



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SINALOA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICO BIOLÓGICAS
MAESTRÍA EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

**Obtención y caracterización de películas comestibles a base de
almidón de maíz acetilado y microcristales de celulosa aislados de**

Padina durvillae

TESIS

Que presenta:

IBQ. Karen Itzel Carrillo Cañedo

Para obtener el grado de

**MAESTRA EN CIENCIA
Y
TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS**

Directores

Dr. Ernesto Aguilar Palazuelos

Dra. Perla Rosa Fitch Vargas



Dirección General de Bibliotecas
Ciudad Universitaria
Av. de las Américas y Blvd. Universitarios
C. P. 80010 Culiacán, Sinaloa, México.
Tel. (667) 713 78 32 y 712 50 57
dgbuas@uas.edu.mx

UAS-Dirección General de Bibliotecas

Repositorio Institucional Buelna

Restricciones de uso

Todo el material contenido en la presente tesis está protegido por la Ley Federal de Derechos de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

Queda prohibido la reproducción parcial o total de esta tesis. El uso de imágenes, tablas, gráficas, texto y demás material que sea objeto de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente correctamente mencionando al o los autores del presente estudio empírico. Cualquier uso distinto, como el lucro, reproducción, edición o modificación sin autorización expresa de quienes gozan de la propiedad intelectual, será perseguido y sancionado por el Instituto Nacional de Derechos de Autor.

Esta obra está bajo una Licencia Creative Commons Atribución-No Comercial
Compartir Igual, 4.0 Internacional



Este trabajo fue realizado en el laboratorio de Caracterización Físicoquímica y Reológica de la Maestría en Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Facultad de Ciencias Químico Biológicas de la Universidad Autónoma de Sinaloa, bajo la dirección del Dr. Ernesto Aguilar Palazuelos y la Dra. Perla Rosa Fitch Vargas, además de contar con la asesoría de la Dra. Irma Leticia Camacho Hernández y del Dr. Abraham Calderón Castro. Karen Itzel Carrillo Cañedo recibió beca del Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías, CONAHCYT.

AGRADECIMIENTOS

A mi esposo **Damián Antonio González Espinoza**, por todo el apoyo recibido desde el día uno en el programa, por tantos consejos, por ayudarme con la recolección de mi materia prima, por las palabras de aliento, por entenderme, cuidarme, acompañarme los fines de semana o días en los que tenía que salir muy tarde del laboratorio, gracias por nunca decirme no, gracias por paternar y cuidar de nuestra hija cuando yo solo necesitaba enfocarme en este proyecto, eres una pieza muy importante y este logro es de ambos, ya que sin ti no habría sido posible. Te amo demasiado y no hay palabras para describir todo mi agradecimiento. A mi hija **Valentina González Carrillo**, por devolverme la energía al llegar a casa con tus bellos abrazos y besos, por ti todo mi esfuerzo y espero en un futuro estes muy orgullosa de mami. Te amo mi corazón.

A mi madre **María del Rosario Cañedo Mayorquín**, por formar parte de mi red de apoyo, por cuidar de mi chiquita mientras estaba en el laboratorio y darle tanto amor y enseñanzas durante mis horas de ausencia, sin duda, eres otra pieza importante ya que no habría logrado esto sin tu ayuda. Gracias por escucharme y devolverme esa confianza en mí cuando sentía que todo se ponía difícil, sin duda alguna sigues ayudándome a cumplir mis metas.

A mis suegros, **Manuel González Burgos** y **Amparo Espinoza Medina**, por ser parte fundamental de mi red de apoyo, gracias por todo lo que hacen por nosotros, sin ustedes y sin su ayuda hubiera sido muy difícil lograrlo. Los quiero mucho.

Al programa de la **Maestría en Ciencia y Tecnología de Alimentos** de la Universidad Autónoma de Sinaloa por haberme aceptado como su alumna y de esa manera contribuir con mi desarrollo tanto personal como profesional.

Al **Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT)**, por el financiamiento otorgado para llevar a cabo la presente investigación.

A mi director de tesis, el **Dr. Ernesto Aguilar Palazuelos**, por su dirección, toda su paciencia, sus enseñanzas, y confiar en mí, así como por todo su apoyo brindado desde que estaba en la licenciatura, ya que ha sido una pieza fundamental desde entonces, es un placer para mí trabajar juntos en distintos proyectos.

A mi directora de tesis, la **Dra. Perla Rosa Fitch Vargas**, por su dirección, paciencia, amistad durante todos estos años y sobre todo mostrar gran disponibilidad a pesar de la distancia. Le agradezco por el apoyo económico durante el proyecto y por todos sus consejos y nuevas enseñanzas. Sin duda una pieza clave en mi formación profesional y le estoy eternamente agradecida por eso, de verdad, muchísimas gracias.

Al **Dr. Abraham Calderón Castro**, por su amistad en el laboratorio, gracias por darme sus mejores consejos para hacer películas comestibles y darme las palabras correctas en mis momentos de estrés.

A la **Dra. Irma Leticia Camacho Hernández**, por todos sus consejos y apoyo incondicional, por encontrar siempre el tiempo y el momento para atender mis dudas, es una excelente doctora y la admiro muchísimo. Muchas gracias por todo.

Al **Dr. Francisco Javier Rodríguez González**, del Centro de Investigación de Química Aplicada en Saltillo, Coahuila, por todo su apoyo en el uso de equipos y técnicas para distintas pruebas de este proyecto, estoy muy agradecida.

Al **MC Adair Jiménez**, del Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial, en Querétaro, por todo su apoyo en el uso de equipos y técnicas microestructurales.

A la **MC Iliana Hetzabet Zazueta Ojeda**, encargada del Laboratorio de Química de la FACIMAR, muchas gracias por todas las anécdotas, pláticas y cafecitos durante mi estancia en la facultad.

Al **Dr. Francisco Delgado Vargas** y la **Dra. Gabriela López Angulo**, por permitirme el uso de equipos de su laboratorio, gracias por la confianza y por ser parte importante de este proyecto.

Al **Dr. José de Jesús Caro Corrales**, por permitirme trabajar con equipos de su laboratorio que sin duda fueron piezas clave para el desarrollo de este proyecto, muchas gracias por eso y sus consejos Dr, lo estimo mucho.

A mi alumna de licenciatura, la **LBG. Itzel Geraldine Rochín del Campo**, por su amistad, dedicación y apoyo incondicional en la parte primordial de este proyecto, gracias por siempre estar disponible aun siendo largas jornadas y cansadas y por tener buena actitud para trabajar, sabes que te quiero mucho.

A los chicos del servicio social de Mazatlán, los **IBT Ximena, Rogelio, Carlos y Daniel**, muchas gracias por ayudarme en la recolección y limpieza de algas, sin duda también ustedes son pieza fundamental para el desarrollo del proyecto y sin su ayuda no hubiera sido posible.

A mi amiga y compañera de laboratorio, la **MC Alette Gastelum**, muchas gracias por recibirme en el laboratorio y por darme sus consejos y apoyo durante la elaboración de este proyecto y hacer este camino muchas ameno y llevadero, agradezco a la vida encontrarme contigo y espero nunca perdamos nuestra amistad.

A mis queridos compañeros de laboratorio, **MC Marco Antonio Sánchez Chilero, MC Yazmin Castro Montoya, MC Samuel, MC Agustín López**, por su amistad y asesorarme en algunas técnicas que necesité emplear durante mi investigación, muchas gracias por todo.

A mis amigos de generación, **MC Edoardo Gastelum, IBQ Ana Paulina Contreras e IBQ Anahí Martínez**, por todas esas idas a comer para desestresarnos, por sus pláticas y amistad. Gracias por volver más ameno este camino y por ser unos tíos muy cariñosos con mi Valen, los quiero mucho.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS.....	vii
ÍNDICE DE CUADROS.....	x
I. RESUMEN.....	1
ABSTRACT.....	3
II. INTRODUCCIÓN.....	5
III. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	8
A. PELÍCULAS COMESTIBLES.....	8
1. Importancia y funciones.....	8
2. Propiedades fisicoquímicas.....	11
a. Propiedades de barrera.....	11
1) Permeabilidad al vapor de agua.....	11
2) Permeabilidad a los gases.....	12
3) Solubilidad.....	13
b. Propiedades mecánicas.....	13
3. Mecanismos de formación.....	14
a. Casting.....	14
b. Extrusión.....	15
4. Materiales para la elaboración de películas.....	16
a. Proteínas.....	16
b. Lípidos.....	17
c. Polisacáridos.....	17
B. ALMIDÓN.....	19
1. Definición y estructura.....	19
2. Fuentes de obtención.....	21
a. Almidón de maíz.....	21

3.	Propiedades del almidón	22
a.	Gelatinización	22
b.	Retrogradación	23
4.	Almidón nativo.....	25
5.	Almidón modificado	25
a.	Almidón acetilado.....	28
6.	Películas comestibles de almidón.....	29
a.	Plastificantes	30
C.	CELULOSA	32
1.	Fuentes de obtención.....	34
a.	Desechos agrícolas.....	34
b.	Macroalgas.....	34
1)	Algas verdes.....	38
a)	<i>Ulva Lactuca</i>	38
2)	Algas pardas.....	39
a)	<i>Padina</i>	40
3)	Algas rojas.....	40
2.	Celulosa de algas	41
3.	Películas comestibles reforzadas con celulosa.....	43
IV.	JUSTIFICACIÓN	45
V.	HIPÓTESIS.....	47
VI.	OBJETIVOS	48
A.	OBJETIVO GENERAL	48
B.	OBJETIVOS ESPECIFICOS	48
VII.	MATERIALES Y MÉTODOS	49

A. MATERIALES.....	49
1. Materia prima	49
a. Recolección y lavado de macroalgas	49
b. Extracción de microcristales de celulosa (MCC).....	52
B. MÉTODOS.....	53
1. Caracterización química de la materia prima.....	53
a. Análisis proximal.....	53
b. Análisis fisicoquímico.....	53
1) Índice de absorción en agua (IAA) e Índice de solubilidad en agua (ISA)53	
2) Fibra neutro-detergente (FND)	54
3) Fibra ácido-detergente (FAD) y lignina ácido-detergente (LAD)....	54
c. Caracterización térmica	55
1) Análisis termogravimétrico (ATG)	55
d. Caracterización microestructural.....	55
1) Difracción de Rayos X	55
2) Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	56
3) Microscopía Óptica (MOP).....	57
2. Elaboración de películas comestibles	57
3. Métodos analíticos	58
a. Propiedades fisicoquímicas	58
1) Propiedades de barrera	58
a) Permeabilidad al vapor de agua	58
b) Solubilidad en agua.....	60
b. Propiedades mecánicas.....	61

1)	Resistencia a la tracción (σ).....	61
2)	Elongación (ϵ).....	61
3)	Módulo de Young (E)	62
4.	Diseño experimental	62
5.	Optimización	63
VIII.	RESULTADOS Y DISCUSIONES	65
A.	MATERIA PRIMA	65
1.	Análisis Proximal.....	65
a.	Almidón Acetilado	65
b.	Macroalgas.....	65
2.	Análisis Físicoquímico.....	71
a.	Almidón acetilado.....	71
b.	Macroalgas.....	73
3.	Caracterización térmica	78
a.	Análisis termogravimétrico (ATG)	78
4.	Caracterización microestructural.....	83
a.	Difracción de Rayos X.....	83
b.	Microscopia electrónica de barrido (MEB).....	86
c.	Microscopia Óptica (MOP).....	88
B.	PELICULAS COMESTIBLES.....	90
1.	Propiedades físicoquímicas	91
a.	Propiedades de Barrera	91
1)	Permeabilidad al Vapor de Agua (PVA).....	91
2)	Solubilidad en Agua.....	96
b.	Propiedades Mecánicas.....	99

1) Resistencia a la tracción (σ).....	99
2) Elongación (ϵ).....	102
3) Módulo de Young (E)	105
C. OPTIMIZACIÓN.....	¡Error! Marcador no definido.
IX. CONCLUSIONES	113
X. BIBLIOGRAFÍA	114
Abreviaturas	127

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig.	Descripción	Pág.
1	Funciones principales de las películas comestibles.	10
2	Estructura de amilosa y amilopectina	20
3	Representación esquemática de los fenómenos de: gelatinización y retrogradación	24
4	Métodos de modificación de almidón nativo	26
5	Estructura química de la celulosa	33
6	Morfología comparada entre un alga y una planta	36
7	Ejemplo de los diferentes tipos de macroalgas	42
8	Localización geográfica de la Isla de la Piedra, Mazatlán, Sinaloa	50
9	Localización geográfica de Playa Pinitos y Playa Norte	51
10	Representación esquemática del proceso de elaboración de las películas comestibles (PC) de microcristales de celulosa (MCC), almidón acetilado y glicerol.	59
11	Curvas termogravimétricas (TG) de algas secas, alcalinizada, blanqueada y microcristales de celulosa	80
12	Curvas termogravimétricas derivadas de alga seca, alcalinizada, blanqueada y microcristales de celulosa	81
13	Patrones de difracción de rayos X y cristalinidad del alga seca, alcalinizada, blanqueada y microcristales de celulosa	84

14	Imágenes de microscopía electrónica de barrido para AS, AAlc, ABla y celulosa	87
15	Imágenes de cambio de color y tamaño de partícula para los distintos tratamientos aplicados para la extracción de celulosa a una magnificación de 200X	89
16	Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en la permeabilidad al vapor de agua (PVA) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina	95
17	Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en la Solubilidad (S) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina	98
18	Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en la resistencia a la tracción (σ) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina	101
19	Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en la elongación (ϵ) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina	104
20	Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en el Módulo de Young (E) de	107

películas comestibles elaboradas a partir de almidón
acetilado y microcristales de celulosa de alga padina

- 21** Deseabilidad individual y global de las variables de la mezcla **110**
y respuestas analizadas durante la optimización

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro	Descripción	Pág.
1	Diseño central compuesto rotable para la obtención de películas comestibles	64
2	Composición proximal del almidón de maíz acetilado	66
3	Composición proximal de las harinas de la macroalgas secas.	67
4	Composición proximal de algas secas y modificadas	70
5	Análisis fisicoquímico del almidón de maíz acetilado	72
6	Análisis fisicoquímico de algas secas y modificadas	74
7	Temperatura máxima de descomposición térmica de las algas secas y modificadas	82
8	Propiedades fisicoquímicas de películas comestibles de almidón de maíz acetilado y microcristales de celulosa	92
9	Análisis de varianza de las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de películas comestibles de almidón de maíz acetilado reforzadas con microcristales de celulosa de alga padina	93
10	Criterios y límites para la optimización	108

I. RESUMEN

En la actualidad existe gran interés en el desarrollo y aplicación de recubrimientos y Películas Comestibles (PC) con el propósito de preservar la calidad de los alimentos, extender su vida útil y mejorar la seguridad alimentaria. Con este fin, se han empleado nuevos recursos para la elaboración de PC, tal es el caso de biopolímeros como el almidón acetilado el cual puede generar materiales con buenas propiedades fisicoquímicas y térmicas. Asimismo, la adición de celulosa a las PC constituye una excelente estrategia para mejorar sus propiedades mecánicas y de solubilidad. En los últimos años, algunas especies de macroalgas han aumentado su biomasa, generando problemas económicos y ambientales en las costas mexicanas por lo que resulta interesante la utilización de este subproducto marino para extraer celulosa. Por lo tanto, el objetivo del presente trabajo fue extraer y caracterizar microcristales de celulosa a partir de macroalgas, así como, evaluar su efecto sobre las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de películas comestibles de almidón de maíz acetilado. En la primera etapa del estudio se aislaron microcristales de celulosa a partir de biomasa de macroalgas (*Padina durvillae*) recolectadas en las costas de Mazatlán, Sinaloa mediante una extracción ácida. Dichos microcristales fueron caracterizados química, térmica y microestructuralmente. En la segunda etapa, se procedió con la elaboración de las PC utilizando un diseño central compuesto rotatable de la metodología de superficie de respuesta. Este diseño se empleó para analizar los datos obtenidos de las distintas variables para las PC. Los factores de estudio fueron: Contenido de Microcristales de Celulosa (CMCC, 0-10%) y Contenido de Glicerol (CG, 20-35%). Las variables de respuesta fueron: Resistencia a la tracción (σ), Elongación (ϵ), Módulo de

Young (E), Permeabilidad al Vapor de Agua (PVA) y Solubilidad (S). El CG presentó efecto significativo sobre todas las variables evaluadas, mientras que el CMCC presentó efecto significativo en ϵ y PVA. A partir del estudio de optimización se obtuvo que las mejores concentraciones de la mezcla fueron, CMCC: 7.48% y CG: 20%. Una vez que se obtuvo el tratamiento óptimo, éste fue caracterizado en función de sus propiedades mecánicas y de barrera (E , ϵ , PVA y S). Los resultados obtenidos indican que las películas elaboradas a partir de almidón de maíz acetilado y microcristales de celulosa se pueden utilizar como recubrimiento o películas comestibles de frutas u hortalizas al presentar una baja permeabilidad al vapor de agua y buenas propiedades mecánicas. Asimismo, se les dio un valor agregado a las macroalgas de la especie *Padina Durvillaei*, el cual es un recurso que hasta el momento genera contaminación ambiental y problemas en el sector turístico en el puerto de Mazatlán, Sinaloa.

