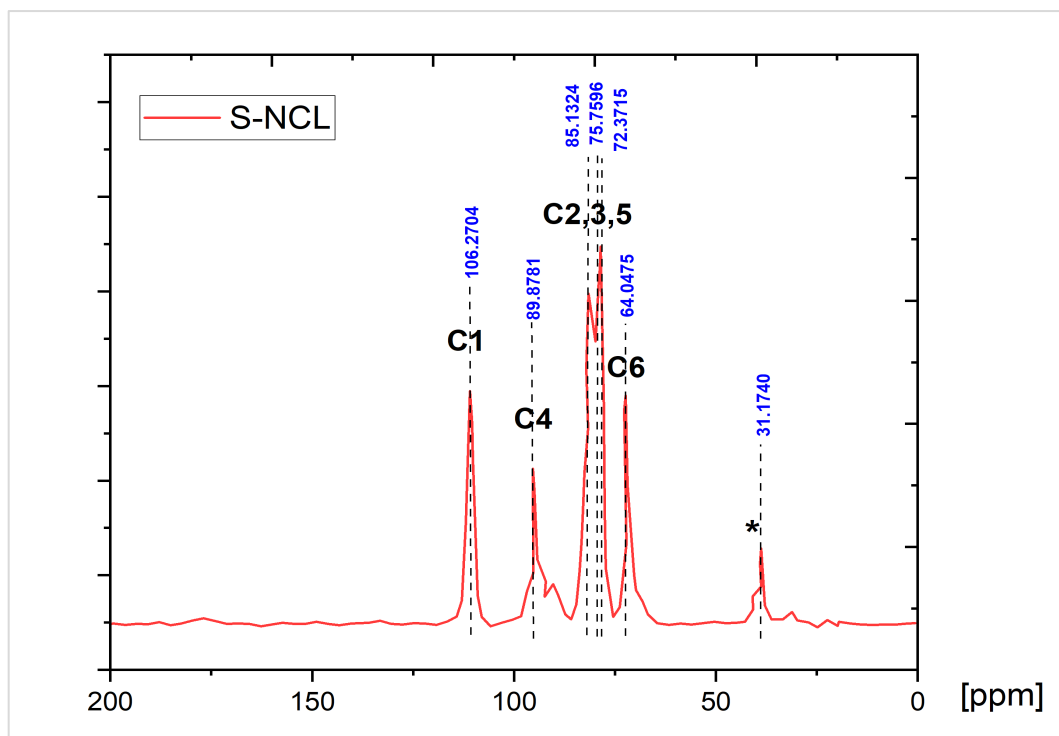


Figura 8. Gráfica de resonancia magnética nuclear de carbono (RMN) de S-NCL.

Conforme a ello, los picos observados en la **Figura 9**, están claramente definidos, lo que sugiere una extracción eficiente de celulosa. Es relevante destacar que la mayoría de los estudios recientes no abordan la celulosa en combinación con otros polisacáridos, ya que este biopolímero no suele ser el objetivo principal en la extracción de algas pardas. En cambio, el alginato, la laminarina y los fucoidanos son los compuestos de mayor interés debido a sus aplicaciones predominantes en la medicina, la industria alimentaria y la cosmética, conforme a los reportes de Mensah et al. (2023) y Decheng Bi et al. (2022), [85], [86]. A pesar de ello, la celulosa ha demostrado potencial en la fabricación de plásticos de origen biológico, aunque enfrenta desafíos regulatorios significativos, particularmente en aplicaciones de empaques y productos que entran en contacto directo con alimentos [87], [88].

Aunado a lo anterior, el espectro de FTIR (**Figura 9**) de S-NCL muestra una banda fuerte correspondiente a la vibración de estiramiento de OH y NH (proteína), que se puede encontrar entre $3282 - 3338 \text{ cm}^{-1}$, mientras que las bandas en 2852 cm^{-1} y 2922 cm^{-1} están asociados con la vibración de estiramiento CH de los grupos metilo y metileno. Las bandas

de 1722 cm^{-1} y 1625 cm^{-1} pertenecen a los grupos carboxilatos debido al C=O y N-H de las proteínas respectivamente, asociadas a una vibración de estiramiento de enlace; doble en el caso del carbonilo y sencillo en el grupo hidroxilo. Por contraste, las bandas ubicadas en 1053 cm^{-1} y 1160 cm^{-1} están relacionadas con el modo de estiramiento y flexión asimétrico C-O-C del grupo éter. Asimismo, la banda de 898 cm^{-1} está asociada con el enlace glucosídico, formado gracias a un enlace covalente entre un grupo hidroxilo (-OH) de un monosacárido y el carbono anomérico. Por último, la banda de 663 cm^{-1} exhibe la presencia del NaOH corresponde a la flexión fuera del plano O-H (Hidróxido) [89], [90].

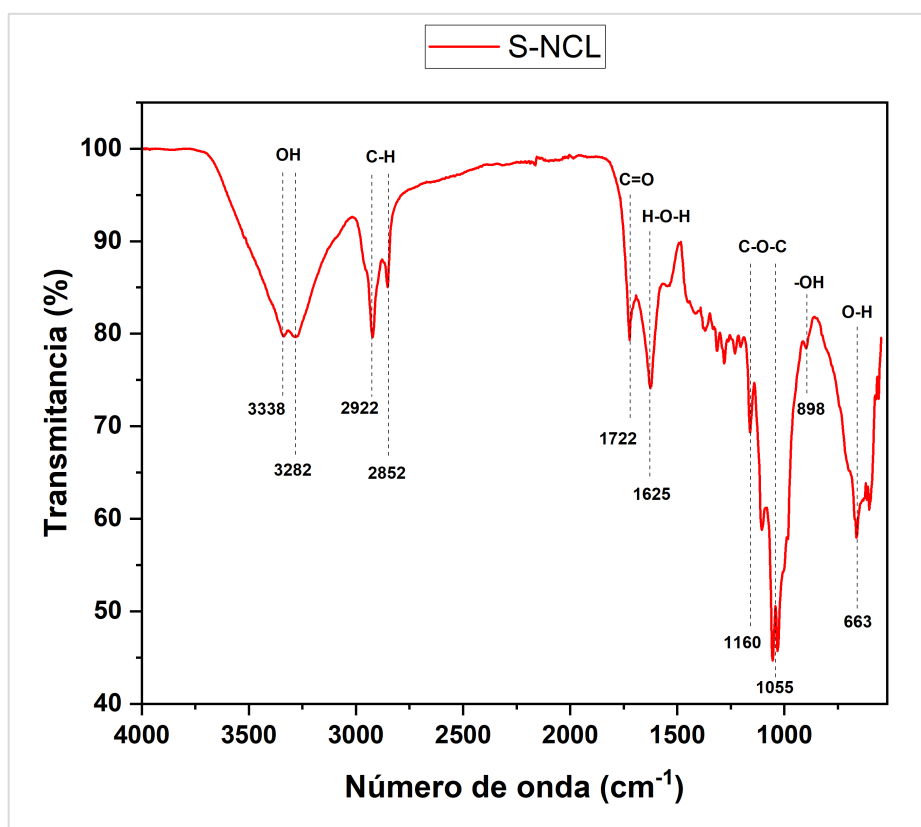


Figura 9. Espectro de transmitancia (FT-IR) de S-NCL y su fotografía (recuadro).

Los anteriores resultados confirman la eficiencia y sostenibilidad del método propuesto, el cual se lleva a cabo en un solo recipiente, empleando solo las proporciones estrictamente requeridas para el desarrollo de la reacción, permitiendo optimizar el consumo de agua y reactivos. Este enfoque no solo permite una producción más ecológica y económica de

nanocelulosa, sino que también facilita la obtención de este material de alto valor añadido, utilizado en diversas aplicaciones industriales.

En esa misma línea, la transmitancia de la película de nanocelulosa obtenida estuvo alrededor del 81.1% en el rango visible (600 nm-1), lo que puede considerarse altamente transparente, como se muestra en la **Figura 10**. Por consiguiente, esta propiedad puede ser una ventaja si el polímero se utiliza como aditivo en la producción de bolsas de plástico transparentes y películas de embalaje.

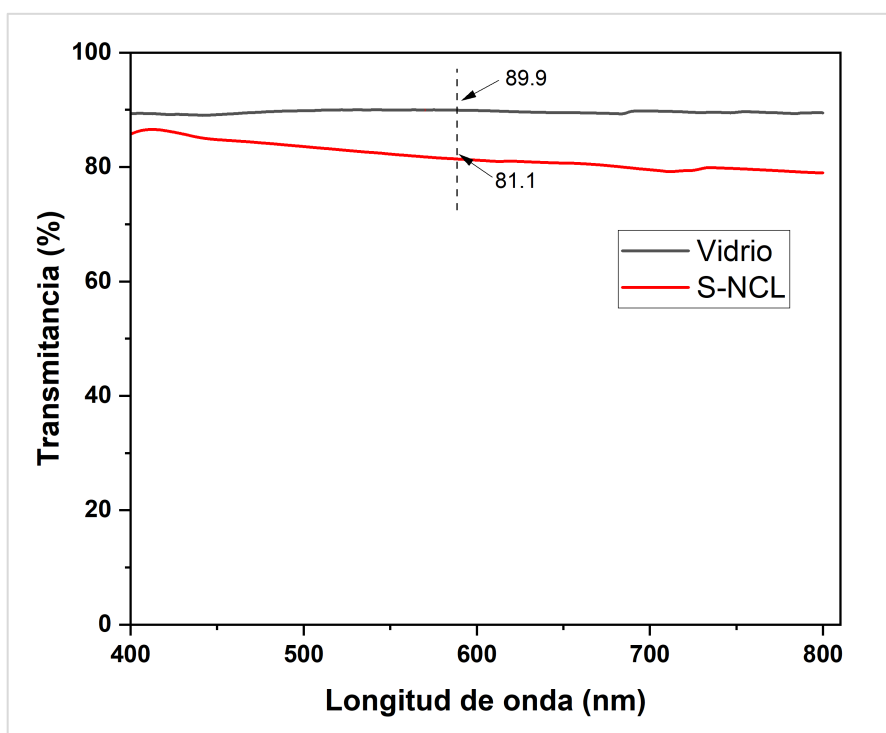


Figura 10. Comparación de transmitancia de S-NCL y Vidrio.

Con respecto a la morfología de la nanocelulosa, como se ilustra en la **Figura 11 a**, presenta una estructura en láminas o escamas, compuesta por nanofibras de celulosa entrelazadas (**Figuras 11 b-e**) con un diámetro promedio de 15 nm (**Figura 11 f**). Este descubrimiento sugiere la existencia de un nuevo tipo de nanocelulosa, que se suma a los bien estudiados nanocristales de celulosa, nanofibras de celulosa y nanocelulosa bacteriana. Las láminas o escamas, al estar formadas por nanofibras entrelazadas, podrían ofrecer ventajas en comparación con otras formas de nanocelulosa, como mejor cohesión

estructural y mayor estabilidad en aplicaciones en las que las propiedades mecánicas son críticas. En virtud de ello, esta nueva morfología puede dar lugar a nuevos enfoques para la fabricación de biocompuestos, biomateriales y otras aplicaciones tecnológicas. Por ejemplo, la estructura en láminas podría mejorar la capacidad de dispersión y reforzamiento en matrices poliméricas, abriendo la puerta a materiales más eficientes para la industria del embalaje, la construcción y la automoción.

Por otra parte, la longitud de las láminas de nanocelulosa del S-NCL varía significativamente, abarcando desde unos pocos micrómetros (μm) hasta $100\ \mu\text{m}$, lo cual resulta en una relación de aspecto (longitud/espesor) extremadamente alta, alcanzando hasta 1000, como se ha reportado previamente en la nanocelulosa extraída de *Agave salmiana* [91]. En particular, la S-NCL mostrada en la **Figura 11a** posee una longitud de $66\ \mu\text{m}$ y, dado su grosor de $0.1\ \mu\text{m}$, se puede inferir una relación de aspecto de 660.

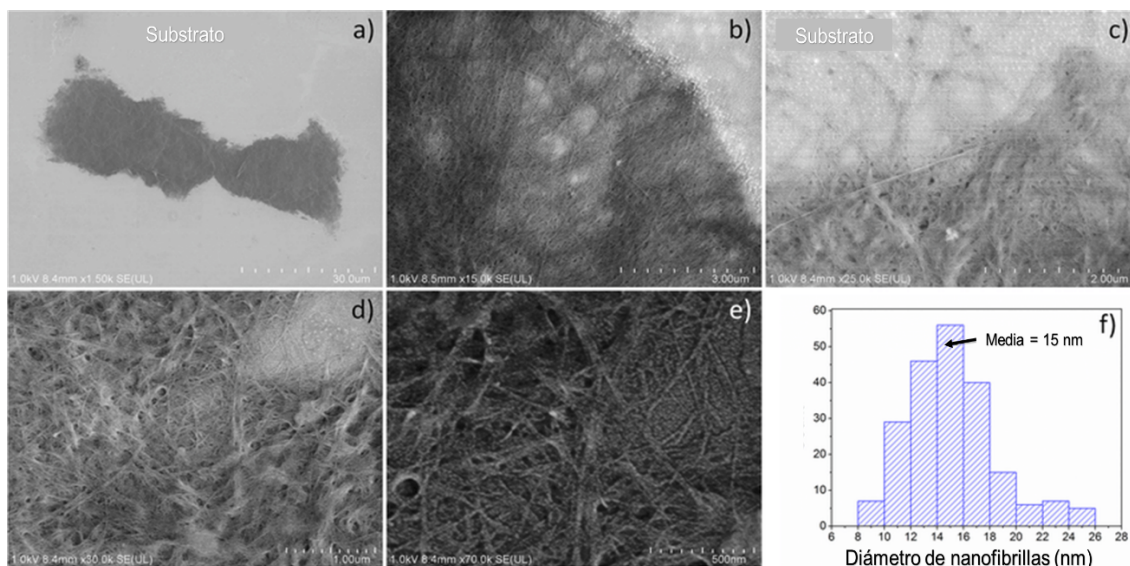


Figura 11. Imágenes de SEM: a) de una sola nanolámina de celulosa, b-e) Nanofibrillas y f) Diámetro medio nanofibrillas entrelazadas.