ABSTRACT

Actually, there has been an interest in the development and application of coatings and edible films (PC) with the purpose of preserving food quality, extending its shelf life and improving food safety. To this end, new resources have been used for the production of PC, such as biopolymers and as acetylated starch, which can generate materials with good physicochemical and thermal properties. Likewise, the addition of cellulose to PC made from this polysaccharide constitutes an excellent strategy to improve their mechanical and solubility properties. In recent years, some species of macroalgae have increased their biomass, generating economic and environmental problems on the Mexican coast, which is why the use of the marine byproduct to extract cellulose is interesting. Therefore, the objective of the present work was to extract and characterize cellulose microcrystals from macroalgae, as well as to evaluate their effect on the physicochemical and mechanical properties of edible acetylated corn starch films. In the first stage of the study; Cellulose microcrystals were isolated from macroalgae biomass (*Padina durvillae*) collected on the coast of Mazatlán, Sinaloa, through acid extraction. These microcrystals were characterized chemically, thermally and microstructurally. In the second stage, we proceeded with the elaboration of the PCs using a central rotatable composite design of the response surface methodology. This design was used to analyze the data obtained from the different variables for the PCs. The study factors were: Cellulose Microcrystal Content (CMCC, 0-10%) and Glycerol Content (CG, 20-35%). The response variables were: Tensile strength (σ), Elongation (ϵ), Young's Modulus (E), Water Vapor Permeability (PVA) and Solubility (S). The CG presented a significant effect on all the variables evaluated, while the CMCC presented a significant effect on ϵ and PVA. From the

optimization study, it was obtained that the best concentrations of the mixture were CMCC: 7.48% and CG: 20%. Once the optimal treatment was obtained, it was characterized based on its mechanical and barrier properties (E , ϵ , PVA y S). The results obtained indicate that the films made from acetylated corn starch and cellulose microcrystals can be used as coatings or edible films for fruits or vegetables as they have low water vapor permeability and good mechanical properties. Likewise, added value was given to the macroalgae of the *Padina durvillaei* species, which is a resource that until now generates environmental pollution and problems in the tourism sector in the port of Mazatlán, Sinaloa.

II. INTRODUCCIÓN

Actualmente existe una alta demanda por parte de los consumidores por obtener productos naturales y derivados de apariencia natural y con un valor nutricional similar al de los productos frescos, que contengan la menor cantidad de aditivos químicos, conservadores, que sean microbiológicamente seguros, de alta calidad, con una mayor vida útil y que de ser posible estén listos para su consumo inmediato. El aumento de la contaminación ambiental y la necesidad de reducir el uso de plásticos han incrementado un importante interés en sustituir los materiales sintéticos por opciones más amigables con el medio ambiente, elaboradas a partir de recursos naturales (Ribeiro-Cerqueira y col 2017; Calderón-Castro y col 2022).

Las películas y recubrimientos comestibles, sin duda mejoran la calidad de los productos alimenticios, protegiéndolos del deterioro físico, químico y biológico. La aplicación de este tipo de materiales puede mejorar la resistencia física de los alimentos, así como las características visuales y táctiles en las superficies de los productos. También pueden ayudar a proteger los productos alimenticios de la migración de humedad, del crecimiento microbiano, los cambios químicos que se inducen por la luz y la oxidación de nutrientes. Comúnmente las películas y recubrimientos comestibles funcionan como barreras de gases o vapores y como portadores de sustancias activas, como pueden ser, antioxidantes, antimicrobianos, colorantes y saborizantes. Todas estas funciones van a depender de los materiales con los que se elaboren dichas películas comestibles (Díaz-Montes y Castro-Muñoz 2021; Liyanapathiranage y col 2023)

Las películas comestibles pueden estar elaboradas con materiales naturales como proteínas, lípidos y polisacáridos. El almidón ha sido considerado uno de los materiales más prometedores en la formulación de películas comestibles debido a su atractiva combinación de disponibilidad, bajo costo y biodegradabilidad. Sin embargo, en su estructura nativa puede ser menos eficiente debido a que las condiciones de su procesamiento pueden afectar su versatilidad y reducir su uso en aplicaciones industriales. Estas limitaciones se pueden superar llevando a cabo una modificación química del almidón como es la acetilación, la cual da como resultado un almidón más hidrofóbico y por ende películas o recubrimientos comestibles menos solubles en el agua y con una menor permeabilidad al vapor de agua (García-Tejeda y col 2015; Gutiérrez y col 2015; Díaz-Montes y Castro-Muñoz 2021).

Los plastificantes pueden ser añadidos a las soluciones formadoras de películas para que interactúen con los biopolímeros y se modifiquen las propiedades físicas, de barrera o mecánicas de las películas o recubrimientos comestibles, con el fin de obtener el mejor material para que pueda ser aplicado al alimento. Entre los más utilizados se encuentran los polioles, como el glicerol, propilenglicol y el sorbitol (Dangaran y col 2009; Jamarani y col 2018).

Por su parte, la celulosa ha recibido gran atención en los últimos años por sus aplicaciones en distintos tipos de materiales biodegradables. La celulosa es el principal componente estructural de las plantas y la fuente más abundante de carbohidratos complejos en el mundo. Su carácter hidrofílico, alta viscosidad en soluciones diluidas, buenas propiedades formadoras de película e inocuidad han diseminado su uso en la industria alimentaria. Asimismo, se ha reportado que la adición de fibras de celulosa

aumenta la estabilidad de las películas a base de almidón (Nieto 2009; Mujtaba y col 2019). Chen y col (2020) reportaron una mejora en las propiedades mecánicas e hidrofóbicas en películas de almidón de yuca con nanocelulosa como agente reforzante.

Unas de las principales fuentes de obtención de la celulosa es la madera y el algodón, sin embargo, la principal desventaja es el alto contenido de lignina que éstos presentan, por lo que su extracción se vuelve más compleja y dañina para el medio ambiente (Aguilar-Méndez y col 2012). Recientemente, la celulosa de las macroalgas ha ganado atención debido a que presentan poco o carecen del contenido de lignina, por lo que la extracción de la celulosa se vuelve más fácil y amigable con el medio ambiente (Doh y Whiteside 2020). Asimismo, algunos tipos de macroalgas han incrementado su biomasa, distribuyéndose a lo largo de las costas mexicanas generando problemas económicos y de contaminación ambiental, por lo que buscar alternativas para su aprovechamiento es eminente.

Por tal motivo, el objetivo de este trabajo de investigación es extraer y caracterizar microcristales de celulosa a partir de macroalgas (*Padina Durvillaei*) y evaluar su efecto sobre las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de películas comestibles de almidón de maíz acetilado.

III. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

A. PELÍCULAS COMESTIBLES

Las películas comestibles se definen como productos comestibles que forman una capa fina sobre la superficie sólida de un alimento. Estos materiales se caracterizan por otorgar a los alimentos una barrera semipermeable a los gases y al vapor de agua, mejorando sus propiedades mecánicas, actuando como vehículo de sustancias bioactivas. El material puede ser un recubrimiento completo del alimento o puede estar dispuesto como una capa continua entre los componentes alimenticios (Bourtoom 2008; Orozco y col 2018b; Díaz-Montes y Castro-Muñoz 2021).

Las películas y recubrimientos comestibles han recibido una atención considerable debido a sus ventajas sobre las películas sintéticas. La principal ventaja de las películas comestibles sobre las sintéticas es que se pueden consumir con los productos envasados. Las películas comestibles se deben producir exclusivamente a partir de ingredientes renovables, comestibles y seguros (GRAS, por sus siglas en inglés) y, por lo tanto, se anticipa que se degradarán más fácilmente que los materiales poliméricos sintéticos (Bourtoom 2008).

1. Importancia y funciones

Para que una película o recubrimiento comestible pueda ser utilizado sobre un alimento es necesario que se cumplan con diversos requisitos como son: propiedades sensoriales adecuadas, compatibilidad con la naturaleza del alimento, solubilidad y dispersabilidad en su preparación y posterior consumo, así como una buena adhesión a la superficie del alimento (Fitch-Vargas y col 2016).

Los recubrimientos comestibles se aplican o se forman directamente sobre los alimentos, mientras que, las películas comestibles son estructuras autosuficientes que se pueden utilizar para envolver productos alimenticios, y pueden estar ubicados en la superficie del alimento o entre los diferentes componentes de un producto alimenticio. Las películas y recubrimientos comestibles deben producirse a partir de biopolímeros y aditivos de calidad alimentaria, así mismo, deben ser seguros en las condiciones de uso previstas, y ser procesados y aplicados de acuerdo con las buenas prácticas de manufactura. Las funciones más comunes de las películas comestibles se ilustran en la **Figura 1**; deben actuar como barrera contra el gas o vapores, aceites y solutos, proporcionan protección estructural para evitar daños mecánicos durante el transporte, manipulación y exhibición, proteger a los alimentos contra la oxidación, el crecimiento microbiano y otras reacciones químicas (Salgado y col 2015).

Estos materiales también pueden utilizarse para mejorar las características visuales y táctiles de los productos alimenticios, por lo que han sido utilizadas para transportar sustancias activas como antioxidantes, antimicrobianos, nutraceúticos, colorantes y saborizantes (Han y Scanlon 2014).

Dentro de las ventajas que maneja el uso de películas comestibles, es su biodegradabilidad, lo que significa que los microorganismos pueden degradarlos por completo en un proceso de compostaje. El reto de estos productos para el envasado de alimentos y otros usos es que deben cumplir su función de manera segura y efectiva durante el tiempo requerido y una vez que su uso funcional haya terminado, la biodegradación debe continuar. Esto podría contribuir a aminorar los problemas ambientales causados por la acumulación de materiales sintéticos no renovables

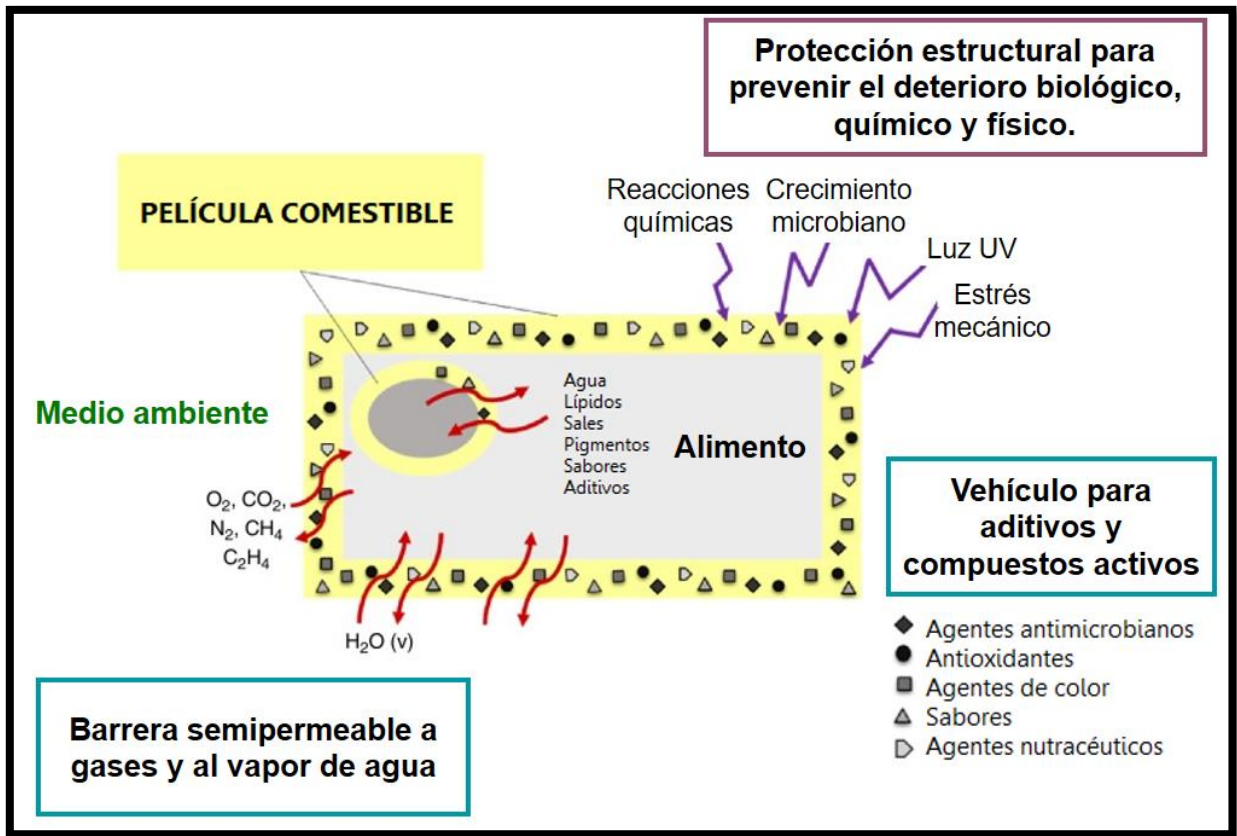


Figura 1. Funciones principales de las películas comestibles

Fuente: Salgado y col (2015)

y no biodegradables que son ampliamente utilizados (Salgado y col 2015).

2. Propiedades fisicoquímicas

Las películas comestibles presentan distintas propiedades que se verán influenciadas por la materia prima de las que se encuentran constituidas, así como por el proceso por el que son elaboradas, tales como las propiedades de barrera y mecánicas (Han 2014).

a. Propiedades de barrera

1) Permeabilidad al vapor de agua

Una de las propiedades más importantes que puede presentar una película o recubrimiento comestible es la resistencia a la migración de humedad, esto debido a los niveles críticos de actividad de agua (a_w) que se deben mantener en muchos alimentos, los cuales pueden comprometer la calidad, estabilidad y seguridad del producto (Fitch-Vargas y col 2016).

La permeabilidad al vapor de agua (PVA), indica la capacidad que tienen las películas o recubrimientos comestibles para el control del transporte de vapor de agua entre la atmósfera y el alimento, por lo que podrían prolongar la vida de anaquel del mismo. Por tal motivo es que la PVA de los empaques alimenticios debe ser lo más baja posible (Han Lyn y Nur Hanani 2020).

La PVA de la película puede verse afectada por diversos factores, como son la temperatura, humedad relativa, a_w , composición del alimento, solventes o plastificantes empleados. Uno de los factores más importantes que afecta la PVA, es el uso de plastificantes, ya que cuanto mayor contenido de plastificante, mayor será la PVA, porque su presencia disminuye las fuerzas intermoleculares en las cadenas del

polímero, dando una mayor movilidad molecular, aumentando su permeabilidad al agua (Joaqui y Villada 2013; Pashova y col 2019). Las películas con un alto contenido de plastificante solo pueden ser utilizadas como barreras protectoras para limitar el intercambio de humedad por aplicaciones de tiempo corto o en alimentos con humedad baja, ya que se comportan pobres como barrera frente al paso del vapor de agua, por su naturaleza hidrófila tienen afinidad por el agua y permite su paso, por lo que sus aplicaciones se ven limitadas. Sin embargo, las películas que se encuentran elaboradas con compuestos hidrofóbicos como resinas y ceras, proteínas insolubles en agua, son las más eficaces retardando los intercambios de humedad (Guilbert y col 1995; Marzo Rojas 2010; Jamarani y col 2018).

2) Permeabilidad a los gases

La permeabilidad a los gases de la película puede ser vista como un factor negativo o positivo dependiendo de la aplicación y la naturaleza del gas permeante. Si se requiere liberar gases producidos por las reacciones metabólicas del alimento, es deseable que una película comestible sea permeable. Un ejemplo de esto es la difusión de los productos de respiración de frutas y vegetales a través de las PC, como el caso del etileno y dióxido de carbono, los cuales están involucrados con los procesos de maduración y senescencia. Por otra parte, si se requiere que el alimento no sufra alteraciones por la entrada de gases como el oxígeno (alimentos altos en grasas insaturadas) es deseable una baja permeabilidad, así el control de los intercambios gaseosos permite la atenuación de los procesos de oxidación que se dan en determinados alimentos, como el enranciamiento de grasas en cacahuates (Marzo Rojas 2010; Ballesteros-Mártinez y col 2020).

3) Solubilidad

La solubilidad en agua es un factor importante para determinar las aplicaciones de las películas o recubrimientos comestibles. En algunos casos, se desea una película fácilmente soluble, tal como una bolsa soluble que contiene ingredientes alimenticios, mientras que en otros casos podría preferirse una película insoluble para proveer resistencia al agua y mejorar la integridad del alimento (Del Valle-Soazo 2012).

b. Propiedades mecánicas

Es de gran importancia que la película o el recubrimiento comestible posea buenas propiedades mecánicas, ya que, aunque sus propiedades fisicoquímicas sean los mejores, de nada serviría si no se conserva una integridad mínima durante el manejo, embalaje y transporte. Para que se considere como bueno, tiene que tener una fuerza mecánica adecuada, además de estar exento de ciertos defectos así como de roturas o poros (Marzo Rojas 2010).

Las propiedades mecánicas de los recubrimientos y películas comestibles dependen en gran medida del tipo de material que se emplea para su elaboración, especialmente de su grado de cohesión, es decir, la habilidad del polímero para formar muchos puentes moleculares entre las cadenas poliméricas y que estos sean estables. De igual forma, las interacciones entre el material formador de la película con otras sustancias como agua, plastificantes, lípidos y otros aditivos dispersos en la matriz, influyen notablemente en su comportamiento mecánico (Biquet y Guilbert 1986; Guilbert y col 1996).

El rendimiento mecánico de una película generalmente se evalúa mediante la resistencia a la tracción (σ), elongación (ϵ) y módulo de Young (E). La resistencia a la

tracción representa la fuerza máxima que la película puede soportar, la elongación indica el estiramiento de la película antes de su ruptura y el módulo de Young determina la rigidez de la película comestible (Fabra y col 2008; Han 2014).

Cabe destacar que las propiedades mecánicas de las películas o recubrimientos comestibles se pueden ver afectadas por las propiedades fisicoquímicas del material, las cuales influirán en la estabilidad y flexibilidad de la película. Además, condiciones ambientales como la temperatura y humedad relativa durante la producción, el almacenamiento y el uso de las mismas películas, también puede alterar sus propiedades mecánicas (Fitch-Vargas 2014).

3. Mecanismos de formación

Para la formación de las películas se han desarrollado diversas técnicas, ya sea generando un recubrimiento sobre el alimento o bien configurando películas independientes. A continuación, se presentan los métodos más utilizados en el área de investigación:

a. Casting

Este método requiere la formación de una solución que contenga un polímero formador y un disolvente acuoso que puede ser agua, alcohol o una solución multicomponente. Para esto, es necesario el calentamiento de la solución y la adición de algún plastificante para mejorar el rendimiento mecánico de la película. Dicha solución se distribuye manualmente en una superficie plana nivelada como en cajas de petri, moldes de vidrio, moldes de acrílico, teflón, entre otros. Posteriormente, la solución se somete a un proceso de secado bajo condiciones ambientales controladas (temperatura, humedad relativa y tiempo). El método de secado puede afectar las

propiedades físicas de la película, incluyendo la morfología, la apariencia y las propiedades mecánicas y de barrera (Perez-Gago y Krochta 2002; Dangaran y col 2009; Rojas-Graü y col 2012).