En el caso del S-NCL representado en la **Figura 12 a**, se observa una relación de aspecto de aproximadamente 320. Con una longitud $\approx 32\ \mu\text{m}$ y espesor $\approx 0.1\ \mu\text{m}$, lo cual es considerablemente alto en comparación con otros tipos de nanocelulosa, como se sugiere

en el review realizado por Yungeng Qi et al. (2023) [92]. Mediante el uso de la LSM, es posible medir el espesor del S-NCL (**Figura 12 e**) y calcular la relación de aspecto de manera precisa. De manera que, la integración de técnicas como LSM y microscopía óptica (OM) presenta una ventaja significativa. La OM facilita la localización precisa del S-NCL en el sustrato (**Figura 12 b**), mientras que la LSM permite obtener mediciones exactas de las nanopartículas, lo que resulta especialmente desafiante al utilizar otras técnicas de caracterización; como (SEM) y la microscopía de fuerza atómica (AFM). Debido a la naturaleza de la nanocelulosa, la hace susceptible a daños durante el proceso de preparación de la muestra antes de la caracterización, lo que puede comprometer la calidad de los datos obtenidos. Además, el haz de electrones utilizados en el SEM puede interactuar con la nanocelulosa, provocando cambios estructurales no deseados, como la degradación térmica o la pérdida de humedad.

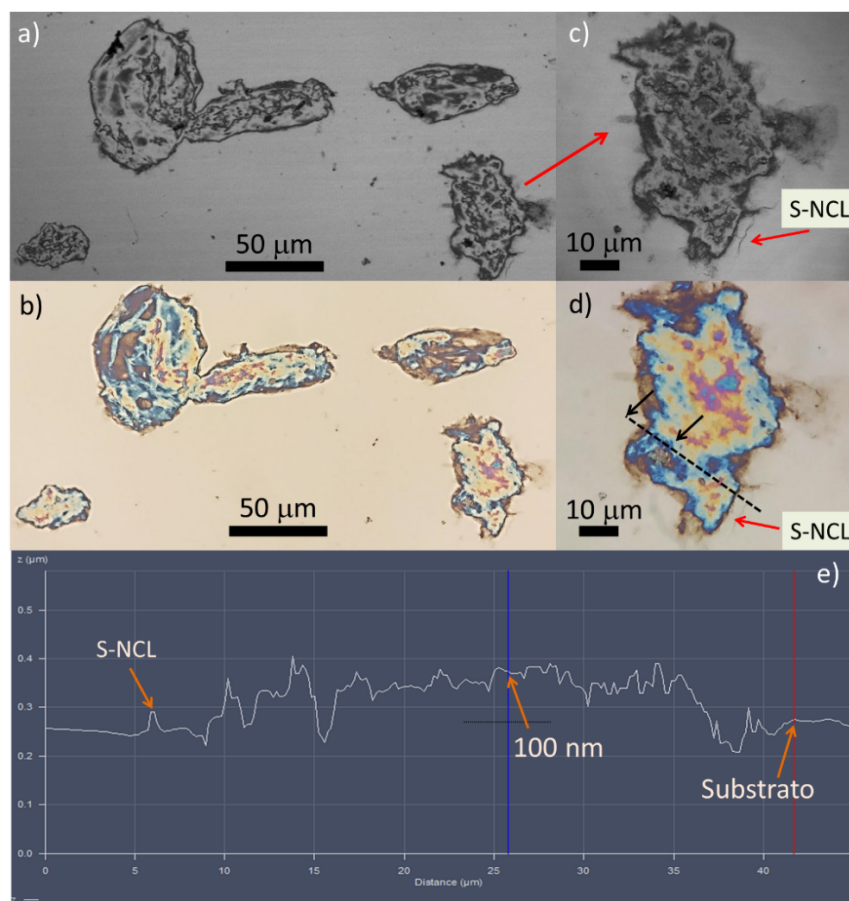


Figura 12. Imágenes de nanoláminas (S-NCL) mediante microscopía: a y b) confocal (LSM), óptica (OM), y en e) Perfil de altura obtenido por LSM.

Por ende, de acuerdo con las imágenes obtenidas mediante técnicas de microscopía, se evidencia la presencia de una cantidad significativa de material amorfo rodeando las nanofibrillas entrelazadas; esta se muestra como una textura más irregular y menos definida en comparación con las regiones cristalinas, que tienden a ser más lisas y homogéneas (**Figuras 11 b-e**). Esto permite que la S-NCL mantengan su forma plana (**Figuras 12 a-d**) incluso después del tratamiento con ácido. Este fenómeno puede atribuirse a la hidrólisis suave, debido a la baja concentración de ácido empleada durante el tratamiento final, lo cual contribuye a un enfoque más ecológico al reducir la cantidad de reactivos utilizados para aislar la nanoestructura.

Como resultado de lo mencionado anteriormente, se logró aislar nanoláminas de celulosa directamente de las paredes celulares de las algas pardas, manteniendo su estructura plana y el entrelazamiento original de las nanofibrillas. Como se muestra en la **Figura 11**, las nanofibrillas quedaron expuestas en la superficie de las nanoláminas debido a la eliminación completa de los compuestos no celulósicos presentes en la materia prima. Sin embargo, es posible que la película contenga proteínas, dada su pequeña escala.

En resumen, es bien conocido que las algas pardas contienen diversos compuestos como alginatos, fucoidanos, proteínas, celulosa y entre otras cosas como contaminantes. Por lo tanto, al lavar el material con agua caliente, logramos extraer algunos de estos compuestos, minimizando su interacción con el H_2O_2 y facilitando así el aislamiento de la celulosa.

Por otro lado, al analizar el color de la muestra durante la reacción, como se observa en la **Figura 13 (c-d)**, se puede inferir que una hora es suficiente para lograr un blanqueo parcial, lo que indica que el H_2O_2 penetra en la biomasa gracias a la molienda previa. Posteriormente, el H_2SO_4 disuelve el alginato y otros compuestos, desestructurando la matriz natural y liberando por completo los componentes no celulósicos en la solución (**Figura 13 e**), los cuales se pueden eliminar fácilmente mediante filtración junto con los residuos de la reacción. Con base en lo anterior, el proceso continuo (one-pot) permite la extracción de nanocelulosa con un rendimiento final notable del 14.9%.