Existen diversos tipos de equipos disponibles, desde un molde simple hasta aparatos de laboratorio más avanzados, continuos y discontinuos. Esta técnica permite la obtención de películas independientes y de calidad, que facilitan la caracterización e investigación de sus propiedades (Marzo Rojas 2010; Del Valle-Soazo 2012).

b. Extrusión

En este método se emplean altas temperaturas, presión y agitación mecánica vigorosa que facilita la integración de los componentes de la película comestible. La tecnología de extrusión se fundamenta en las propiedades termoplásticas de los polímeros, los cuales, al ser sometidos a temperaturas superiores a su punto de transición vítrea en condiciones de bajo contenido de humedad, experimentan un cambio en su estado físico. Las temperaturas elevadas y el cizallamiento que se manejan dentro del extrusor contribuyen al ablandamiento y fundición del polímero, lo que permitirá que se forme una matriz de película cohesiva (Dangaran y col 2009; Marzo Rojas 2010; Skurtys y col 2010).

El proceso de extrusión es más rápido y requiere menos energía debido al hecho que se pueden alimentar soluciones más concentradas, con lo cual los costos para la formación de películas a base de biopolímeros se llevarían a un rango más competitivo con la producción de películas sintéticas (Dangaran y col 2009).

4. Materiales para la elaboración de películas

Los principales componentes de los recubrimientos y películas comestibles son sustancias generalmente reconocidas como seguras (GRAS, por sus siglas en inglés) tales como lípidos, proteínas, derivados de celulosa, almidón y otros polisacáridos (García y col 2000). Los lípidos son utilizados para reducir la transmisión de agua, los polisacáridos para controlar la transmisión de oxígeno y otros gases, y las proteínas para dotar al recubrimiento o a la película de estabilidad mecánica. Estos materiales pueden ser empleados ya sea de manera individual o en mezclas, formando recubrimientos y películas compuestas, sin alterar las características organolépticas del alimento (Díaz-Montes y Castro-Muñoz 2021) (Pavlath y Orts 2009).

Adicionalmente, las formulaciones pueden incluir plastificantes, emulsionantes, saborizantes, compuestos antimicrobianos, entre otros, para mejorar las propiedades funcionales de los recubrimientos y películas comestibles (Del Valle-Soazo 2012).

a. Proteínas

Las proteínas son macromoléculas con secuencias de aminoácidos y estructuras moleculares específicas. Las características más distintivas de las proteínas en comparación con otros materiales utilizados para la formación de películas comestibles son su desnaturalización conformacional, cargas electrostáticas y naturaleza anfipática. Las estructuras secundaria, terciaria y cuaternaria de las proteínas se pueden modificar fácilmente para controlar las propiedades físicas y mecánicas de las películas y recubrimientos preparados. Las proteínas para formar recubrimientos comestibles se derivan de diversas fuentes animales y vegetales, incluidos

tejidos animales, leche, huevo, cereales y semillas oleaginosas (Krochta 2002; Han 2014).

b. Lípidos

Los principales compuestos lipídicos utilizados para formar recubrimientos comestibles son monoglicéridos acetilados, ceras naturales y tensioactivos. Los lípidos más eficaces son la cera de parafina y la cera de abeja. La principal función de este tipo de recubrimientos es bloquear el transporte de humedad debido a su baja polaridad. Generalmente, la permeabilidad al vapor de agua disminuye cuando aumenta la concentración de la fase hidrofóbica. Por el contrario, la naturaleza hidrofóbica de los lípidos puede promover la formación de películas más gruesas y quebradizas. En consecuencia, se sugiere asociar a los lípidos con proteínas o polisacáridos como el almidón. A menudo las películas a base de lípidos se apoyan en una matriz conformada, generalmente, por un polisacárido para proporcionar resistencia mecánica (Bourtoom 2008).

c. Polisacáridos

Los polisacáridos son los materiales más utilizados en la formación de películas y recubrimientos comestibles (Rojas-Graü y col 2012). Esto es debido a la gran cantidad de grupos hidroxilo u otros restos hidrofílicos presentes en la estructura de un polisacárido, por lo que los enlaces de hidrógeno desempeñan un papel fundamental en la formación de las películas comestibles y sus características funcionales (Bourtoom 2008; Han 2014).

Las películas a base de polisacáridos ofrecen diversas ventajas con respecto a otros biopolímeros, como su capacidad de disminuir la permeabilidad a los gases. Esto es gracias a la combinación de su estructura polimérica, grupos funcionales y

flexibilidad, lo que contribuye a una mejor adhesividad. Sin embargo, al tener un gran número de grupos hidroxilo disponibles, su eficacia como barreras físicas contra la humedad se ve reducida. Para superar este desafío, se pueden emplear diferentes estrategias, como la creación de mezclas con diversos biopolímeros, la incorporación de materiales hidrófobos como aceites o ceras, o la modificación química de la estructura del biopolímero (Fitch-Vargas 2014; Vukić y col 2017).

Entre los polisacáridos más empleados para la formación de películas comestibles se encuentran la celulosa, derivados de almidón, derivados de pectina, extractos de algas marinas, gomas de fermentación microbiana y quitosano. De éstos, de acuerdo a la literatura, el almidón es considerado como uno de los biopolímeros más convenientes por su alta disponibilidad, precio y rendimiento, con respecto a otros (Fitch-Vargas y col 2016).

B. ALMIDÓN

1. Definición y estructura

El almidón tiene diversas aplicaciones tanto en la industria alimenticia, como farmacéutica, textil y papelera. Es considerado el segundo biopolímero natural en orden de abundancia después de la celulosa, siendo uno de los componentes más importantes en la dieta humana, aportando entre el 75 y 80% del consumo energético total. Puede encontrarse en cereales, raíces, frutos, semillas, tubérculos, e incluso en bacterias que lo generan como mecanismo de defensa ante situaciones de estrés presentes en su medio (Harni y col 2021; Chi y col 2023b)

Este carbohidrato está constituido por polímeros de α -D glucosa, un monosacárido de seis carbonos, conocida como D-glucopiranososa cuando se encuentra en forma anillada. En presencia de agua, las moléculas de glucosa se unen mediante enlaces glucosídicos. La condensación de una molécula de agua puede ocurrir principalmente en los carbonos 1 y 4 o entre los carbonos 1 y 6. Durante esta condensación, se forma un enlace de puente de hidrógeno. Estos enlaces tienen configuración α , lo que conduce a la formación de estructuras helicoidales (Compart y col 2023)

En la **Figura 2** se muestran los dos tipos de polisacáridos que se encuentran en el almidón: la amilosa, que presenta una estructura lineal y se encuentra formada a partir de la unión de D-glucosa mediante enlaces α 1-4 y la amilopectina, donde la D-glucosa además de encontrarse unida mediante los enlaces α 1-4, presenta ramificaciones unidas por enlaces α 1-6 (Huang y col 2005). Una de las propiedades

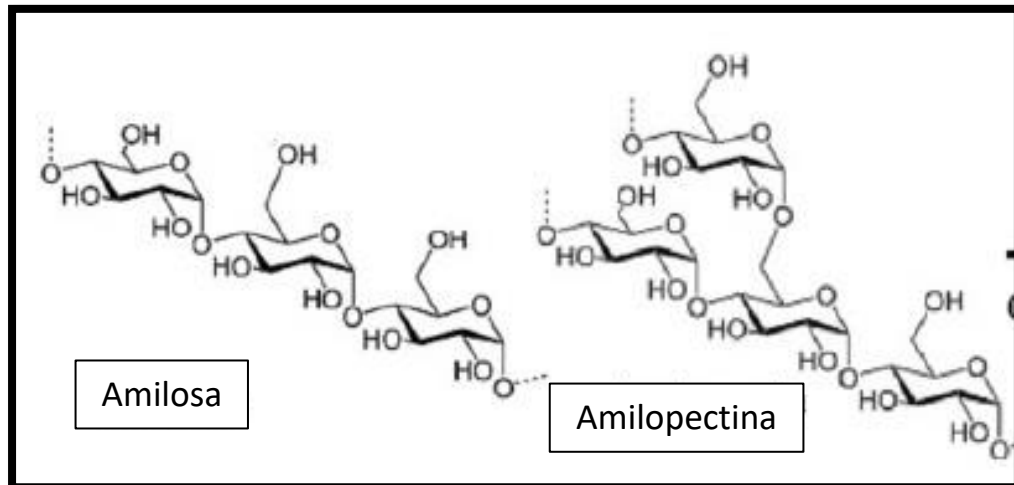


Figura 2. Estructura de amilosa y amilopectina

Fuente: Chi y col (2023a)

más importantes del almidón nativo es su arreglo “semicristalino” de su estructura, la cual se debe a la conformación de “cluster” de la amilopectina es el componente dominante para la cristalización en la mayoría de los almidones. La parte amorfa se encuentra formada por regiones ramificadas de amilopectina y amilosa (Ruiz 2014).

2. Fuentes de obtención

Las principales fuentes de almidón son los cultivos de cereales tales como el arroz, el maíz, el trigo, y tubérculos como la papa, raíces tuberosas como la mandioca, el taro y la jícama, aunque en otras partes del mundo se utilizan otros tipos de cultivos.

El almidón se deposita en los órganos de las plantas en forma de gránulos relativamente densos, insolubles en agua, con un tamaño entre 1 y 100 μm , una composición química y morfología que depende de la especie vegetal. Al ser sintetizado en diferentes tejidos y órganos de las plantas puede aislarse de distintas fuentes, las cuales se clasifican en cinco grupos, tubérculos y raíces, cereales, leguminosas, frutos y el último grupo comprende a los almidones obtenidos de fuentes botánicas que están sujetas a mutación genética que alteró el almidón (ceroso y alto en amilosa) (Liu 2005).

a. Almidón de maíz

El maíz es el cereal más importante y significativo después del trigo en los mercados mundiales. El producto de mayor volumen producido en la molienda húmeda de maíz es el almidón, recuperado en forma purificada con una eficiencia de 93 a 96% con respecto al volumen de almidón contenido en el grano de maíz. El almidón del maíz industrializado es un polvo blanco fino altamente purificado, conteniendo solamente cerca de 0.25% de proteína, menos de 0.1% de minerales y 0.65% de

grasa. Existen cuatro clases de almidón de maíz: el almidón del maíz normal que contiene 25% de amilosa; el del maíz ceroso que contiene cerca del 100% de amilopectina y dos clases correspondientes a maíces amiláceos, es decir, de alto contenido de amilosa (55% y entre 70 y 75%). El almidón de maíz se representa naturalmente como gránulos pocos esféricos de 5 a 30 μm de diámetro (14 μm , en promedio). La facilidad para formar gel, la retrogradación, junto con la adhesividad, la habilidad para formar películas y la digestibilidad, combinadas con el bajo costo, hacen al almidón de maíz un material útil para la manufactura de productos alimenticios e industriales (Tharanathan 2003; Zhang y col 2021).

3. Propiedades del almidón

a. Gelatinización

La gelatinización es el proceso en el cual los gránulos de almidón, inicialmente insolubles en agua fría, se calientan a una temperatura de aproximadamente 60-70°C. Durante este proceso comienza una absorción gradual de agua en las zonas intermicelares amorfas, las cuales son menos organizadas y más accesibles. Este proceso se define como la pérdida de semicristalinidad de los gránulos de almidón en presencia de calor y altas cantidades de agua, con muy poca o ninguna ocurrencia de despolimerización (Chi y col 2023a).

La movilidad térmica de las moléculas durante la gelatinización genera una disminución de la cristalinidad mediante el desenrollado de las dobles hélices presentes en la estructura del almidón. Este proceso continúa hasta que la estructura granular se fragmenta casi por completo, dando lugar a una matriz viscosa y homogénea. La gelatinización es un paso fundamental en muchos procesos de

alimentos, ya que influye en la textura, viscosidad y otras propiedades importantes de los productos finales (Nasseri y col 2020; Chi y col 2023a).

Al inicio del proceso, el hinchamiento es reversible y las propiedades ópticas del gránulo no se pierden; sin embargo, cuando se alcanza una cierta temperatura, el hinchamiento llega a ser irreversible afectando la estructura del gránulo (**Figura 3A**). Es un proceso endotérmico que va acompañado de la lixiviación de la amilosa y pérdida de la birrefringencia del gránulo. Al final de este fenómeno se genera una pasta en la que existen cadenas de amilosa de bajo peso molecular altamente hidratadas que rodean al resto de los gránulos, también hidratados (López 2011).

La intensidad de la gelatinización depende de la fuente botánica de la que proviene el almidón, del contenido de humedad de la muestra, de la relación amilosa/amilopectina, así como de ciertas condiciones experimentales tales como pH, presencia de sólidos, etc. (Zhang y col 2014).

b. Retrogradación

La retrogradación es un fenómeno que se presenta posterior a la gelatinización cuando deja de introducirse calor y comienza la etapa de enfriamiento (**Figura 3B**). Ocurre un incremento espontáneo del estado del orden, es decir, los puentes de hidrógeno se reorganizan y las cadenas moleculares se reorientan formando estructuras ordenadas y/o cristalinas. En este fenómeno, se observa un decremento de la solubilidad en el agua fría (Chi y col 2023a).

En la literatura, diversos autores han propuesto que las dobles hélices de las cadenas cortas de la amilopectina forman laminillas cristalinas, las cuales

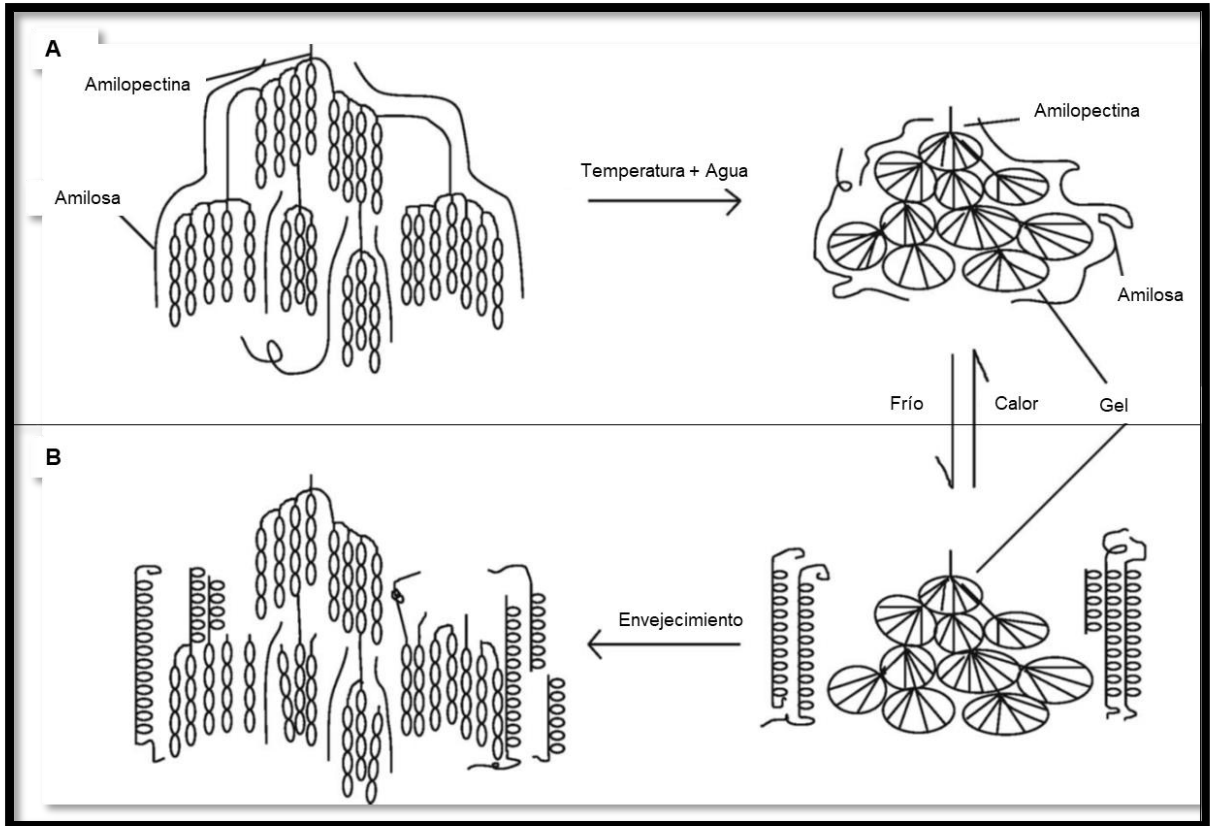


Figura 3. Representación esquemática de los fenómenos de: (A) gelatinización y (B) retrogradación.

Fuente: Khan y col (2017)

gradualmente se agrupan para formar racimos cristalinos. Otros investigadores proponen que la retrogradación del almidón se produce como resultado del enlace de hidrogeno intermolecular entre el O₂ situado en el carbono 6 de los residuos de glucosa de las moléculas de amilosa y el grupo OH de los residuos de glucosa de las cadenas laterales cortas de las moléculas de amilopectina, así como del enlace entre el grupo OH de los residuos de amilosa y el O₂ de los residuos de las cadenas cortas de amilopectina (Tako y Hizukuri 2000; Delville y col 2003).

4. Almidón nativo

Los almidones en su estado nativo tienen propiedades físicas, químicas y funcionales que son aprovechadas por la industria para necesidades específicas. Sin embargo, este tipo de almidón suele carecer de versatilidad para tolerar las condiciones de procesamiento, el manejo durante la distribución y almacenamiento (Slattery y col 2000).

5. Almidón modificado

Las necesidades que no pueden otorgar los almidones nativos, se pueden satisfacer cuando éstos son modificados, siendo de gran importancia no sólo en la industria de alimentos, sino también en la industria del papel, textil, y farmacéutica, entre otros (Wurzburg y Szymanski 1970; Bello-Pérez y col 2002). El almidón puede ser sometido a distintos tipos de modificaciones, las cuales pueden ser: químicas, físicas o enzimáticas, como se muestra en la **Figura 4**, o bien por una combinación entre éstas, que pueden causar cambios en su estructura, para obtener así las características deseadas en un producto final (García-Tejeda 2009).

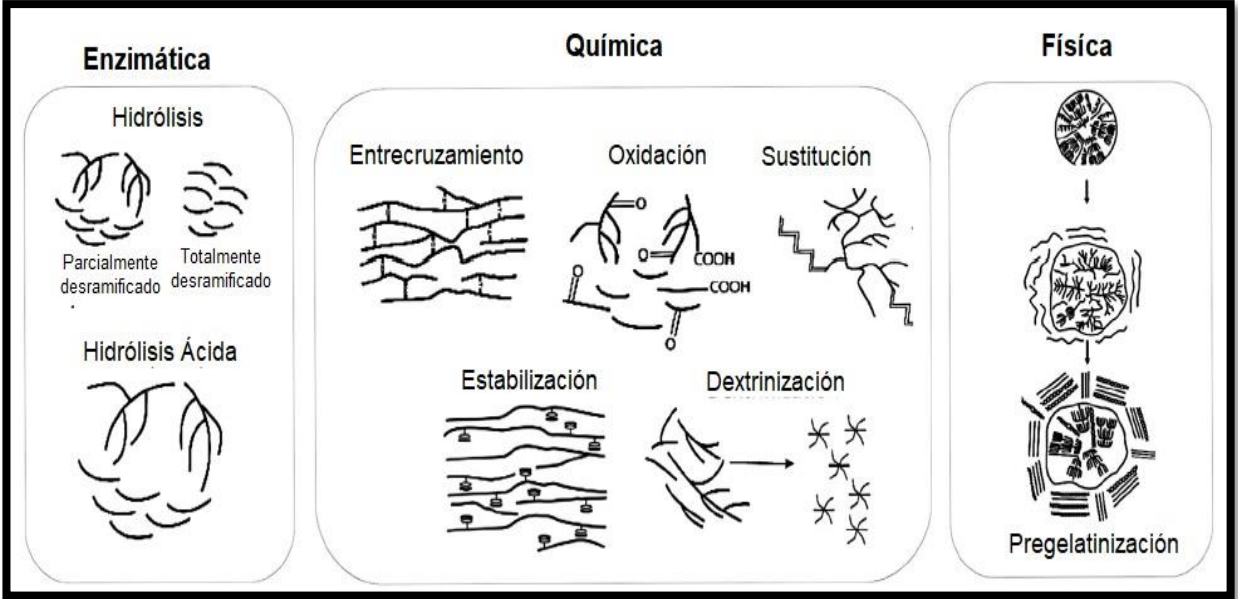


Figura 4. Métodos de modificación de almidón nativo

Fuente: Bello-Perez y Agama-Acevedo (2017)

El objetivo de modificar a los almidones nativos es realizar una alteración en algunas de las siguientes propiedades: temperatura de formación de pasta, relación de sólidos/viscosidad, resistencia de los almidones a la disminución de viscosidad por la adición de ácidos, calor, y acción mecánica (esfuerzo cortante), tendencia a la retrogradación y para aumentar o disminuir el carácter iónico hidrofílico o hidrofóbico. Todo esto logrado mediante la desorganización molecular que sufre el almidón (Fitch-Vargas y col 2019).

La modificación química del almidón está directamente relacionada con las reacciones de los grupos hidroxilo del polímero de almidón. Reacciones vía éter, formación de ésteres, oxidación y la hidrólisis de los grupos hidroxilos, son algunos ejemplos de modificaciones químicas. Por su parte, el grado de sustitución está relacionado con la modificación química e indica el promedio del número de sustituciones por unidad de anhidro glucosa en el almidón. El máximo grado de sustitución (Godswill) es 3 debido a que se presentan tres grupos hidroxilos disponibles por unidad de anhidro glucosa (Peñaranda-Contreras y col 2008).

La conversión y derivatización se utilizan para obtener almidones químicamente modificados. El método de conversión reduce la viscosidad del almidón nativo. Los métodos de conversión incluyen; hidrólisis ácida, oxidación, dextrinización y tratamiento enzimático, proporcionando productos de almidón con diferente funcionalidad (Tharanathan 2005).

Por su parte, la derivatización de los almidones, modifica las características de gelatinización y cocción, así como, disminuye la tendencia a la retrogradación y gelificación de la amilosa. Como consecuencia, se incrementa la capacidad de retención de agua a bajas temperaturas, minimizando la sinéresis debido a un incremento en el carácter hidrofílico del almidón. Además, la sustitución imparte propiedades hidrófobas y/o se pueden introducir sustituyentes iónicos. Puede inducir espesamiento, gelificación, propiedades de unión y formación de películas. Las técnicas incluidas en este método de modificación son reticulación, oxidación, esterificación o eterificación, hidrólisis ácida o enzimática y dextrinización (Bello-Perez y Agama-Acevedo 2017).

La esterificación del almidón se puede realizar por reacción con ácidos inorgánicos y orgánicos. El almidón al reaccionar con los agentes esterificantes, los grupos ácidos forman los ésteres de almidón que pueden incorporarse tanto a la amilosa como a la amilopectina. La reacción más común de esterificación es la acetilación, la cual se produce con la reacción del almidón con anhídrido acético en un suspensión acuosa (Grüll y col 2005; Kapelko-Zeberska y col 2015).

a. Almidón acetilado

La acetilación es uno de los métodos químicos más comunes para la modificación del almidón. El acetato de almidón, que contiene 0.5-2.5% de grupos acetilo, es típicamente utilizado para aplicaciones en alimentos. El límite que propone la Food Drug Administration (FDA, por sus siglas en inglés) para el contenido de grupos acetilo en almidones para uso alimentario es 2.5%. Los almidones acetilados son típicamente preparados por la adición lenta de anhídrido acético o vinil acetato a una suspensión

de almidón alcalinizada con hidróxido de sodio a pH 7.5-9.0. Una vez que la reacción es completada, la solución de almidón es neutralizada y lavada. El almidón acetilado es recuperado como un polvo por centrifugación y secado (Thomas y Atwell 1999). Este proceso disminuye la temperatura de transición vítrea y de gelatinización del almidón, asimismo incrementa la transparencia de los materiales fabricados con almidón y se utiliza en la fabricación de materiales para empaque o biomedicina (González y Pérez 2002; Lawal y Adebawale 2005).

La principal característica de los almidones acetilados es su capacidad para iniciar el proceso de gelatinización a temperaturas más bajas en comparación con los almidones nativos, manifestando un pico a aproximadamente 10°C menos. Además, estos almidones muestran una menor tendencia a la retrogradación durante el enfriamiento. Específicamente, los almidones entrecruzados se utilizan ampliamente como espesantes en la industria de enlatados, gracias a su estabilidad y transparencia, así como en aplicaciones para productos refrigerados y congelados. La acetilación ayuda a prevenir la sinéresis y la apariencia turbia de los geles (Thomas y Atwell 1999).

6. Películas comestibles de almidón

Las películas comestibles a base de almidón a menudo son transparentes, flexibles e insípidas, y han sido ampliamente utilizadas en el envasado y revestimiento de productos alimenticios, debido a que poseen baja permeabilidad al CO₂ y O₂. Sin embargo, la naturaleza hidrofílica del almidón nativo procesado, lo hace susceptible a la absorción de agua, lo que resulta en un rendimiento inadecuado en la permeabilidad al vapor de agua y propiedades mecánicas. Para resolver estas limitaciones y obtener

materiales con mejores propiedades, se adicionan a la matriz de la película ciertos aditivos como los plastificantes (Zhang y col 2008; Pelissari y col 2019).

Asimismo, se ha reportado que la acetilación permite producir un almidón más hidrófobo y, por tanto, películas comestibles con menor afinidad al agua y mejores propiedades mecánicas. Rusmawati y col (2020) reportaron bajos valores de solubilidad y contenido de humedad en películas de almidón de sagú acetilado, esto debido al proceso de acetilación el cual aumentó las propiedades hidrofóbicas del almidón por la sustitución de grupos hidroxilo por grupos acetilo.

Por su parte, Mehboob y col (2020) evaluaron el efecto del almidón de sorgo acetilado en películas comestibles, dando como resultado mejores propiedades mecánicas comparadas con las elaboradas de almidón nativo. Colussi y col (2017) estudiaron el efecto de la acetilación en películas de almidón de arroz con bajo, medio y alto contenido de amilosa y reportaron una mayor elongación y una degradación más rápida de las películas de almidón acetilado en comparación con las películas de almidón nativo.

a. Plastificantes

Los plastificantes son compuestos de bajo peso molecular que se utilizan para mejorar la termoplaticidad de los biopolímeros (Vukić y col 2017). En la mayoría de los casos, los plastificantes son necesarios para películas y recubrimientos comestibles a base de polisacáridos y proteínas. Pueden posicionarse entre las moléculas del biopolímero e interferir con las interacciones polímero-polímero para mejorar la flexibilidad y la procesabilidad del material. Estas propiedades implican que los plastificantes disminuyan la relación entre la región cristalina y la región amorfa por

lo que se reduce la temperatura de transición vítrea. La adición de plastificantes no solo afecta las propiedades mecánicas, sino también la resistencia de las películas comestibles a la penetración de vapores y de gases (Han 2014; Eslami y col 2023).

Los plastificantes que comúnmente son utilizados en la elaboración de películas y recubrimientos comestibles son los polioles, entre los que se incluyen el glicerol, propilenglicol, polipropilenglicol, sorbitol y sacarosa. La efectividad de un plastificante depende de tres cosas: tamaño, forma y compatibilidad con la matriz polimérica. Además, su punto de ebullición debe ser lo suficientemente alto como para evitar que se evapore durante el procesamiento y el secado (Zhang y col 2008; Dangaran y col 2009).

El glicerol es uno de los plastificantes más utilizados en la industria alimenticia y de polímeros debido a su pequeño tamaño y fácil inserción dentro de las redes tridimensionales del almidón. El glicerol está aprobado por la FDA como aditivo alimentario, y es capaz de reducir las fuerzas intermoleculares de las cadenas de los biopolímeros, incrementando su movilidad y flexibilidad (Vukić y col 2017).

C. CELULOSA

La celulosa es el biopolímero más abundante en la tierra. Es un material insoluble que se encuentra en las paredes celulares de las plantas de todas las frutas y verduras, y está presente en las hojas, troncos y cortezas de las plantas superiores como componente estructural. Es un biopolímero de alto peso molecular, lineal y polidisperso. Sus cadenas tienen una alta tendencia a formar agregados altamente ordenados, como consecuencia de su constitución química y de su capacidad para formar enlaces de hidrógeno inter e intramoleculares entre los grupos hidroxilo de las unidades de anhidroglucosa (**Figura 5**). Los enlaces de hidrógeno son los responsables de la alta cohesión molecular en la celulosa, al mismo tiempo que la ausencia de ramificaciones, originan que las cadenas puedan alinearse en grupos, formando zonas ordenadas, cristalinas, unidas a regiones amorfas. Por tanto, la celulosa es un macromolécula semicristalina con un carácter hidrofílico pero insoluble en el agua, con todos los grupos hidroxilo comprometidos en la formación de enlaces de hidrógeno (García-García y col 2013).

Recientemente, en diversas investigaciones, se ha analizado el efecto que tiene el incorporar celulosa en las soluciones formadoras de películas o recubrimientos comestibles. Mujtaba y col (2019) reportan que la adición de nanofibras de celulosa mejoran significativamente las propiedades mecánicas e hidrofóbicas de las películas de mucílago de chíá. En un trabajo similar por Xu y col (2019) se evaluó el efecto de la incorporación de nanofibras de celulosa en películas comestibles a base de quitosano, y se observó que la adición de ellas, incrementó la fuerza de tensión en comparación con la muestra control.

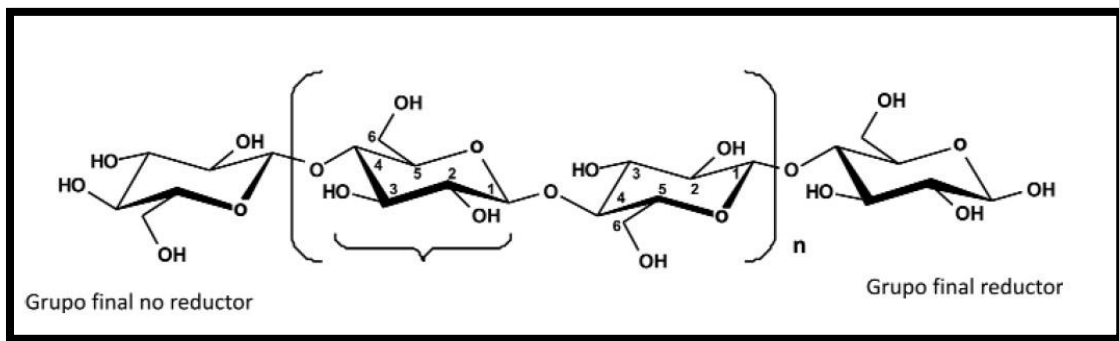


Figura 5. Estructura química de la celulosa

Fuente: García-García y col (2013)

1. Fuentes de obtención

a. Desechos agrícolas

La industria agrícola es una de las principales fuentes de generación de residuos sólidos ricos en celulosa, los que están constituidos principalmente por los tallos, raíces, hojas u otras partes de las plantas que no son utilizadas durante los procesos de fabricación (Kadirvelu y col 2003; Shah y col 2005).

El bagazo de caña de azúcar es un material lignocelulósico constituido principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina. Se obtiene como subproducto o residuo en las centrales azucareras después de la extracción del jugo de caña de azúcar y representa aproximadamente entre el 25 y 40% del total de material procesado, dependiendo del contenido de fibra de la caña y la eficiencia en la extracción del jugo (Pernaite y col 2008; Gilfillan y col 2012). Asimismo, existen muchos otros tipos de industrias y materias primas que pueden proporcionar desechos ricos en material lignocelulósico, del cual se podría extraer celulosa, cómo la industria agrícola, alimentaria y textil, sólo por mencionar algunas.

b. Macroalgas

Las macroalgas se distinguen de otras formas vegetales por su talo, un aparato vegetativo multicelular que carece de raíces, tallos, hojas o flores. La capacidad de fijación de las algas les permite adherirse al sustrato, eliminando la necesidad de raíces para la absorción de nutrientes, ya que estos son absorbidos a través de toda su superficie en contacto con el agua. Además, las macroalgas no poseen vasos conductores, con excepción de algunos rudimentarios presentes en ciertas algas pardas, como los fucus. Los talos de las macroalgas están coronados por un

pedúnculo conocido como estípíte, que finaliza en un estructura arbórea o en varias ramificaciones denominadas frondas (**Figura 6**) (Benhamouda y Sebti 2021).

Las macroalgas desempeñan un papel significativo en el ecosistema marino, con más de 1,200 especies que abarcan todos los niveles evolutivos. Estas especies tienen la capacidad de producir una variedad de sustancias, algunas de las cuales actúan como mecanismos de defensa contra los depredadores naturales. De esta manera, las algas representan una vasta fuente de moléculas con potencial actividad biológica (Farid y col 2009). Contienen altas cantidades de carbohidratos (hasta un 60%), cantidades medias/altas de proteínas (10-47%), bajas cantidades de lípidos (1-3%) con un contenido variable de cenizas (7-38%) y un porcentaje de humedad que suele llegar a un 94% de su peso total para algunas especies. A pesar de contener un alto porcentaje de polisacáridos, su aporte calórico es muy bajo, esto debido a que la mayoría no son digeridos por nuestro sistema digestivo y forman parte de la fibra dietética (Kraan 2013; Filian-Cevallos y Vásquez-García 2018).

Con la disminución de los recursos disponibles de tierra y agua dulce, los océanos se han convertido en alternativas atractivas para la producción de biomasa valiosa, comparable a los cultivos terrestres. Las macroalgas cultivadas bajo sistemas de cultivo controlados y sostenibles son probablemente el método futuro de suministrar biomasa para satisfacer las necesidades de desarrollo del mercado (Kraan 2013).

La costa de Sinaloa ha sido una de las pocas estudiadas con tan solo 160 especies de macroalgas registradas, de las cuales 31 son algas verdes (*Chlorophyta*), 14 algas pardas (*Phaeophyta*), y 115 algas rojas (*Rhodophyta*). A pesar que el estado de Sinaloa cuenta con 656 km de litoral y una superficie de 2216 km² de lagunas

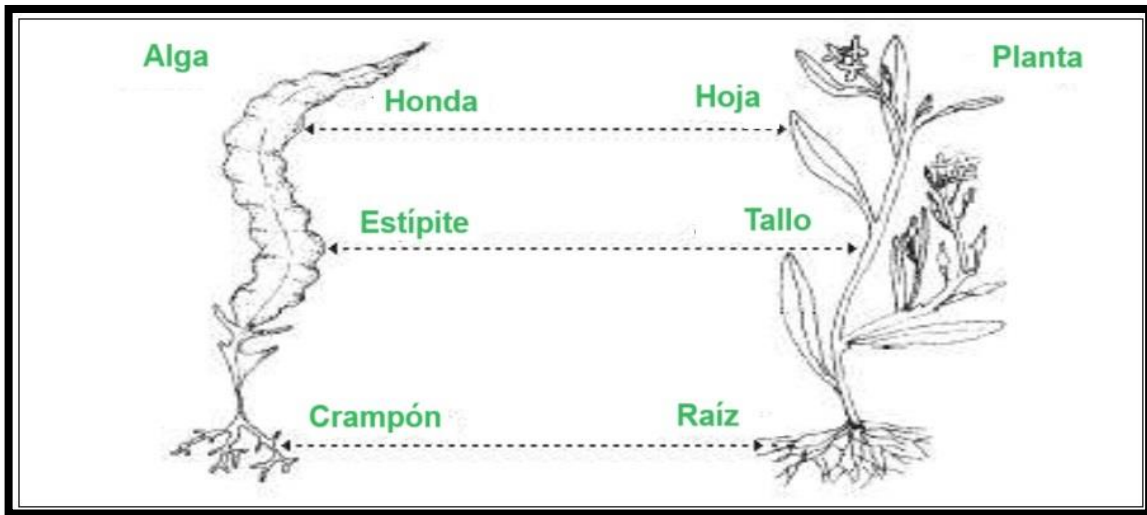


Figura 6. Morfología comparada entre un alga y una planta

Fuente: Benhamouda y Sebti (2021)

costeras, son escasos los estudios realizados en ambiente lagunar (Aguilar-Rosas y col 2009).