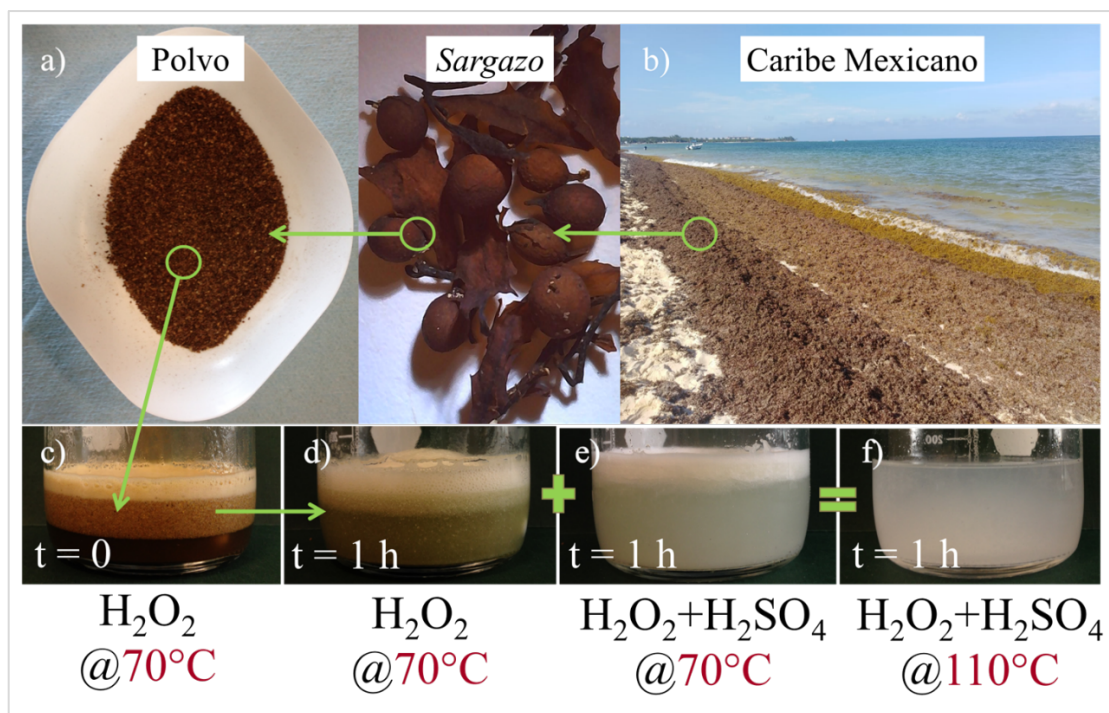


Figura 13. Fotografías de: a) Sargazo deshidratado y molido, b) Lugar de recolección, c) La aparición del sargazo y el peróxido al inicio del procedimiento, d) Después de 1 h en esas condiciones, e) Polvo de sargazo después de 1 h después de agregar el ácido sulfúrico al recipiente, y finalmente, f) Luego de 1 h dentro del autoclave, en un proceso continuo (one-pot).

En resumen, la contaminación terrestre y marina por plásticos ha aumentado significativamente en la actualidad. Este incremento se debe principalmente al consumo masivo de botellas, bolsas plásticas y películas de envase, muchas de las cuales son transparentes para exhibir los productos al consumidor final.

Por ello, la mayoría de las aplicaciones de biopolímeros requieren que la nanocelulosa adopte una forma específica, como platos, popotes, recipientes o bolsas, etc. Así que no tiene sentido aislar las nanofibrillas de celulosa de manera individual si al final estas deben volver a entrelazarse para fabricar un producto. Al extraer nanocelulosa de diversas fuentes utilizando métodos sostenibles y de bajo consumo de agua, podemos reducir el uso de energía, tiempo y productos químicos, obteniendo resultados similares sin recurrir a procesos prolongados y complejos. Por lo tanto, debido a las características de la nanocelulosa laminar, esperamos que la NCL se degraden más rápido en el ambiente,

cuando este en contacto con las enzimas (hongos) en un vertedero o en la producción de composta.

Hoy en día, la nanocelulosa se comercializa ampliamente en forma de fibras individuales. Sin embargo, no existen reportes sobre el uso o la comercialización de celulosa en forma de nanoláminas, lo cual representa una gran oportunidad y un considerable potencial para el desarrollo de productos en diversas industrias. Estas incluyen la industria del papel, fibra dietética, empaques biodegradables, aditivos en pinturas, producción de glucosa, bioetanol, entre muchas otras.

8 Conclusiones

Este estudio logró con éxito demostrar la eficiencia de un innovador procedimiento ("one-pot") para la extracción de S-NCL, alcanzando espesores de entre 70-100 nm, utilizando bajas concentraciones de ácido sulfúrico (≈ 1.124 mol/L) y peróxido de hidrógeno (≈ 9.20 mol/L). Este método destaca no solo por su simplicidad, sino también por su potencial de escalabilidad industrial y su bajo impacto ambiental. En vista que, la película de S-NCL obtenida presenta una destacada resistencia térmica; soportando hasta 300°C antes de degradarse, lo cual es clave para su manufactura en aplicaciones de alta temperatura.

Análogamente, se demostró como la baja cristalinidad, así como las dimensiones nanométricas de la muestra de S-NCL, son responsables del porcentaje de conversión (celulosa en glucosa) elevado ($\approx 50\%$ en 60h) que presenta la muestra S-NCL, subrayando la eficiencia del proceso.

Uno de los aspectos más destacados de esta investigación es la implementación exitosa de un enfoque continuo "one-pot" para la obtención de nanocelulosa 2D a partir de *Sargassum spp*; presentando una estructura en laminas derivada del entrelazamiento de las fibras de celulosa a escala nanométrica. Este procedimiento permitió, por primera vez, la producción de una película de biopolímero con una alta transmitancia (81.1%), validando el aislamiento eficiente de nanoláminas de celulosa. El proceso se distingue por su capacidad para eliminar la necesidad de pretratamientos complejos, lo que no solo simplifica el método alcanzando un rendimiento del 14.9%, sino que también lo hace adaptable a una amplia variedad de materias primas. Esta versatilidad, combinada con la alta transmitancia del material, abre nuevas posibilidades para su aplicación en empaques sostenibles y como aditivo alimentario.

En conclusión, este trabajo no solo alcanza sus objetivos al validar un método eficiente y respetuoso con el medio ambiente para la extracción de nanocelulosa, sino que también enfatiza el potencial del enfoque "one-pot" como un método disruptivo en la producción de materiales avanzados. Al transformar un problema ambiental, como la proliferación del sargazo, en una oportunidad económica, contribuyendo significativamente a la promoción de una economía circular y sostenible, con implicaciones tanto industriales como ecológicas a largo plazo.