En los últimos años, se ha observado un incremento en la biomasa de ciertos tipos de algas a lo largo de las costas mexicanas, lo que presenta un riesgo para los ecosistemas marinos. Este aumento puede conducir a la eutrofización, un fenómeno en el que el exceso de nutrientes, como nitratos y fosfatos, estimula un crecimiento descontrolado de algas. Este crecimiento masivo puede agotar el oxígeno en el agua, ocasionando la muerte de peces y otros organismos marinos. Además, cuando las macroalgas mueren y se descomponen, liberan nutrientes y compuestos orgánicos que contribuyen a la degradación de la calidad del agua y afectan negativamente los ecosistemas costeros. La especie *Padina durvillaei*, es un ejemplo de este fenómeno; cuando se acumula en las costas, su descomposición puede generar estos problemas en el hábitat marino. El exceso de macroalgas también puede tener repercusiones económicas en el turismo y la pesca tradicional. La acumulación de algas en las playas afecta negativamente la estética y la experiencia turística, lo que puede tener consecuencias económicas adversas para la industria turística local (García-Seoane y col 2018; Doh y col 2020; Bat y col 2021; Zanchetta y col 2021).

Para abordar estos desafíos, se puede plantear la idea de la extracción de microcristales de celulosa a partir de macroalgas como una solución innovadora. Estos microcristales pueden aplicarse en diversas industrias como, la alimentaria, farmacéutica, cosmética y de materiales biodegradables. Al aprovechar las macroalgas como materia prima para la producción de microcristales de celulosa, se puede reducir su acumulación en las zonas costeras, al tiempo que se genera un producto de valor agregado con potencial económico. Este enfoque no solo aborda la

problemática de la contaminación ambiental, sino que también brinda oportunidades para el desarrollo sostenible de las comunidades costeras (Bharathiraja y col 2015; Ameen y col 2022; Dias Hornes da Rosa y col 2023).

1) Algas verdes

Este tipo de algas suelen situarse en áreas someras, cálidas y protegidas con un sustrato compuesto por una mezcla de arena y roca; estos hábitats son comunes en el Caribe y las costas continentales del Pacífico. La mayoría de ellas son acuáticas, siendo solo un pequeño porcentaje terrestres. Algunas se encuentran en asociación con líquenes, mientras que otras crecen como epífitas, sobre distintas plantas acuáticas. Las algas presentan gran variedad de formas por su variabilidad morfológica, ya sea unicelulares, coloniales o sin flagelo. En el caso de pluricelulares las hay filamentosas o ramificadas. Su pigmentación verde, se debe gracias a la presencia de los cloroplastos que contienen clorofila, también tienen paredes celulares, que se componen de celulosa, almidón y lípidos. Su reproducción a nivel unicelular es vegetativamente por simple división, mientras que las pluricelulares, lo realizan por simple segmentación de talo. En el caso de la reproducción sexual, participan los gametos, los masculino son los flagelos, los femeninos inmóviles (Danulat y Edgar 2002).

a) *Ulva Lactuca*

Ulva lactuca es una macroalga que pertenece al filo *Chlorophyta*, originalmente descrita por Linneo en el Mar Báltico en el siglo XVII. Esta alga puede crecer de distintas maneras: adherida, sésil o flotando libremente. Su capacidad reproductiva incluye la reproducción sexual y la fragmentación del talo, lo que les proporciona una

capacidad para proliferar rápidamente y cubrir la superficie del agua, lo que puede resultar en una disminución de la biodiversidad para otras especies de algas. *Ulva lactuca* es una especie polimórfica, lo que significa que presenta diferentes morfologías que dependen del grado de salinidad del agua o de la simbiosis con bacterias (Chevassus-au-Louis y col 2012; Wichard y col 2015; Rybak 2018).

Diversos estudios, han reportado que *Ulva lactuca*, tiene un bajo porcentaje de lignina en su composición, lo que facilita la extracción de celulosa mediante un tratamiento químico más amigable con el medio ambiente. Yaich y col (2011) reportan un valor de $1.56 \pm 0.08\%$ de lignina y $9.13 \pm 0.04\%$ de celulosa, en la caracterización química de *Ulva lactuca*.

2) Algas pardas

Este grupo de algas también son conocidas como feófitos, son esencialmente marinas y en algunos casos de agua dulce. La mayoría crece sobre rocas que se sujetan por medio de rizoides. Su color deriva del mascarado de la clorofila, por el caroteno y la fucoxantina. Existen algas pardas de diversas dimensiones, desde las microscópicas hasta las que superan los 100 m de longitud, como es el caso de los sargazos gigantes. Su reproducción sexual, se realiza por medio de isogamia, anisogamia u oogamia, el resto lo hace por medio de fragmentación del talo, es decir, por las esporas. Este tipo de algas, en algunas de sus especies, son comestibles, tanto para animales como para seres humanos (Danulat y Edgar 2002).

El alginato, uno de los principales polímeros estructurales de las algas pardas, brinda estabilidad y flexibilidad a las muestras expuestas al agua corriente, y es uno

de los carbohidratos de mayor importancia industrial que se encuentra en la biomasa de algas, al igual que otros hidrocoloides, como el agar y las carrageninas, que se utilizan comúnmente como espesantes, gelificantes o emulsionantes (Neto y col 2018)

a) *Padina*

Las macroalgas como *Padina* son ecológicamente importantes ya que pueden ser consideradas como indicadores biológicos de contaminación ambiental y en la bioremediación de ecosistemas marinos costeros (Ansari y col 2019).

Algunas investigaciones como la de Goecke y col (2012) reportan buenos valores de fibra dietaria, así como un alto contenido de carbohidratos, siendo una excelente opción para la extracción de celulosa.

3) Algas rojas

Las algas rojas o también llamadas rodófitas, son abundantes en aguas marinas, poseen en su pared celular carbonato de calcio incrustado y alcanzan tamaños relativamente grandes. Su color rojizo se debe a la presencia de ciertos pigmentos, presentan clorofila, ficocianina y un pigmento que puede ir desde el rosado hasta llegar a la escala de los morados, los cuales también son los encargados de que puedan vivir a grandes profundidades. Este tipo de alga se formó mediante cianófitas, por medio de procesos de endosimbiosis primaria, la pared celular de las algas rojas está compuesta por celulosa, polímeros de galactosa sulfatados y mucílagos, es de aquí de donde se extraen los agentes gelificantes (Filian-Cevallos y Vásquez-García 2018)

Las algas rojas se componen principalmente de polisacáridos, pequeñas cantidades de proteínas, trazas de lípidos y materiales inorgánicos. El cuerpo de las

algas rojas contiene grandes cantidades de materiales mucilaginosos como el agar o la carragenina (El-Achaby y col 2018). En la **Figura 7**, se ilustran algunos los diferentes tipos de algas con algunas de sus especies.

2. Celulosa de algas

En los últimos años se ha incrementado la biomasa de algunos tipos de macroalgas, extendiéndose a lo largo de las costas mexicanas, provocando ciertos problemas de contaminación y económicos ya que resultan muy poco atractivos para el turismo (Zanchetta y col 2021).

Algunos estudios se han centrado en la caracterización de distintos tipos de macroalgas para conocer su contenido de carbohidratos. Zanchetta y col (2021), reportaron un 19% de celulosa para *Ulvophyceae* y no se encontró presencia de lignina. Como ya se mencionó con anterioridad, un contenido bajo de lignina, facilita la extracción de la celulosa mediante un tratamiento químico menos severo en comparación a los que sucede con los residuos agroindustriales.

Se han realizado múltiples investigaciones sobre la adición de celulosa en las soluciones formadoras de películas y recubrimientos comestibles, lo que ha resultado en una mejora en sus propiedades fisicoquímicas, mecánicas y de barrera. De igual forma, se ha investigado la incorporación de los derivados de celulosa como son los micro y nanocristales, ya que ofrecen ciertas ventajas extras, como otorgar una mejor dispersabilidad, alta relación longitud-diámetro, ofrecer un alto grado de perfección cristalina, alta rigidez, así como mejorar las propiedades mecánicas del material que los contiene (Bolio-López y col 2011; Bogolitsyn y col 2020).

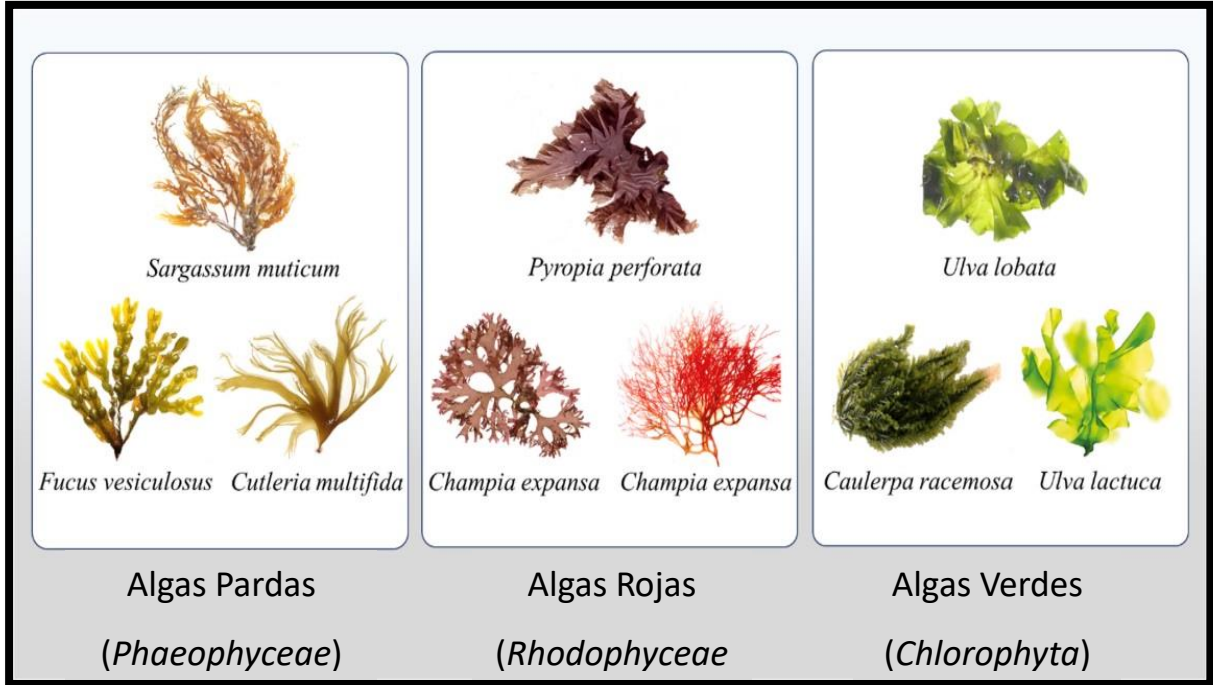


Figura 7. Ejemplo de los diferentes tipos de macroalgas

Fuente: (Thompson y col 2019)

Chen y col (2016) demostraron que, al aplicar diversos tratamientos químicos, era posible obtener nanocristales a partir de la biomasa de alga *Gelidium elegans* con 73% de cristalinidad, mientras que, la fibra sin tratamiento químico registró un 33%.

Esto fue posible gracias a la descomposición de la cadena polimérica de la celulosa en dimensiones más pequeñas, en donde los dominios amorfos de la matriz fueron hidrolizados por los iones hidronio (H_3O^+) y dejaron un segmento altamente cristalino (Yahya y col 2015). Además, los nanocristales mostraron una mejor estabilidad térmica que las fibras sin modificar.

Las ventajas que presenta el uso de nanocristales de celulosa (NCC) contra la celulosa en su estado natural, es que éstos tienen una mayor cristalinidad y mejor dispersión lo que podría mejorar las propiedades mecánicas de refuerzo en matrices poliméricas. Por esta razón, en los últimos años se han llevado a cabo diversas investigaciones sobre los diferentes métodos disponibles para obtener nanocristales. Jiang y Hsieh (2013) y Oun y Rhim (2016) evaluaron el efecto de los diferentes tratamientos de hidrólisis en el índice cristalino, encontrando que la hidrólisis ácida con H_2SO_4 promovió valores más altos de cristalinidad.

3. Películas comestibles reforzadas con celulosa

Se han llevado a cabo diversas investigaciones, en donde la incorporación de NCC en películas comestibles ha resultado beneficioso, ya que se han mejorado tanto las propiedades mecánicas como de barrera (El-Achaby y col 2018; Sukyai y col 2018; Désiré y col 2021).

Sukyai y col (2018) reportaron un incremento en el esfuerzo de tensión, módulo de Young y una reducción en la PVA, cuando se adicionaron NCC del bagazo de caña de azúcar en películas a base de aislado de proteína de suero. Por su parte, Désiré y col (2021) incorporaron microcristales de celulosa a películas de almidón de yuca, y reportaron un incremento en el esfuerzo de tensión, módulo de Young, así como, una disminución en el contenido de humedad, solubilidad de agua, elongación y PVA

Por otro lado, El-Achaby y col (2018) reportaron que la adición del 8% en peso de NCC a una matriz de alcohol polivinílico (APV), aumentó los valores del módulo de Young, la resistencia a la tracción y la elongación. Además, las películas mantuvieron el mismo nivel de transparencia que la película de APV pura, lo que sugiere que los NCC se dispersaron a nanoescala. Asimismo, la incorporación de NCC mejoró las propiedades térmicas de los nanocompuestos.

Sin duda alguna, todos los resultados de las investigaciones que se han llevado a cabo hasta el momento han sido muy buenos, por lo que el uso de los derivados de celulosa, como los microcristales o nanocristales resulta muy prometedor para su uso como agente reforzante en películas comestibles, así como darles un valor agregado a las fuentes de obtención de estos micro/nano cristales.

IV. JUSTIFICACIÓN

En los últimos años, debido a los problemas de contaminación ambiental y a la demanda de los consumidores por obtener alimentos naturales, con un valor nutricional alto, mayor vida de anaquel y seguridad alimentaria es que existe gran interés en el desarrollo de películas y recubrimientos comestibles.

Diversas investigaciones, han reportado que los biopolímeros como el almidón son una excelente opción para el desarrollo de películas comestibles, debido a su bajo costo, alta disponibilidad y biodegradabilidad. Asimismo, se ha demostrado que las películas elaboradas con este polisacárido presentan buenas propiedades mecánicas y de barrera. No obstante, el almidón termoplástico puede presentar diversas desventajas como alta solubilidad, mayor tendencia a la retrogradación y baja estabilidad térmica. Dichas desventajas se pueden superar utilizando almidón de maíz acetilado, el cual puede conferir mejores propiedades fisicoquímicas y térmicas a las películas y recubrimientos comestibles.

Por otro lado, se ha reportado que la incorporación de celulosa en películas a base de almidón ha sido una excelente alternativa para la mejora de las propiedades mecánicas y de solubilidad de los materiales. Recientemente, se ha extraído celulosa a partir de macroalgas debido a un menor contenido de barreras fisicoquímicas naturales (menos lignina). Asimismo, algunos tipos de macroalgas han incrementado su biomasa, distribuyéndose a lo largo de las costas mexicanas generando problemas económicos y de contaminación ambiental, por lo que es necesario el aprovechamiento de este subproducto marino. Por tal motivo, el uso de películas comestibles de almidón de maíz acetilado reforzadas con microcristales de celulosa

obtenidos a partir de macroalgas, podría ser una excelente opción para la conservación de alimentos.

V. HIPÓTESIS

La incorporación de microcristales de celulosa extraídos de *Padina Durvillaei* mejora las propiedades mecánicas y de barrera de películas comestible a base de almidón de maíz acetilado.

VI. OBJETIVOS

A. OBJETIVO GENERAL

Extraer y caracterizar microcristales de celulosa a partir de *Padina Durvillaei* y evaluar su efecto sobre las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de películas comestibles de almidón de maíz acetilado.

B. OBJETIVOS ESPECIFICOS

1. Extraer microcristales de celulosa a partir de *Padina Durvillaei* presente en las costas de Mazatlán, Sinaloa.
2. Caracterizar química, térmica y microestructuralmente el almidón de maíz acetilado y los microcristales de celulosa.
3. Estudiar el efecto del contenido de microcristales de celulosa y contenido de plastificante sobre las propiedades físicas y mecánicas de las películas comestibles de almidón de maíz acetilado obtenidas por la técnica de casting.
4. Seleccionar, utilizando el método numérico de la metodología de superficie de respuesta, las mejores proporciones de la mezcla para la elaboración de películas comestibles con buenas propiedades mecánicas y de barrera y realizar su validación.