9 Bibliografía

- [1] A. Al-Rawi, I. Al-Khateeb, y T. Zaidan, “Nanocellulose acetate membranes: Preparation and application”, ene. 2021.
- [2] D. J. McGillicuddy *et al.*, “Nutrient and arsenic biogeochemistry of Sargassum in the western Atlantic”, *Nat. Commun.*, vol. 14, núm. 1, p. 6205, oct. 2023, doi: 10.1038/s41467-023-41904-4.
- [3] A. Dufresne, “Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial”, *Mater. Today*, vol. 16, núm. 6, pp. 220–227, jun. 2013, doi: 10.1016/j.mattod.2013.06.004.
- [4] T. Abitbol *et al.*, “Nanocellulose, a tiny fiber with huge applications”, *Curr. Opin. Biotechnol.*, vol. 39, pp. 76–88, jun. 2016, doi: 10.1016/j.copbio.2016.01.002.
- [5] J. K. Pandey, H. Takagi, A. N. Nakagaito, y H.-J. Kim, Eds., *Handbook of Polymer Nanocomposites. Processing, Performance and Application: Volume C: Polymer Nanocomposites of Cellulose Nanoparticles*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2015. doi: 10.1007/978-3-642-45232-1.
- [6] B. Parveez, M. I. Kittur, I. A. Badruddin, S. Kamangar, M. Hussien, y M. A. Umarfarooq, “Scientific Advancements in Composite Materials for Aircraft Applications: A Review”, *Polymers*, vol. 14, núm. 22, Art. núm. 22, ene. 2022, doi: 10.3390/polym14225007.
- [7] A. Fernandes, L. Cruz-Lopes, B. Esteves, y D. Evtuguin, “Nanotechnology Applied to Cellulosic Materials”, *Materials*, vol. 16, núm. 8, p. 3104, abr. 2023, doi: 10.3390/ma16083104.
- [8] A. Dufresne, “Preparation and Properties of Cellulosic Nanomaterials”, *J. Sib. Fed. Univ. Biol.*, vol. 14, pp. 422–441, ene. 2022, doi: 10.17516/1997-1389-0362.
- [9] N. F. Putman *et al.*, “Simulating transport pathways of pelagic *Sargassum* from the Equatorial Atlantic into the Caribbean Sea”, *Prog. Oceanogr.*, vol. 165, pp. 205–214, jul. 2018, doi: 10.1016/j.pocean.2018.06.009.
- [10] R. Rodríguez-Martínez y B. Tussenbroek, “Afluencia masiva de sargazo pelágico a la costa del Caribe mexicano (2014-2015)”, 2016, pp. 352–365.
- [11] V. Chávez *et al.*, “Massive Influx of Pelagic *Sargassum* spp. on the Coasts of the Mexican Caribbean 2014–2020: Challenges and Opportunities”, *Water*, vol. 12, núm. 10, Art. núm. 10, oct. 2020, doi: 10.3390/w12102908.
- [12] Y. Zhang *et al.*, “Pelagic *Sargassum* in the Gulf of Mexico driven by ocean currents and eddies”, *Harmful Algae*, vol. 132, p. 102566, feb. 2024, doi: 10.1016/j.hal.2023.102566.
- [13] L. Xing, J. Gu, W. Zhang, D. Tu, y C. Hu, “Cellulose I and II nanocrystals produced by sulfuric acid hydrolysis of Tetra pak cellulose I”, *Carbohydr. Polym.*, vol. 192, pp. 184–192, jul. 2018, doi: 10.1016/j.carbpol.2018.03.042.
- [14] H. Gao *et al.*, “Fabrication of cellulose nanofibers from waste brown algae and their potential application as milk thickeners”, *Food Hydrocoll.*, vol. 79, pp. 473–481, jun. 2018, doi: 10.1016/j.foodhyd.2018.01.023.
- [15] A. Abbasi, Y. Makhtoumi, Y. Wu, y G. Chen, “Characterization of cellulose nanocrystal extracted from household waste and its application for seed germination”, *Carbohydr. Polym. Technol. Appl.*, vol. 7, p. 100409, jun. 2024, doi: 10.1016/j.carpta.2023.100409.

- [16] H. Doh, M. H. Lee, y W. S. Whiteside, “Physicochemical characteristics of cellulose nanocrystals isolated from seaweed biomass”, *Food Hydrocoll.*, vol. 102, p. 105542, may 2020, doi: 10.1016/j.foodhyd.2019.105542.
- [17] T. Heinze, O. A. El Seoud, y A. Koschella, “Structure and Properties of Cellulose and Its Derivatives”, en *Cellulose Derivatives: Synthesis, Structure, and Properties*, T. Heinze, O. A. El Seoud, y A. Koschella, Eds., Cham: Springer International Publishing, 2018, pp. 39–172. doi: 10.1007/978-3-319-73168-1_2.
- [18] H. Santamala, R. Livingston, H. Sixta, M. Hummel, M. Skrifvars, y O. Saarela, “Advantages of regenerated cellulose fibres as compared to flax fibres in the processability and mechanical performance of thermoset composites”, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 84, pp. 377–385, may 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2016.02.011.
- [19] P. Zhu *et al.*, “Water-induced controllable deswelling strategy enabled rapid fabrication of transparent cellulose film for plastics replacement”, *Chem. Eng. J.*, vol. 492, p. 152200, jul. 2024, doi: 10.1016/j.cej.2024.152200.
- [20] D. K. Patel, S. D. Dutta, y K.-T. Lim, “Chapter 19 - Recent progress in cellulose-based smart nanocrystals by agricultural resources”, en *Multifunctional Hybrid Nanomaterials for Sustainable Agri-Food and Ecosystems*, K. A. Abd-Elsalam, Ed., en Micro and Nano Technologies. , Elsevier, 2020, pp. 461–483. doi: 10.1016/B978-0-12-821354-4.00019-4.
- [21] P. Sutaoney *et al.*, “Current perspective in research and industrial applications of microbial cellulases”, *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 264, p. 130639, abr. 2024, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2024.130639.
- [22] R. S. Riseh, M. G. Vazvani, M. Hassanisaadi, y V. K. Thakur, “Agricultural wastes: A practical and potential source for the isolation and preparation of cellulose and application in agriculture and different industries”, *Ind. Crops Prod.*, vol. 208, p. 117904, feb. 2024, doi: 10.1016/j.indcrop.2023.117904.
- [23] C. Castro *et al.*, “Bacterial cellulose produced by a new acid-resistant strain of *Gluconacetobacter* genus”, *Carbohydr. Polym.*, vol. 89, núm. 4, pp. 1033–1037.
- [24] J. Wang, L. Wang, D. J. Gardner, S. M. Shaler, y Z. Cai, “Towards a cellulose-based society: opportunities and challenges”, *Cellulose*, vol. 28, núm. 8, pp. 4511–4543, may 2021, doi: 10.1007/s10570-021-03771-4.
- [25] L. Robles y K. Kuroda, “An investigation into the Pelagic Sargassum incursion phenomenon: A study of seaweed coastal influxes on Cozumel Island, Mexico”, *Eur. J. Sustain. Dev. Res.*, vol. 8, p. em0247, ene. 2024, doi: 10.29333/ejosdr/14106.
- [26] J. A. Rossignolo, A. J. Felicio Peres Duran, C. Bueno, J. E. Martinelli Filho, H. Savastano Junior, y F. G. Tonin, “Algae application in civil construction: A review with focus on the potential uses of the pelagic *Sargassum* spp. biomass”, *J. Environ. Manage.*, vol. 303, p. 114258, feb. 2022, doi: 10.1016/j.jenvman.2021.114258.
- [27] M. Wang, C. Hu, B. Barnes, G. Mitchum, B. Lapointe, y J. Montoya, “The great Atlantic Sargassum belt”, *Science*, vol. 365, pp. 83–87, jul. 2019, doi: 10.1126/science.aaw7912.
- [28] A. Husni y S. Budhiyanti, “Effect of Isolation Method on Characteristics of Microcrystalline Cellulose from Brown Seaweed *Sargassum vulgare*”, *Indones. J. Pharm.*, pp. 42–51, ene. 2022, doi: 10.22146/ijp.3274.