VII. MATERIALES Y MÉTODOS

A. MATERIALES

1. Materia prima

Para la elaboración de las películas comestibles se utilizó almidón acetilado, el cual se compró en Paxell S.A. de C.V. (Qro., México), el glicerol fue suministrado por JT Baker® (Pa., EE. UU.) y las macroalgas fueron recolectadas en la Isla de la Piedra, Playa Pinitos y Playa Norte de la ciudad de Mazatlán, Sinaloa.

a. Recolección y lavado de macroalgas

La recolección de las macroalgas (*Ulva lactuca* y *Padina durvillaei*) se llevó a cabo en la Isla de la Piedra, Mazatlán, Sinaloa, que se encuentra a una latitud de 23.1833 y una longitud de -106.3333 (**Figura 8**). Asimismo, se llevó a cabo una recolección en Playa Norte, la cual se encuentra en las coordenadas 23°14'29" N, 106°24'35" W, y en playa Pinitos, con 23°12'30"N y 106°25'39"W (**Figura 9**). La recolección se realizó durante marea baja de acuerdo con lo establecido por las tablas de mareas de abril a junio del 2022. Las macroalgas fueron sometidas a un prelavado con agua de mar para colocarlas en bolsas de polietileno y transportarlas al laboratorio de química de la Facultad de Ciencias del Mar. Una vez en el laboratorio, las macroalgas se identificaron de acuerdo al "Catálogo de Macroalgas de lagunas costeras de Sinaloa" (Ochoa Izaguirre y col 2007), obteniéndose aproximadamente 12.5 kg de biomasa húmeda de *Ulva Lactuca* y 28 kg de *Padina durvillaei*. Las macroalgas se lavaron con agua de grifo para eliminar contaminantes, otros tipos de macroalgas y fauna de compañía. La biomasa se secó por 48 h a 50°C y las algas secas (AS) fueron molidas para homogeneizar a un tamaño de partícula menor de 420 µm obteniendo un total de materia seca de 2.226 kg para *Ulva Lactuca*

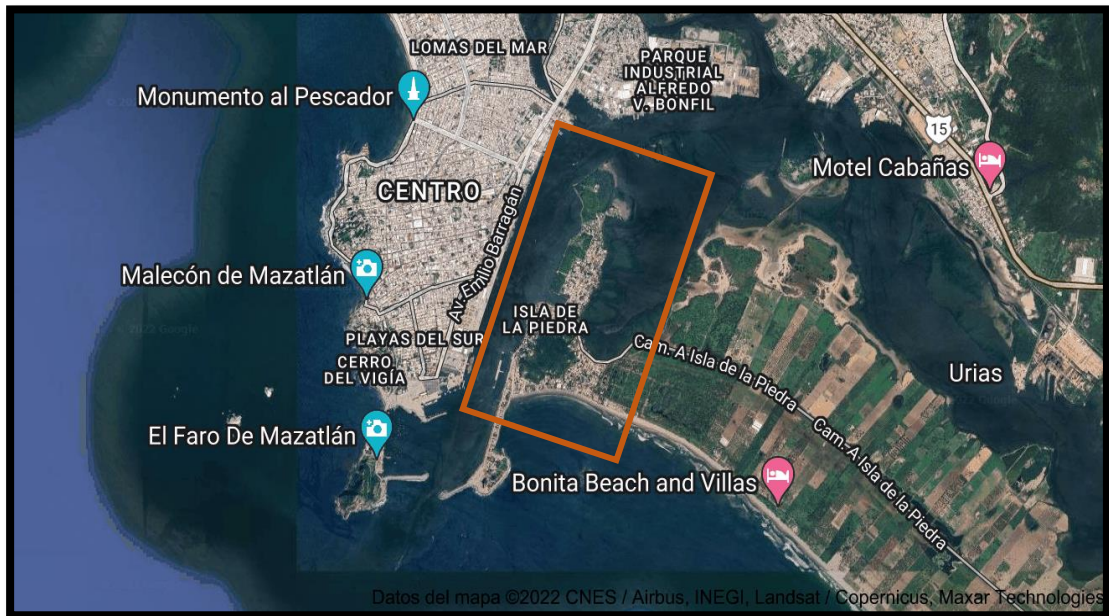


Figura 8. Localización geográfica de la Isla de la Piedra, Mazatlán, Sinaloa.

Fuente: INEGI 2022

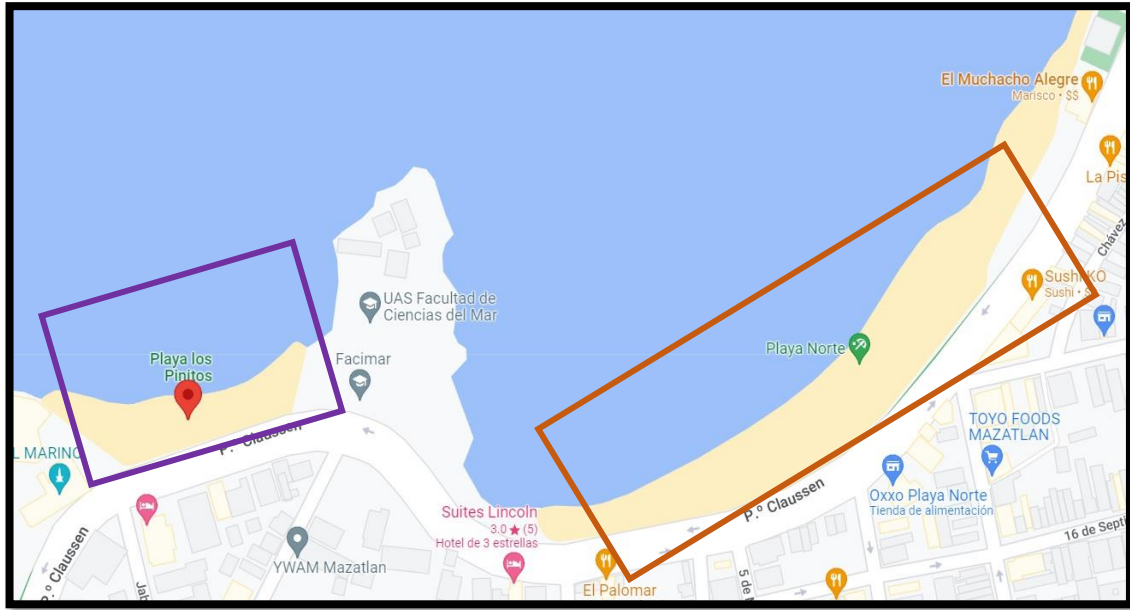


Figura 9. Localización geográfica de Playa Pinitos (recuadro morado) y Playa Norte (recuadro naranja)

Fuente: Google Maps

(17.80% de rendimiento) y 5.062 kg para *Padina durvillaei* (18.07% de rendimiento) a 25°C. Las AS se almacenaron a 25°C para su posterior caracterización y extracción de microcristales de celulosa.

b. Extracción de microcristales de celulosa (MCC)

Para la extracción de los MCC se utilizó la metodología empleada por El-Achaby y col (2018). Las AS se lavaron con agua destilada caliente a 60°C por 1 h para promover la remoción de azúcares y almidón, obteniendo algas pre-lavadas. Para el tratamiento alcalino, las algas pre-lavadas fueron impregnadas 3 veces en una solución de NaOH (4% p/v) a 80°C durante 2 h de agitación. Posteriormente, fueron lavadas con agua destilada caliente y secadas a 60°C en un horno de convección por 24 h, donde se obtuvo un rendimiento del 18.75% con respecto al AS. El residuo de algas tratadas con álcali (AAIc) se blanqueó 3 veces a 80°C durante 2 h con una solución compuesta por partes iguales (v:v) de tampón de acetato (27 g de NaOH y 75 mL de ácido acético glacial, diluido a 1 L de agua destilada y clorito de sodio acuoso (1.7% p/v), lo que dio como resultado fibras de celulosa de color blanco puro, definidas como residuos de algas blanqueadas (ABla), obteniéndose un rendimiento del 66% con respecto al AAIc.

El residuo de ABla se sometió a una hidrólisis bajo agitación mecánica utilizando una solución de H₂SO₄ (64% y 39% p/v) a 50°C durante 30 min. Se diluyó la mezcla con hielo para detener la reacción y se lavó por medio de centrifugaciones a 4000 rpm a 15°C durante 20 min y se lavó con agua destilada hasta alcanzar un pH neutro. Posteriormente, la suspensión acuosa de microcristales de celulosa (MCC) fue homogeneizada utilizando un equipo ultrasónico tipo sonda a 400 W, 70 Hz y 40% de

amplitud de onda en ciclos de 5 s durante 5 min en un baño de hielo para evitar el aumento de la temperatura; de esta manera se obtuvieron suspensiones acuosas de MCC en forma de gel blanco. Finalmente, se liofilizaron las suspensiones para obtener los MCC en forma sólida con un rendimiento del 78% con respecto al ABla; esto permitió obtener un rendimiento global de la extracción del 37.24%.

Las algas sin modificar (AS) y modificadas (AAIc, ABla y MCC) se almacenaron a $25 \pm 2^\circ\text{C}$ en bolsas herméticas de polietileno de baja densidad para su posterior caracterización.

B. MÉTODOS

1. Caracterización química de la materia prima

a. Análisis proximal

El análisis proximal se realizó en la materia prima (Harina de alga seca de *Ulva Lactuca* y *Padina Durvillaei* y almidón acetilado) de acuerdo con los métodos oficiales de la AOAC (2012) para proteína (979.09), grasas (923.05), cenizas (923.03), humedad (925.09), fibra cruda (962.09) y los carbohidratos se calcularon por diferencia.

b. Análisis fisicoquímico

1) Índice de absorción en agua (IAA) e Índice de solubilidad en agua (ISA)

La determinación de los IAA e ISA se llevó a cabo por triplicado de acuerdo a los procedimientos marcados por la AACC (2010), con algunas modificaciones. Las algas fueron molidas a un tamaño de partícula menor a $420 \mu\text{m}$ (malla 40). Muestras de 0.25 g del material fueron dispersadas en 12 mL de agua destilada utilizando tubos de

centrífuga de 15 mL los cuales fueron previamente tarados; se agitaron a una velocidad moderada en un homogeneizador (Vari-Mix Aliquot Mixer, Modelo M48725, Dubuque, Iowa, EE. UU.) durante 30 min. Posteriormente, la suspensión fue centrifugada (Eppendorf, 5804R, Hamburgo, Alemania) a 4,000 xg durante 30 min, a una temperatura de 25°C. El sobrenadante fue decantado cuidadosamente en un recipiente tarado de vidrio para la determinación del contenido de sólidos. El gel formado se pesó y el IAA fue calculado mediante la relación g de agua absorbida/g de sólidos secos. El ISA se obtuvo de la cantidad de sólidos secos recuperados por la evaporación del sobrenadante obtenido de la determinación del IAA. Los sólidos solubles en agua fueron expresados como el porcentaje de sólidos secos recuperados en 0.25 g de muestra.

2) Fibra neutro-detergente (FND)

El método de FND es un método rápido para la determinación de fibra insoluble total en alimentos y pastos. Es una estimación del contenido de hemicelulosa, celulosa y lignina en muestras de origen vegetal. La determinación de FND de las algas se llevó a cabo empleado un sistema Fibertec™ (Modelo 1020, Höganäs, Suecia) siguiendo las indicaciones de FOSS Analytical AB (2003b). Para esto, se utilizó una solución neutro detergente con alfa-amilasa estable al calor; para disolver las proteínas de fácil digestión, lípidos, azúcares, almidón y pectinas, dejando como producto final el residuo fibroso compuesto.

3) Fibra ácido-detergente (FAD) y lignina ácido-detergente (LAD)

La FAD es la porción fibrosa y menos digerible de los alimentos y está conformada por lignina y celulosa. Por su parte, la LAD se define como un compuesto

complejo indigestible que se encuentra en las partes leñosas y fibrosas de las plantas. Para la determinación de FAD y LAD de las algas modificadas y sin modificar se empleó un equipo Fibertec™ (Modelo 1020, Höganäs, Suecia) siguiendo las indicaciones del manual FOSS Analytical AB (2003a). Para esto, una solución ácido detergente disolvió los carbohidratos ácido-lábiles, proteínas que no forman parte de productos de Maillard y grasas, dejando un residuo fibroso compuesto por celulosa y lignina (FAD). Mientras que, la LAD se determinó como el residuo remanente después que la celulosa y otra materia orgánica, en la FAD, fue solubilizada por una solución de H₂SO₄ al 72%. Por su parte, el contenido de celulosa fue determinado por la diferencia entre FAD y LAD, mientras que la hemicelulosa se calculó por la diferencia entre FND y FAD.

c. Caracterización térmica

1) Análisis termogravimétrico (ATG)

La estabilidad térmica de las macroalgas (AS, AA1c AB1a y MCC) fue evaluada empleando un analizador termogravimétrico (SDT Q600, TA Instruments, DE, EE. UU.). Las mediciones se llevaron a cabo bajo una atmósfera de nitrógeno de 50 a 800°C a una tasa de calentamiento de 10°C/min usando crisoles de platino. La máxima velocidad de degradación fue observada en el termograma con derivada.

d. Caracterización microestructural

1) Difracción de Rayos X

Esta determinación se realizó con muestras molidas a un tamaño de partícula menor a 420 µm (malla No. 40). Las muestras fueron empacadas en un porta-muestras de vidrio con una profundidad de 0.5 mm y montadas en un difractómetro de rayos X

Rigaku (Modelo Ultima D/Max-2100, Rigaku Denki Co. Ltd, Japón). Los análisis se realizaron en las harinas de algas sin modificar y modificadas (AS, AAlc, ABla y MCC), con la finalidad de obtener información sobre los cambios químicos que ocurren en la composición de las algas después de ser sometidas a diferentes tratamientos químicos. Los difractogramas fueron obtenidos con un barrido de ángulo Bragg de 10°-80° sobre una escala de 2θ, con intervalos de 0.07, operando a 30 KV y 16 mA, con radiación de CuKα y una longitud de onda λ=1.5406 Å. La cristalinidad fue calculada de acuerdo al método desarrollado por Segal y col (1959):

$$Xc\% = \frac{(I_{mx} - I_{mn})}{I_{mx}} \times 100$$

Donde Xc= porcentaje de cristalinidad (%), I_{mx}= Intensidad del pico máxima (2θ= 22-23°) y I_{mn}= Intensidad del pico mínimo (2θ= 18-19°)

2) Microscopía electrónica de barrido (MEB)

El análisis de microscopía electrónica de barrido se realizó en las harinas de algas sin modificar y modificadas (AS, AAlc, ABla y MCC) de acuerdo al procedimiento descrito por Rubio-González y col (2023). Se utilizó un Microscopio JEOL Modelo JSM-7200F, que por la naturaleza de las muestras y para poder obtener una mejor calidad de imagen, se recubrió la superficie con una capa de aproximadamente 20 nm, utilizando el detector de electrones secundarios la cual, da información tipográfica y morfológica de la muestra, utilizando un bajo voltaje (2 Kv) y una magnificación de 10000X.

3) Microscopía Óptica (MOP)

Para la caracterización de la apariencia física de las muestras se utilizó un microscopio óptico marca Olympus modelo BX60, el cual fue acoplado a una cámara de video adaptada a un analizador de imágenes (Image-Pro Plus) la cual permitió la captura de las imágenes de las muestras, donde por medio de estas se pudieron observar las fibras en sus diferentes etapas de la extracción, tamaño de partícula, así como la coloración de las mismas.

2. Elaboración de películas comestibles

Las películas comestibles fueron elaboradas mediante la técnica de casting a partir de una solución filmogénica (SF) de acuerdo a la metodología descrita de Ghasemlou y col (2013) con algunas modificaciones. Se preparó una suspensión de almidón acetilado al 5% (p/v) (5 g/100 mL agua destilada). Para lograr la dispersión completa, la suspensión fue mezclada durante 10 minutos con un agitador magnético a 700 rpm a temperatura ambiente (Basic Stirring Hotplate, Fisherbrand™, Isotemp™, EE. UU.). Después de ese tiempo, la solución de almidón fue calentada hasta registrar una temperatura de 80°C. Posteriormente, la solución se enfrió hasta alcanzar una temperatura de 60°C y así poder adicionar el glicerol y los MCC. El glicerol y los MCC se adicionaron en proporción al almidón acetilado % (p/p). La mezcla resultante fue homogeneizada a 9,500 rpm durante 2 minutos en un Ultra Turrax (IKA® T18 basic, Wilmington, EE. UU.), para obtener la SF. Finalmente, fueron vertidos 33 ± 1 mL de la SF en moldes de acrílico de área conocida. Los moldes con la muestra se colocaron en una estufa a 60°C por 2h. Una vez secas las películas, se despegaron (**Figura 10**) y fueron acondicionadas por dos días dentro de recipientes herméticos con una solución saturada de $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (JT Baker®, PA, EE. UU.) para generar una

humedad relativa (HR) de 53%. Pasado ese tiempo, fue medido el espesor de las películas comestibles empleando un micrómetro digital (Insize 3109-25A, España) donde se obtuvo un promedio de $0.0885 \pm 0.004 \mu\text{m}$.

3. Métodos analíticos

a. Propiedades fisicoquímicas

1) Propiedades de barrera

a) Permeabilidad al vapor de agua

La permeabilidad al vapor de agua (PVA) de las películas comestibles fue determinada por el método gravimétrico de acuerdo a Fitch-Vargas y col (2016). Se empleó cloruro de calcio granular como desecante (el cual fue deshidratado previamente en una estufa a 105°C por 24 h). Se registraron los diámetros de los recipientes a utilizar y se les añadió 15 g de cloruro de calcio granular. Las películas que fueron evaluadas se les midió su espesor ($0.05 \pm 0.005 \mu\text{m}$) y después se colocaron sobre el borde superior de cada recipiente y se sujetaron con papel parafilm. Posteriormente, estos recipientes fueron colocados dentro de un desecador (Dry Keeper, Sanplatec Corp., Osaka, Japan) que contenía una solución saturada de cloruro de sodio, para generar una HR de 75%. La ganancia de peso del cloruro de calcio se registró cada 12 h durante 4 días por quintuplicado. Se generó una gráfica de la ganancia de peso del cloruro en función del tiempo, para poder determinar la tasa de permeabilidad (M_p/t) mediante una regresión. A partir de este valor se pudo determinar la permeabilidad al vapor de agua mediante la siguiente ecuación:

$$PVA = \frac{M_p \cdot E}{A \cdot t \cdot \Delta p}$$

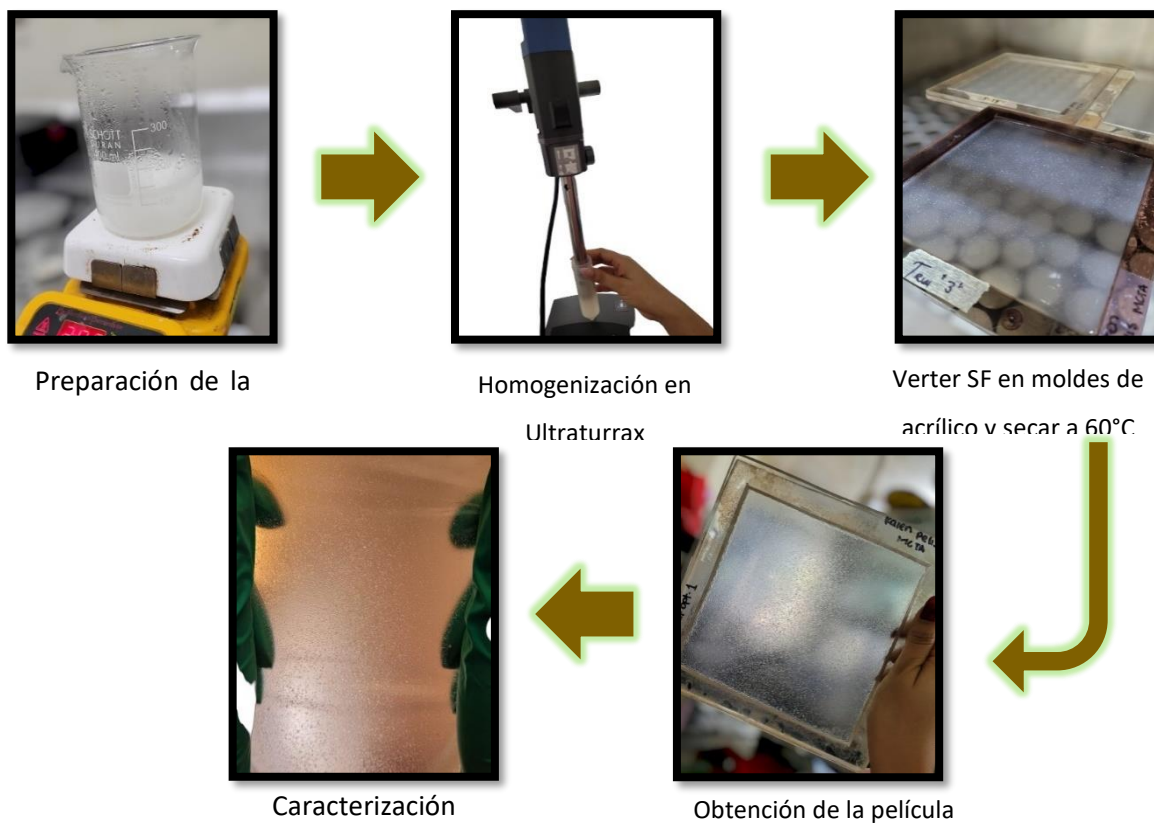


Figura 10. Representación esquemática del proceso de elaboración de las películas comestibles (PC) de microcristales de celulosa (MCC), almidón acetilado y glicerol.

Dónde:

M_p = masa de humedad absorbida (g).

E = espesor de la película (m).

A = área de la superficie expuesta de la película (m^2).

t = tiempo (s).

Δp = diferencia de presión parcial a través de la película (Pa).

b) Solubilidad en agua

La solubilidad en agua (S) de las películas comestibles fue determinada de acuerdo a la metodología descrita por do Evangelho y col (2019) con algunas modificaciones. Las películas fueron cortadas en cuadros de 2 x 2 cm y fueron secadas en un horno de convección (Modelo DKN402C, Yamato Scientific America, CA, EE. UU.) por 24 h a 105°C. Una vez secas, se pesaron dos cuadrados para después sumergirlos en 50 mL de agua destilada en un tubo falcón y se mantuvieron en agitación constante durante 24 h. Posteriormente, se decantó el agua de los tubos, y éstos fueron secados con las muestras por 24 h a 105°C para determinar el peso final de los cuadrados. Se realizaron cuatro mediciones por tratamiento. La solubilidad fue calculada en términos de porcentaje de material desintegrado mediante la siguiente ecuación:

$$S = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100$$

Dónde:

S = porcentaje de solubilidad en agua

m_i = peso inicial de la película seca (g)

m_f = peso final de la película seca (g)

b. Propiedades mecánicas

Los ensayos mecánicos de las películas se llevaron a cabo siguiendo las indicaciones de la norma ASTM D882-02 (ASTM 2002). Se utilizó un texturómetro INSTRON, Model 3342 (Mass., EE. UU.). Las películas comestibles se cortaron en tiras de 100 mm de largo y 15 mm de ancho, con una longitud de sección de prueba de 50 mm. Se realizaron 15 repeticiones por tratamiento. Los parámetros mecánicos por evaluar fueron la resistencia a la tracción (σ), elongación (ϵ) y el módulo de Young (E), utilizando las siguientes ecuaciones:

1) Resistencia a la tracción (σ)

$$\sigma = \frac{F_{m\acute{a}x}}{A_0}$$

Dónde:

σ = resistencia a la tracción (N/m²)

$F_{m\acute{a}x}$ = fuerza máxima registrada (N)

A_0 = área transversal inicial de la película (m²)

2) Elongación (ϵ)

$$\epsilon = \frac{l_f}{l_0} \times 100$$

Dónde:

ϵ = elongación

l_f = alargamiento máximo de la película (m)

l_0 = distancia inicial entre mordazas (m)

3) Módulo de Young (E)

$$E = \frac{F_i/A_0}{A_i/l_0}$$

Donde:

E = módulo de Young (N/m²).

F_i = fuerza localizada en lo alto de la región lineal de la curva (N).

A_0 = área media inicial del cuerpo de prueba (m²).

A_i = alargamiento de la película en la región lineal de la curva (m).

l_0 = distancia inicial entre mordazas (m).

4. Diseño experimental

Para el análisis de datos de la caracterización fisicoquímica de las fibras modificadas se utilizó un diseño experimental unifactorial completamente al azar. El factor de estudio fue el tipo de fibra con 4 niveles (AS, AAlc, ABla, MCC). El análisis estadístico se llevó a cabo mediante un análisis de varianza (ANOVA) con el software Statgraphics Centurion (Manugistics, Rockville, MD, EE. UU.) y las comparaciones de medias se realizaron empleando la diferencia mínima significativa (LSD, Least Significant Difference) de Fisher con un nivel de confianza del 95%.

Para la elaboración de las películas comestibles se empleó un diseño central compuesto rotatable de la metodología de superficie de respuesta con dos factores y un α de 1.414 (**Cuadro 1**). Los factores de estudio fueron el contenido de glicerol (CG, 20.00-35.00%) y el contenido de microcristales de celulosa (CMCC; 0.00-10.00%). Los niveles de las variables independientes se determinaron con base en la revisión bibliográfica y estudios previos. El diseño experimental incluyó un total de 13

tratamientos, que se corrieron completamente al azar. Para el análisis de datos se empleó el software Design Expert® versión 11.0.0. (Stat-Ease, Inc., MN, EE. UU.).

5. Optimización

La optimización del CMCC y CG de las películas comestibles se realizó mediante el método numérico de la metodología de superficie de respuesta utilizando el software Design Expert® versión 11.0.0. (Stat-Ease, Inc., MN, EE. UU.). Las variables de respuesta que se utilizaron para optimizar fueron σ , E , PVA y S. El criterio para obtener los valores óptimos del CMCC y CG fue el generar valores máximos de σ , E y mínimos en la PVA y S. Los modelos predichos fueron validados experimentalmente mediante la elaboración de la SF bajo las condiciones óptimas predichas del CMCC y CG.

Cuadro 1. Diseño central compuesto rotatable para la obtención de las películas comestibles

Tratamiento ^a	Variables Independientes			
	Codificadas		Decodificadas	
	A	B	CMCC (%)	CG (%)
1	-1.00	-1.00	1.46	22.19
2	1.00	-1.00	8.54	22.19
3	-1.00	1.00	1.46	32.80
4	1.00	1.00	8.54	32.80
5	-1.414	0.00	0.00	27.50
6	1.414	0.00	10.00	27.50
7	0.00	-1.414	5.00	20.00
8	0.00	1.414	5.00	35.00
9	0.00	0.00	5.00	27.50
10	0.00	0.00	5.00	27.50
11	0.00	0.00	5.00	27.50
12	0.00	0.00	5.00	27.50
13	0.00	0.00	5.00	27.50

^a El orden en el cuadro no corresponde al orden de corrida experimental.

VIII. RESULTADOS Y DISCUSIONES

A. MATERIA PRIMA

1. Análisis Proximal

a. Almidón Acetilado

En el **Cuadro 2** se muestran los resultados obtenidos para la caracterización proximal del almidón de maíz acetilado. Los resultados obtenidos en la presente investigación concuerdan con los valores reportados por Vargas y col (2016) quienes reportaron, $0.32 \pm 0.02\%$, para la fracción de ceniza. Por otro lado, para las fracciones de proteína, extracto etéreo y carbohidratos, obtuvieron valores de $0.33 \pm 0.09\%$ y $0.17 \pm 0.02\%$ y $99.18 \pm 0.02\%$, respectivamente, esta diferencia puede deberse al tipo de almidón acetilado, ya que dichos autores trabajaron con almidón de papa.

Se puede observar que, en el presente estudio en la fracción de proteína, se obtuvo un valor mayor que lo reportado por Vargas y col (2016), ellos comentan que un alto contenido de proteína en el almidón influye en la viscosidad, además de otorgarle la capacidad de espumar.

Por su parte, Chi y col (2023a) comentan que un efecto importante sobre el almidón acetilado, es la disminución de la solubilidad en agua. Esto se puede atribuir a la adición de grupos acetilo, que aumentaron la hidrofobicidad de la molécula de almidón en comparación con sus grupos hidroxilo originales.

b. Macroalgas

En el **Cuadro 3** se muestran los resultados obtenidos para la caracterización proximal de la harina de algas seca para las especies de *Ulva Lactuca* y *Padina durvillaei*. El objetivo de este análisis fue determinar la composición química de las macroalgas, ya que esta información es crucial para comprender la posible cantidad

Cuadro 2. Composición proximal del almidón de maíz acetilado.

Fracción	Almidón Acetilado
Humedad (%)	8.75 ± 0.002
Ceniza (%)	0.42 ± 0.02
Extracto Etéreo (%)	0.35 ± 0.18
Fibra Cruda (%)	0.76 ± 0.02
Proteína Cruda (%)	1.64 ± 0.04
Carbohidratos	96.83

*Carbohidratos obtenidos por diferencia.

± Desviación estándar

Cuadro 3. Composición proximal de la harina de las macroalgas secas.

Fracción	<i>Padina durvillaei</i>	<i>Ulva Lactuca</i>
Humedad(%)	4.73 ± 0.09	7.24 ± 0.30
Ceniza(%)	32.66 ± 0.36	23.39 ± 0.26
Extracto Etéreo(%)	1.33 ± 0.002	1.39 ± 0.09
Fibra Cruda(%)	13.77 ± 0.73	7.02 ± 0.13
Proteína Cruda(%)	8.21 ± 0.28	17.86 ± 0.61
*Carbohidratos	44.03	50.34

*Carbohidratos obtenidos por diferencia.

± Desviación estándar

de celulosa presente en las algas, lo que afectaría directamente la eficiencia y el rendimiento del proceso de extracción de MCC. Según la literatura consultada, un mayor porcentaje en la fracción de fibra cruda podría indicar un contenido más alto de celulosa, especialmente en algas pardas (Doh y col 2020). Tras analizar los resultados, se llegó a la conclusión de que *Padina Durvillaei*, al poseer un mayor contenido de fibra cruda, exhibía un mayor potencial para la extracción de microcristales.

Se puede observar que para *Ulva Lactuca* se obtuvo un porcentaje de fibra cruda del $7.02 \pm 0.13\%$, mientras que, para *Padina durvillaei* el valor fue de $13.77 \pm 0.73\%$. Esto puede ser debido a que la composición de las macroalgas puede ser muy variables según la clase, la especie y la etapa de desarrollo, es decir, si es tejido estéril o fértil, así como de algunos factores ambientales como la temporada de recolección, lo que influye en la biología y por tanto en la composición de las macroalgas (García-Vaquero y col 2021). Para la fracción de fibra cruda, se obtuvo un valor más alto a lo reportado por Velasco-González y col (2013) quienes obtuvieron $9.29 \pm 0.43\%$; esto puede atribuido a la diferencia de especies, así como al origen o lugar de recolección de las muestras.

Se puede observar que el componente con mayor proporción para *Padina durvillaei* fue la ceniza. Los valores obtenidos en el presente estudio (32.66%) concuerdan con lo reportado por Goecke y col (2012) para *Padina durvillaei* (34.43%) y García-Vaquero y col (2021) para *Laminaria digitata* (32.55%). Estos autores comentan que el alto contenido de cenizas en algas pardas puede deberse a la presencia de polisacáridos sulfatados y cationes divalentes. Del mismo modo, reportan que las especies *Padina* contienen altas concentraciones de sulfatos

((SO₄)⁻²) los cuales parecen ser un componente típico de los polisacáridos de macroalgas marinas, relacionado con la alta concentración de sal en el medio ambiente y con aspectos específicos de la regulación iónica (Goecke y col 2012).

Desde un punto de vista nutricional, las macroalgas son una buena fuente de proteínas (Norziah y Ching 2000). *Padina durvillaei* registró 8.21 ± 0.28% de proteína, lo cual fue mayor a lo reportado por Goecke y col (2012) quienes obtuvieron un valor de 5.24 ± 0.1% para la misma especie. Esta diferencia puede ser debido a la fecha de recolección, o a que las condiciones ambientales de crecimiento no fueron las mismas. Para el caso del extracto etéreo, en este trabajo se obtuvo un valor similar (1.97 ± 0.01%) al reportado por Velasco-González y col (2013) para *Sargassum spp.*

En el **Cuadro 4** se muestra la comparación de los resultados obtenidos para la caracterización proximal de AS (*Padina Durvillaei*), alga alcalinizada (AAIc), alga blanqueada (ABla), y microcristales de celulosa (MCC). Se encontraron diferencias significativas ($P < 0.05$) en todas las fracciones estudiadas.

En lo que respecta al contenido de humedad, el AAIc registró un incremento con respecto al AS. Según diversos autores, se ha reportado que el tratamiento alcalino interrumpe los enlaces de hidrógeno en la estructura de las fibras, de esta manera, un mayor número de grupos hidroxilo pudieron haber quedado disponibles teniendo la capacidad de absorber un mayor contenido de agua. No obstante, cuando ésta fue blanqueada y posteriormente hidrolizada, la humedad disminuyó (Masmoudi y col 2016). En relación con el porcentaje de cenizas, AS registró el valor más alto (32.66 ± 0.36%). Esto se puede deber a que las macroalgas marinas tienen la capacidad de

Cuadro 4. Composición proximal de las algas secas y modificadas

Fracción	AS	AAIc	ABla	MCC
Humedad (%)	4.73 ± 0.09 ^b	6.68 ± 0.06 ^a	3.83 ± 0.08 ^c	2.00 ± 0.05 ^d
Ceniza (%)	32.66 ± 0.366 ^a	25.75 ± 0.54 ^b	14.87 ± 0.27 ^c	3.32 ± 0.22 ^d
Extracto Etéreo (%)	1.33 ± 0.002 ^c	1.65 ± 0.04 ^a	1.52 ± 0.07 ^b	0.96 ± 0.01 ^d
Fibra Cruda (%)	13.77 ± 0.73 ^d	42.97 ± 0.36 ^c	55.33 ± 0.89 ^b	59.69 ± 0.37 ^a
Proteína Cruda (%)	8.21 ± 0.28 ^a	2.43 ± 0.22 ^b	1.65 ± 0.01 ^b	1.35 ± 0.02 ^b
*Carbohidratos	44.03	20.49	22.77	32.68

*Carbohidratos obtenidos por diferencia.

± Desviación estándar

AS= Algas secas, AAIc= Algas alcalinizadas, ABla= Algas blanqueadas, MCC= Microcristales de celulosa

Letras diferentes en la misma fila indican diferencia significativa entre los tipos de fibras.

acumular en su tejido sales y minerales que se encuentran en el agua circundante. (Morales y col 2019). Por su parte, los MCC registraron un valor de cenizas del $3.32 \pm 0.22\%$ lo cual es deseable ya que garantiza la pureza del material extraído. Por otro lado, se registraron valores de fibra cruda de $13.77 \pm 0.73\%$ y $59.69 \pm 0.37\%$ para AS y MCC, respectivamente. Este aumento refleja la eficacia del proceso de extracción de celulosa, ya que se eliminaron componentes no deseados, como sales minerales, proteínas, lípidos y polisacáridos de bajo peso molecular. Por lo tanto, un mayor contenido de fibra cruda en los MCC, sugiere que se aisló celulosa de mayor calidad con propiedades mecánicas superiores, lo que la hace adecuada para una amplia gama de aplicaciones industriales y comerciales (Wang y col 2021).

2. Análisis Físicoquímico

a. Almidón acetilado

En el **Cuadro 5** se muestran los resultados de la caracterización físicoquímica del almidón de maíz acetilado. Para el caso de la prueba del índice de solubilidad en agua (ISA), se obtuvieron valores mayores ($0.13 \pm 0.03\%$) a los reportados por Cedeño-Sares y col (2021) quienes obtuvieron $0.045 \pm 0.019\%$ para un almidón acetilado de plátano. Esta diferencia puede atribuirse a posibles diferencias en el grado de sustitución del almidón, y en la cantidad de grupos acetilo incorporados durante el proceso de acetilación. Un mayor volumen de anhídrido acético puede reducir las interacciones entre las cadenas del almidón, facilitando que la amilosa se solubilice y salga al exterior del granulo de almidón hinchado.

Por otro lado, el Índice de absorción de agua (IAA) se define como la capacidad de retención de agua dentro de una matriz bajo ciertas condiciones. Asimismo,

Cuadro 5. Análisis fisicoquímico del almidón de maíz acetilado

Fracción	Almidón Acetilado
IAA (g a.a/ g s.s.)	1.77 ± 0.13
ISA (%)	0.13 ± 0.03
pH	5.32 ± 0.07

± Desviación estándar

Cedeño-Sares y col (2021) reportaron un IAA mayor (3.98 ± 0.19 g a.a./ g s.s.) al de este estudio (1.77 ± 0.13 g a.a./ g s.s.). Esta diferencia puede atribuirse al método empleado para la modificación del almidón, la temperatura, así como a la fuente de obtención (Cedeño-Sares y col 2021).

b. Macroalgas

En el **Cuadro 6** se muestran los resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica de las macroalgas conforme se fue llevando a cabo la extracción de los microcristales de celulosa.