- [29] K. Hamel, C. Garcia-Quijano, D. Jin, y T. Dalton, “Perceived *Sargassum* event incidence, impacts, and management response in the Caribbean Basin”, *Mar. Policy*, vol. 165, p. 106214, jul. 2024, doi: 10.1016/j.marpol.2024.106214.
- [30] Md. M. Ansari, Y. Heo, K. Do, M. Ghosh, y Y.-O. Son, “Nanocellulose derived from agricultural biowaste by-products—Sustainable synthesis, biocompatibility, biomedical applications, and future perspectives: A review”, *Carbohydr. Polym. Technol. Appl.*, vol. 8, p. 100529, dic. 2024, doi: 10.1016/j.carpta.2024.100529.
- [31] J. Ramasamy y M. Amanullah, “Nanocellulose for oil and gas field drilling and cementing applications”, *J. Pet. Sci. Eng.*, vol. 184, p. 106292, ene. 2020, doi: 10.1016/j.petrol.2019.106292.
- [32] H. Benko, “ISO Technical Committee 229 Nanotechnologies”, en *Metrology and Standardization of Nanotechnology*, John Wiley & Sons, Ltd, 2017, pp. 259–268. doi: 10.1002/9783527800308.ch14.
- [33] L. S. Tanaka, “Regulación blanda, normas técnicas y armonización regulatoria internacional, para la nanotecnología”, *Mundo Nano Rev. Interdiscip. En Nanociencias Nanotecnología*, vol. 13, núm. 24, Art. núm. 24, 2020, doi: 10.22201/ceich.24485691e.2020.24.69621.
- [34] N. Ehman, M. E. Vallejos, y M. C. Area, “Top-Down Production of Nanocellulose from Environmentally Friendly Processes”, en *Handbook of Green and Sustainable Nanotechnology: Fundamentals, Developments and Applications*, U. Shanker, C. M. Hussain, y M. Rani, Eds., Cham: Springer International Publishing, 2023, pp. 185–202. doi: 10.1007/978-3-031-16101-8_46.
- [35] A. Poulouse *et al.*, “Nanocellulose: A Fundamental Material for Science and Technology Applications”, *Molecules*, vol. 27, núm. 22, Art. núm. 22, ene. 2022, doi: 10.3390/molecules27228032.
- [36] L. Jing *et al.*, “Cellulose-based materials in environmental protection: A scientometric and visual analysis review”, *Sci. Total Environ.*, vol. 929, p. 172576, jun. 2024, doi: 10.1016/j.scitotenv.2024.172576.
- [37] W. Wohlleben *et al.*, “Nanoenabled Products: Categories, Manufacture, and Applications”, en *Metrology and Standardization of Nanotechnology*, John Wiley & Sons, Ltd, 2017, pp. 409–464. doi: 10.1002/9783527800308.ch25.
- [38] M. Fernandes *et al.*, “Modification of Nanocellulose”, en *Handbook of Biomass*, S. Thomas, M. Hosur, D. Pasquini, y C. Jose Chirayil, Eds., Singapore: Springer Nature, 2024, pp. 919–957. doi: 10.1007/978-981-99-6727-8_35.
- [39] H. Chen, M. Wu, T. Zhou, A. Hou, K. Xie, y A. Gao, “A multi-scale layered helical structure composite using the co-dispersion of cellulose nanocrystals and the micro-nano Al sheets and its efficient near-infrared stealth performance”, *Carbohydr. Polym.*, vol. 331, p. 121895, may 2024, doi: 10.1016/j.carbpol.2024.121895.
- [40] M. Poletto y H. Ornaghi, *Cellulose - Fundamental Aspects and Current Trends*, 1 ed. INTECH, 2015.
- [41] Z. Candan *et al.*, “3 - Nanocellulose: Sustainable biomaterial for developing novel adhesives and composites”, en *Industrial Applications of Nanocellulose and Its Nanocomposites*, S. M. Sapuan, M. N. F. Norrahim, R. A. Ilyas, y C. Soutis, Eds., en Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering. , Woodhead Publishing, 2022, pp. 49–137. doi: 10.1016/B978-0-323-89909-3.00015-8.
- [42] S. Sharma, K. Kumar, y N. Thakur, “A comprehensive review on analysis of functionalization techniques and techno-innovative uses of nano-cellulosic

- materials”, *Ind. Crops Prod.*, vol. 206, p. 117632, dic. 2023, doi: 10.1016/j.indcrop.2023.117632.
- [43] L. B. Fen, J. Kamaldin, y H. Pengiran, “9 - An overview of cellulose nanofiber physicochemical characterizations and biological studies in relation to nanosafety concerns”, en *Industrial Applications of Nanocellulose and Its Nanocomposites*, S. M. Sapuan, M. N. F. Norrahim, R. A. Ilyas, y C. Soutis, Eds., en Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering. , Woodhead Publishing, 2022, pp. 245–261. doi: 10.1016/B978-0-323-89909-3.00009-2.
- [44] M.-C. Lee, H.-Y. Yeh, C.-M. Chang, Y.-F. Liou, F.-H. Nan, y J. Wungen-Sani, “Tracking and Utilizing Sargassum, an Abundant Resource from the Caribbean Sea”, *Water*, vol. 15, núm. 15, Art. núm. 15, ene. 2023, doi: 10.3390/w15152694.
- [45] H. Doh y W. Whiteside, “Isolation of cellulose nanocrystals from brown seaweed, Sargassum fluitans , for development of alginate nanocomposite film”, *Polym. Cryst.*, vol. 3, p. e10133, jun. 2020, doi: 10.1002/pcr2.10133.
- [46] H. U. Castañeda-Serna, G. Calderón-Domínguez, M. De la Paz Salgado-Cruz, A. García-Bórquez, y R. R. Farrera-Rebollo, “Pelagic Sargassum as a Source of Micro- and Nanocellulose for Environmentally Sustainable Plastics”, en *Bioprospecting Algae for Nanosized Materials*, Springer, Cham, 2021, pp. 345–364. doi: 10.1007/978-3-030-81557-8_14.
- [47] S. Fernando *et al.*, “Characterization and cytoprotective properties of Sargassum natans fucoidan against urban aerosol-induced keratinocyte damage”, *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 159, may 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.05.132.
- [48] Z. Tang, X. Lin, M. Yu, A. K. Mondal, y H. Wu, “Recent advances in TEMPO-oxidized cellulose nanofibers: Oxidation mechanism, characterization, properties and applications”, *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 259, p. 129081, feb. 2024, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.129081.
- [49] V. S. Raghuwanshi, C. Browne, W. Batchelor, y G. Garnier, “Self-assembly of cellulose nanocrystals of different lengths”, *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 630, pp. 249–259, ene. 2023, doi: 10.1016/j.jcis.2022.10.100.
- [50] T. G. Parton *et al.*, “Chiral self-assembly of cellulose nanocrystals is driven by crystallite bundles”, *Nat. Commun.*, vol. 13, núm. 1, p. 2657, may 2022, doi: 10.1038/s41467-022-30226-6.
- [51] A. Elizalde-Mata *et al.*, “Assessment of Caribbean *Sargassum* species for nanocellulose foams production: An effective and environmentally friendly material to water-emerging pollutants removal”, *Sep. Purif. Technol.*, vol. 341, p. 126627, ago. 2024, doi: 10.1016/j.seppur.2024.126627.
- [52] D. M. S. A. Salem y M. M. Ismail, “Characterization of cellulose and cellulose nanofibers isolated from various seaweed species”, *Egypt. J. Aquat. Res.*, vol. 48, núm. 4, pp. 307–313, dic. 2022, doi: 10.1016/j.ejar.2021.11.001.
- [53] S. Murugesan, R. R, y R. Rajan, *Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from brown seaweed Dictyota bartayreiana*, *J.V.Lamoureux*. 2024. doi: 10.21203/rs.3.rs-4099221/v1.
- [54] A. Toxqui Teran, “Biopolymeric films obtained from the parenchyma cells of Agave salmiana leaves”, *Cellulose*, pp. 1–11, dic. 2018.
- [55] L. Chávez-Guerrero, S. Sepúlveda-Guzmán, C. Rodríguez-Liñan, J. Silva-Mendoza, N. García-Gómez, y O. Perez, “Isolation and characterization of cellulose

- nanoplatelets from the parenchyma cells of *Agave salmiana*”, *Cellulose*, vol. 24, sep. 2017, doi: 10.1007/s10570-017-1376-9.
- [56] P. Thomas *et al.*, “Comprehensive review on nanocellulose: Recent developments, challenges and future prospects”, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 110, may 2020, doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103884.
- [57] J. Y. Zhu y U. P. Agarwal, “Nanocellulose: Native State, Production, and Characterization”, en *Emerging Nanotechnologies in Nanocellulose*, L. Hu, F. Jiang, y C. Chen, Eds., Cham: Springer International Publishing, 2023, pp. 1–39. doi: 10.1007/978-3-031-14043-3_1.
- [58] U. Ray, S. Zhu, Z. Pang, y T. Li, “Nanocellulose-Based Materials with Superior Mechanical Performance”, en *Emerging Nanotechnologies in Nanocellulose*, L. Hu, F. Jiang, y C. Chen, Eds., Cham: Springer International Publishing, 2023, pp. 141–178. doi: 10.1007/978-3-031-14043-3_5.
- [59] W. Liu *et al.*, “Cellulose Nanopaper: Fabrication, Functionalization, and Applications”, *Nano-Micro Lett.*, vol. 14, núm. 1, p. 104, abr. 2022, doi: 10.1007/s40820-022-00849-x.
- [60] Z. Fang *et al.*, “Novel nanostructured paper with ultrahigh transparency and ultrahigh haze for solar cells”, *Nano Lett.*, vol. 14, núm. 2, pp. 765–773, feb. 2014, doi: 10.1021/nl404101p.
- [61] A. Randhawa, S. D. Dutta, K. Ganguly, T. V. Patil, D. K. Patel, y K.-T. Lim, “A Review of Properties of Nanocellulose, Its Synthesis, and Potential in Biomedical Applications”, *Appl. Sci.*, vol. 12, núm. 14, Art. núm. 14, ene. 2022, doi: 10.3390/app12147090.
- [62] P. Kaur *et al.*, “Nanocellulose: Resources, Physio-Chemical Properties, Current Uses and Future Applications”, *Front. Nanotechnol.*, vol. 3, nov. 2021, doi: 10.3389/fnano.2021.747329.
- [63] N. Herlina Sari, I. N. G. Wardana, Y. Irawan, y E. Siswanto, “The Effect of Sodium Hydroxide on Chemical and Mechanical Properties of Corn Husk Fiber”, *Orient. J. Chem.*, vol. 33, pp. 3037–3042, dic. 2017, doi: 10.13005/ojc/330642.
- [64] A. S. Aridi *et al.*, “Effect of sodium hypochlorite concentration during pre-treatment on isolation of nanocrystalline cellulose from *Leucaena leucocephala* (Lam.) mature pods”, *BioResources*, vol. 16, pp. 3137–3158, mar. 2021, doi: 10.15376/biores.16.2.3137-3158.
- [65] A. H. Tayeb, E. Amini, S. Ghasemi, y M. Tajvidi, “Cellulose Nanomaterials—Binding Properties and Applications: A Review”, *Molecules*, vol. 23, núm. 10, Art. núm. 10, oct. 2018, doi: 10.3390/molecules23102684.
- [66] A. Meftahi, M. E. Momeni Heravi, A. Baroum, P. Samyn, H. Najarzadeh, y S. Alibakhshi, “Cellulose Nanofibers”, en *Handbook of Nanocelluloses: Classification, Properties, Fabrication, and Emerging Applications*, A. Barhoum, Ed., Cham: Springer International Publishing, 2020, pp. 1–30. doi: 10.1007/978-3-030-62976-2_13-1.
- [67] K. Li *et al.*, “Alignment of Cellulose Nanofibers: Harnessing Nanoscale Properties to Macroscale Benefits”, *ACS Nano*, vol. 15, feb. 2021, doi: 10.1021/acsnano.0c07613.
- [68] I. Leppänen, A. Hokkanen, M. Österberg, M. Vähä-Nissi, A. Harlin, y H. Orelma, “Hybrid films from cellulose nanomaterials—properties and defined optical patterns”,

- Cellulose*, vol. 29, núm. 16, pp. 8551–8567, nov. 2022, doi: 10.1007/s10570-022-04795-0.
- [69] Y. Li, Q. Fu, S. Yu, M. Yan, y L. Berglund, “Optically Transparent Wood from a Nanoporous Cellulosic Template: Combining Functional and Structural Performance”, *Biomacromolecules*, vol. 17, núm. 4, pp. 1358–1364, abr. 2016, doi: 10.1021/acs.biomac.6b00145.
 - [70] S. Gamage *et al.*, “Transparent nanocellulose metamaterial enables controlled optical diffusion and radiative cooling”, *J. Mater. Chem. C*, vol. 8, núm. 34, pp. 11687–11694, sep. 2020, doi: 10.1039/D0TC01226B.
 - [71] I. Niskanen *et al.*, “Optical Properties of Cellulose Nanofibre Films at High Temperatures”, *J. Polym. Res.*, vol. 29, núm. 5, p. 187, abr. 2022, doi: 10.1007/s10965-022-03019-0.
 - [72] J. J. Kaschuk *et al.*, “Processing factors affecting roughness, optical and mechanical properties of nanocellulose films for optoelectronics”, *Carbohydr. Polym.*, vol. 332, p. 121877, may 2024, doi: 10.1016/j.carbpol.2024.121877.
 - [73] M. P. Illa, S. Adepu, y M. Khandelwal, “CHAPTER 2 - Industrial-scale fabrication and functionalization of nanocellulose”, en *Nanocellulose Materials*, R. Oraon, D. Rawtani, P. Singh, y Dr. C. M. Hussain, Eds., en Micro and Nano Technologies. , Elsevier, 2022, pp. 21–42. doi: 10.1016/B978-0-12-823963-6.00006-5.
 - [74] D. Trache *et al.*, “Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Applications”, *Front. Chem.*, vol. 8, may 2020, doi: 10.3389/fchem.2020.00392.
 - [75] M. Gebler, J. Warsen, R. Meininghaus, M. Baudis, F. Cerdas, y C. Herrmann, “Implementing Zero Impact Factories in Volkswagen’s Global Automotive Manufacturing System: A Discussion of Opportunities and Challenges from Integrating Current Science into Strategic Management”, *Sustainability*, vol. 16, núm. 7, Art. núm. 7, ene. 2024, doi: 10.3390/su16073011.
 - [76] I. Elfaleh *et al.*, “A comprehensive review of natural fibers and their composites: An eco-friendly alternative to conventional materials”, *Results Eng.*, vol. 19, p. 101271, sep. 2023, doi: 10.1016/j.rineng.2023.101271.
 - [77] A. Barhoum, V. K. Rastogi, B. K. Mahur, A. Rastogi, F. M. Abdel-Haleem, y P. Samyn, “Nanocelluloses as new generation materials: natural resources, structure-related properties, engineering nanostructures, and technical challenges”, *Mater. Today Chem.*, vol. 26, p. 101247, dic. 2022, doi: 10.1016/j.mtchem.2022.101247.
 - [78] Markets Insider and Business Insider Editorial Teams, “Melodea Ltd Receives 2024 Global Recognition Award for Pioneering Sustainable Packaging Solutions”, markets.businessinsider.com. [En línea]. Disponible en: <https://markets.businessinsider.com/news/stocks/melodea-ltd-receives-2024-global-recognition-award-for-pioneering-sustainable-packaging-solutions-1033422183>
 - [79] D. Tahir *et al.*, “Sources, Chemical Functionalization, and Commercial Applications of Nanocellulose and Nanocellulose-Based Composites: A Review”, *Polymers*, vol. 14, núm. 21, Art. núm. 21, ene. 2022, doi: 10.3390/polym14214468.
 - [80] M. V.c., S. S., P. B., N. R., y R. K.s., “Preparation, characterisation and thermal property study of micro/nanocellulose crystals for vacuum insulation panel application”, *Therm. Sci. Eng. Prog.*, vol. 25, p. 101045, oct. 2021, doi: 10.1016/j.tsep.2021.101045.
 - [81] A. Lakshmanan *et al.*, “Extraction and Characterization of Fucoidan Derived from *Sargassum ilicifolium* and Its Biomedical Potential with In Silico Molecular

- Docking”, *Appl. Sci.*, vol. 12, núm. 24, Art. núm. 24, ene. 2022, doi: 10.3390/app122413010.
- [82] R. Li *et al.*, “Chemical Characterization and Immunomodulatory Activity of Fucoidan from *Sargassum hemiphyllum*”, *Mar. Drugs*, vol. 21, núm. 1, Art. núm. 1, ene. 2023, doi: 10.3390/md21010018.
- [83] A. A. Arnold, B. Genard, F. Zito, R. Tremblay, D. E. Warschawski, y I. Marcotte, “Identification of lipid and saccharide constituents of whole microalgal cells by ¹³C solid-state NMR”, *Biochim. Biophys. Acta BBA - Biomembr.*, vol. 1848, núm. 1, Part B, pp. 369–377, ene. 2015, doi: 10.1016/j.bbamem.2014.07.017.
- [84] A. W. T. King *et al.*, “Liquid-State NMR Analysis of Nanocelluloses”, *Biomacromolecules*, vol. 19, núm. 7, pp. 2708–2720, jul. 2018, doi: 10.1021/acs.biomac.8b00295.
- [85] E. O. Mensah, O. N. Kanwugu, P. K. Panda, y P. Adadi, “Marine fucoidans: Structural, extraction, biological activities and their applications in the food industry”, *Food Hydrocoll.*, vol. 142, p. 108784, sep. 2023, doi: 10.1016/j.foodhyd.2023.108784.
- [86] D. Bi *et al.*, “Potential Food and Nutraceutical Applications of Alginate: A Review”, *Mar. Drugs*, vol. 20, núm. 9, Art. núm. 9, sep. 2022, doi: 10.3390/md20090564.
- [87] D. Devault, R. Pierre, H. Marfaing, F. Dolique, y P. Lopez, “Sargassum contamination and consequences for downstream uses: a review”, *J. Appl. Phycol.*, vol. 20, feb. 2021, doi: 10.1007/s10811-020-02250-w.
- [88] O. G. Mouritsen, P. Rhatigan, M. L. Cornish, A. T. Critchley, y J. L. Pérez-Lloréns, “Saved by seaweeds: phyconomic contributions in times of crises”, *J. Appl. Phycol.*, vol. 33, núm. 1, pp. 443–458, 2021, doi: 10.1007/s10811-020-02256-4.
- [89] B. Soni, E. B. Hassan, y B. Mahmoud, “Chemical isolation and characterization of different cellulose nanofibers from cotton stalks”, *Carbohydr. Polym.*, vol. 134, pp. 581–589, dic. 2015, doi: 10.1016/j.carbpol.2015.08.031.
- [90] W. Wulandari, A. Rochliadi, y I. M. Arcana, “Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse”, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 107, p. 012045, feb. 2016, doi: 10.1088/1757-899X/107/1/012045.
- [91] L. Chávez-Guerrero, J. Silva-Mendoza, A. Toxqui-Terán, O. E. Vega-Becerra, J. A. Salinas-Montelongo, y O. Pérez-Camacho, “Direct observation of endoglucanase fibrillation and rapid thickness identification of cellulose nanoplatelets using constructive interference”, *Carbohydr. Polym.*, vol. 254, p. 117463, feb. 2021, doi: 10.1016/j.carbpol.2020.117463.
- [92] Y. Qi *et al.*, “Nanocellulose: a review on preparation routes and applications in functional materials”, *Cellulose*, vol. 30, núm. 7, pp. 4115–4147, may 2023, doi: 10.1007/s10570-023-05169-w.

10 Anexos