Al analizar el efecto de cada etapa del proceso de extracción de los MCC sobre el IAA, se observa un aumento en el ABla en comparación con el AAic conforme se fue llevando a cabo los lavados. Este incremento podría atribuirse a la exposición de la superficie de la fibra, lo que permitió una mayor disponibilidad de grupos hidroxilo para interactuar con el agua. Sin embargo, tras la hidrólisis de las fibras de *Padina durvillaei*, se registró una disminución en el IAA. Se presume que este fenómeno se debe a la degradación de algunas estructuras de retención de agua en la fibra, así como a un mayor contenido de celulosa presente en la muestra, lo que reduce la capacidad de absorción de agua entre las partículas debido a su estructura ordenada y cristalina. Además, la reducción del tamaño de partícula podría influir en la formación de una estructura reticular menos eficaz para retener agua (García-García y col 2013).

En cuanto al ISA, se puede observar que conforme se llevó a cabo el proceso de extracción hubo una reducción en la solubilidad. Los MCC registraron el valor más bajo presentando diferencia significativa ($P < 0.05$) con respecto a los demás tratamientos. Este comportamiento puede explicarse por el proceso de aislamiento de los MCC, que

Cuadro 6. Análisis fisicoquímico de algas secas y modificadas

Fracción	AS	AAIc	ABla	MCC
IAA (g a.a./g s.s.)	8.19 ± 0.17 ^a	5.99 ± 0.01 ^c	7.30 ± 0.15 ^b	6.35 ± 0.52 ^c
ISA (%)	21.17 ± 0.43 ^a	8.30 ± 0.44 ^b	4.59 ± 0.26 ^c	0.11 ± 6x10 ^{-4d}
FND (%)	35.19 ± 0.26 ^d	47.19 ± 0.04 ^c	68.60 ± 0.46 ^b	78.29 ± 0.14 ^a
FAD (%)	31.55 ± 1.17 ^d	44.93 ± 0.08 ^c	67.31 ± 0.40 ^b	77.41 ± 0.19 ^a
Hemicelulosa (%)	3.64 ± 1.44 ^a	2.25 ± 0.13 ^{ab}	1.29 ± 0.05 ^b	0.88 ± 0.07 ^b
Celulosa (%)	14.61 ± 1.07 ^d	35.70 ± 0.19 ^c	59.56 ± 0.59 ^b	72.15 ± 0.49 ^a
Lignina (%)	16.93 ± 2.25 ^a	9.22 ± 0.10 ^b	7.75 ± 0.18 ^b	5.25 ± 0.35 ^b

± Desviación estándar

AS= Algas secas, AAIc= Algas alcalinizadas, ABla= Algas blanqueadas, MCC= Microcristales de celulosa

Letras diferentes en la misma fila indican diferencia significativa entre los tipos de fibras.

implica la eliminación de impurezas y componentes no celulósicos, como hemicelulosas y ligninas, los cuales son más solubles en agua. Además, los MCC poseen una estructura cristalina altamente ordenada, lo que limita su capacidad de

interactuar con el agua en comparación con el AS (García-García y col 2013; El-Achaby y col 2018; Souza Coelho y col 2020).

El contenido de FND indica la parte insoluble de la fibra, la cual está compuesta por hemicelulosa, celulosa y lignina, los cuales constituyen principalmente la pared celular en fibras de plantas (Ali y col 2018). Por su parte, el contenido de FAD se conforma por celulosa y lignina. Los valores de ambas fracciones (FND y FAD) presentaron diferencia significativa ($P < 0.05$) entre todos los tratamientos. Se puede observar que conforme se fue llevando a cabo el método de extracción, los valores de FND y FAD fueron incrementando, siendo los MCC los que registraron los valores más altos. Diversos autores reportan que las diferentes reacciones que suceden durante la extracción de los MCC ayudan a limpiar la superficie de la fibra, eliminando compuestos como proteínas, pectinas, gomas, mucílagos, entre otros. Por lo que la combinación de la alcalinización, blanqueamiento e hidrólisis ácida en la macroalga, podría estar provocando una mayor despolimerización de la fibra, generando así el incremento en la FND y FAD (Ali y col 2018).

En el **Cuadro 6** se puede apreciar que, a lo largo del proceso de extracción de los MCC, se registró una disminución progresiva en las fracciones de hemicelulosa y lignina. Este fenómeno puede deberse a diversos factores: durante la etapa de alcalinización, las moléculas de hemicelulosa y lignina pueden sufrir una despolimerización parcial debido a la acción del medio alcalino, lo que facilita su separación de la celulosa y otros componentes. Posteriormente, durante el blanqueamiento, se eliminan impurezas, contribuyendo a una reducción en ambas fracciones. Finalmente, en la etapa de hidrólisis ácida, la lignina puede experimentar una degradación más severa al romperse los enlaces químicos que conforman su

estructura. La hemicelulosa es un polisacárido que se encuentra en la parte externa de la fibra, por lo que su remoción es más sencilla. Mientras que, la lignina es un compuesto fenólico que puede interferir en la formación de materiales impidiendo que los grupos OH⁻ de la fibra interactúen con otros componentes de la matriz ya que podría restar fuerza y flexibilidad a los mismos (Motaung y Anandjiwala 2015; Ali y col 2018; Feng y col 2018). Por tanto, retirar estos polisacáridos es deseable ya que en la formulación de materiales biodegradables a base de almidón se permitirá una mejor interacción entre las cadenas amiláceas y los MCC, otorgando una matriz más resistente y flexible.

El contenido de celulosa incrementó conforme se fue llevando a cabo la extracción de los MCC. Se registró diferencia significativa ($P < 0.05$) entre los tratamientos estudiados, lo que sugiere un incremento de las moléculas de celulosa debido a la hidrólisis ácida. Durante el proceso de extracción ácida, el H₂SO₄ actuó como agente despolimerizante, degradando componentes como lignina y hemicelulosa y disgregando los enlaces glucosídicos que mantienen unidas las cadenas de celulosa. Como resultado, estas cadenas se descomponen en unidades de tamaño micrométrico, como los MCC. Feng y col (2018) informaron que la combinación de un tratamiento alcalino y blanqueamiento en fibras de bagazo de caña, permite romper los puentes de hidrógeno de la estructura tridimensional de las fibras, lo que aumenta la remoción de la matriz de hemicelulosa y lignina que recubre las fibrillas de celulosa. Por lo tanto, es de crucial importancia obtener el máximo contenido de celulosa para utilizarla como materia prima en la producción de una alta gama de productos. La celulosa posee propiedades únicas que la hacen valiosa en diversas aplicaciones, ya que es resistente, biodegradable, no tóxica y abundante en la

naturaleza. Además, se ha comprobado que el adicionar microcristales de celulosa en una matriz termoplástica, permite una mejor dispersión debido a su menor tamaño de partícula, incluso si se agrega en bajas concentraciones puede aumentar el rendimiento de resistencia mecánica del producto final, especialmente la rigidez (Gray y col 2018).

3. Caracterización térmica

a. Análisis termogravimétrico (ATG)

El análisis termogravimétrico se llevó a cabo para evaluar el efecto de las diferentes etapas de la extracción de los microcristales de celulosa a partir de biomasa de *Padina durvillaei* sobre su estabilidad térmica. En las **Figuras 11 y 12** se muestran las curvas termogravimétricas (TG) y termogravimétricas derivadas (DTG) de AS, AAlc, ABla y MCC, respectivamente. En el **Cuadro 7** se reportan las temperaturas máximas de degradación. Todas las muestras se degradaron en dos etapas principales; la primera etapa se llevó a cabo desde temperatura ambiente hasta los 230°C y la segunda etapa de 230°C a 600°C.

La pérdida de peso de las muestras a $\approx 100^\circ\text{C}$ se puede atribuir a la pérdida de agua que forma parte de la muestra inicial y compuestos altamente volátiles (Sun y col 2014). La segunda etapa se llevó en el rango de 230 a 600°C; esta pérdida de peso se encuentra relacionada con la degradación de hemicelulosa, celulosa, y otros componentes de las macroalgas. Se ha reportado que una pérdida de peso en macroalgas por encima de 300-350°C, indica un proceso muy complejo de descomposición sólida (Marcilla y col 2009; Motaung y Anandjiwala 2015; Wang y col 2017).

En la **Figura 11** se puede observar una descomposición extra en todos los tratamientos en un rango de temperatura de 220-260°C. Esto podría atribuirse, principalmente a la degradación de la hemicelulosa, ya que el tratamiento alcalino, el blanqueamiento y la hidrólisis ayuda a la despolimerización y fragmentación de las fibras. Asimismo, durante estas etapas se estaría eliminando cierto contenido de lignina, ceras, pectinas, mucilagos contenidos en las algas, corroborando la eliminación parcial de dichos componentes durante la primera etapa de la extracción de celulosa. Por otra parte, se puede observar que el AS presenta un pico más pronunciado en esta etapa de descomposición, lo cual puede deberse a que contiene una mayor proporción de hemicelulosa en comparación con los demás tratamientos.

En el **Cuadro 7** se observa que las temperaturas máximas de degradación incrementaron a medida que se fue llevando a cabo la extracción de los MCC, siendo éstos los que registraron la temperatura de degradación más alta (367°C). Por su parte, Valério Filho y col (2023) y Wahlström y col (2020) obtuvieron celulosa a partir de *Ulva Lactuca*, y reportan valores de temperatura de degradación máxima de $\approx 300^\circ\text{C}$ y 350°C , respectivamente. La temperatura máxima de los MCC fue mayor en este estudio, lo que sugiere una mayor estabilidad, ya que una temperatura de degradación más alta puede indicar una mayor pureza en la celulosa. Comprobando que, durante el proceso de extracción, se eliminaron compuestos no celulósicos, lo que resultó en una fibra con mayor estabilidad térmica. Esta estabilidad se atribuye a la estructura molecular lineal de este polisacárido, los fuertes enlaces glucosídicos entre las unidades de glucosa, la ausencia de grupos funcionales reactivos y la formación de estructuras cristalinas.

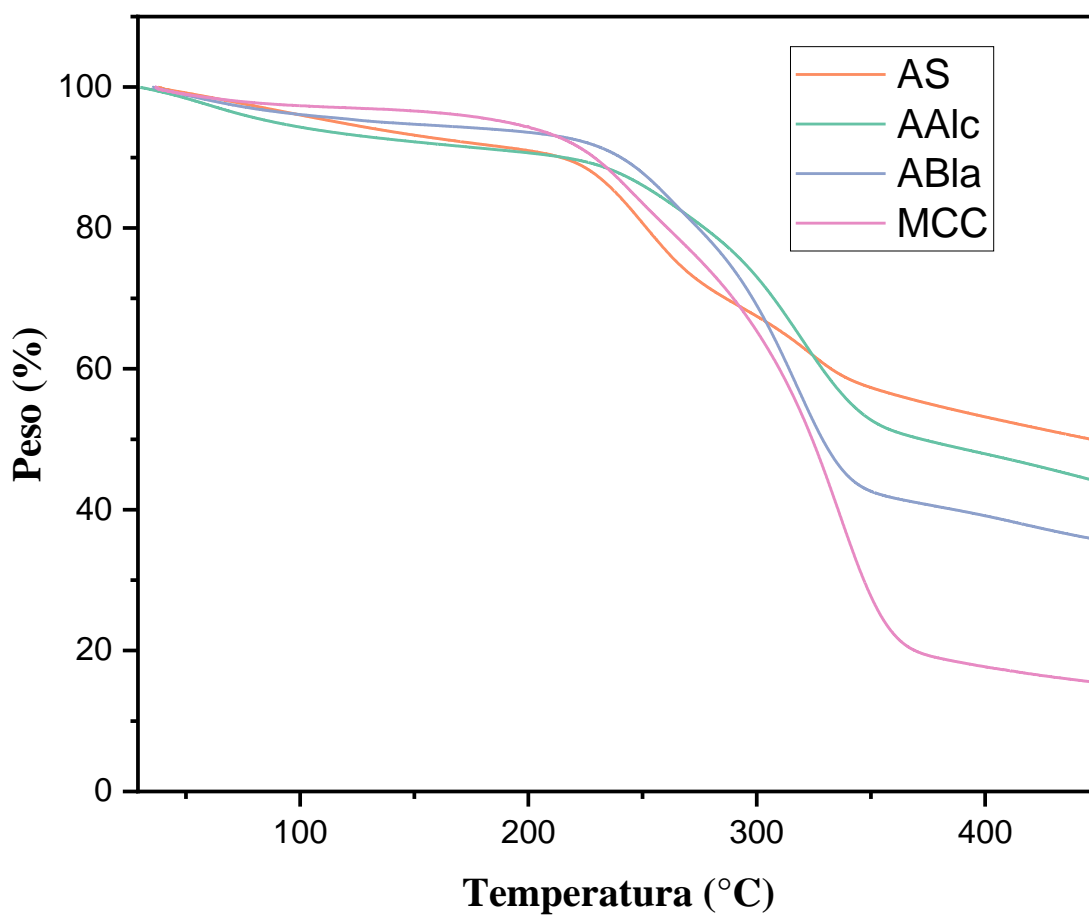


Figura 11. Curvas termogravimétricas (TG) de algas secas (AS), alga alcalinizada (AA1c), alga blanqueada (AB1a), y microcristales de celulosa (MCC).

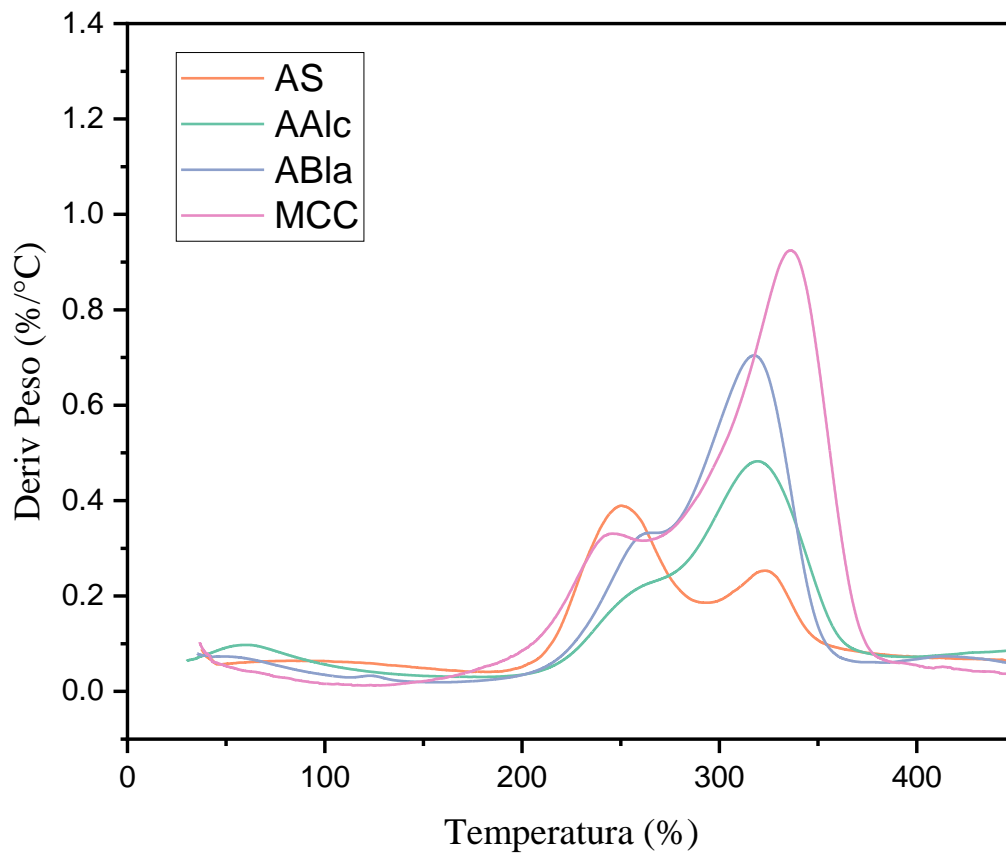


Figura 12. Curvas termogravimétricas derivadas (DTG) de algas secas (AS), alga alcalinizada (AA1c), alga blanqueada (AB1a), y microcristales de celulosa (MCC).

Cuadro 7. Temperaturas máximas de descomposición térmica de las algas secas y modificadas.

Tratamiento	Etapa 1	Etapa 2	Peso _{250°C} (%)	Pico DTG ^e (°C)
	Agua (°C)	Celulosa (°C)		
AS ^a	100.0	267.47 y 339.12	80.69	250.0 y 323.81
AAIc ^b	100.0	351.09	89.43	319.78
ABla ^c	100.0	342.0	91.77	317.93
MCC ^d	100.0	365.0	89.77	336.22

^aAS= alga seca, ^bAAIc= alga alcalinizada, ^cABla= alga blanqueada, ^dMCC= microcristales de celulosa

Estos factores combinados confieren a la celulosa una notable resistencia a la descomposición térmica, incluso en condiciones de temperatura elevada.

Estos resultados se corroboran con las temperaturas registradas en los picos de las curvas DTG (**Figura 12**), cuyo valor representa la temperatura en donde se alcanzó la velocidad máxima de degradación. Asimismo, los resultados de esta prueba se correlacionan con los obtenidos en propiedades fisicoquímicas, y se resume que conforme se fueron llevando a cabo las diferentes etapas de extracción se retiraron componentes no celulósicos. Además, se evidencia una exitosa extracción de MCC, dado que su estructura altamente ordenada y cristalina confiere a la celulosa una estabilidad térmica superior en comparación con otros componentes.

4. Caracterización microestructural

a. Difracción de Rayos X

Se utilizó la técnica de difracción de rayos X para evaluar el impacto de las distintas etapas de la extracción de microcristales de celulosa. En **la Figura 13** se presentan los difractogramas obtenidos para AS, AAlc, ABla y MCC. Todas las muestras exhibieron dos picos principales en $\approx 16.7-17.5^\circ$ y $\approx 22.4-22.6^\circ$, correspondientes a los planos cristalinos de la estructura de la celulosa (Motaung y Anandjiwala 2015). Asimismo, se observó un incremento en la intensidad del pico máximo ($2\theta \approx 22-23^\circ$) de los MCC en comparación con el AS, indicando un aumento en la cristalinidad. La intensidad de este pico sugiere una alta concentración de cristales de celulosa y cristales de celulosa bien estructurados en la muestra analizada.

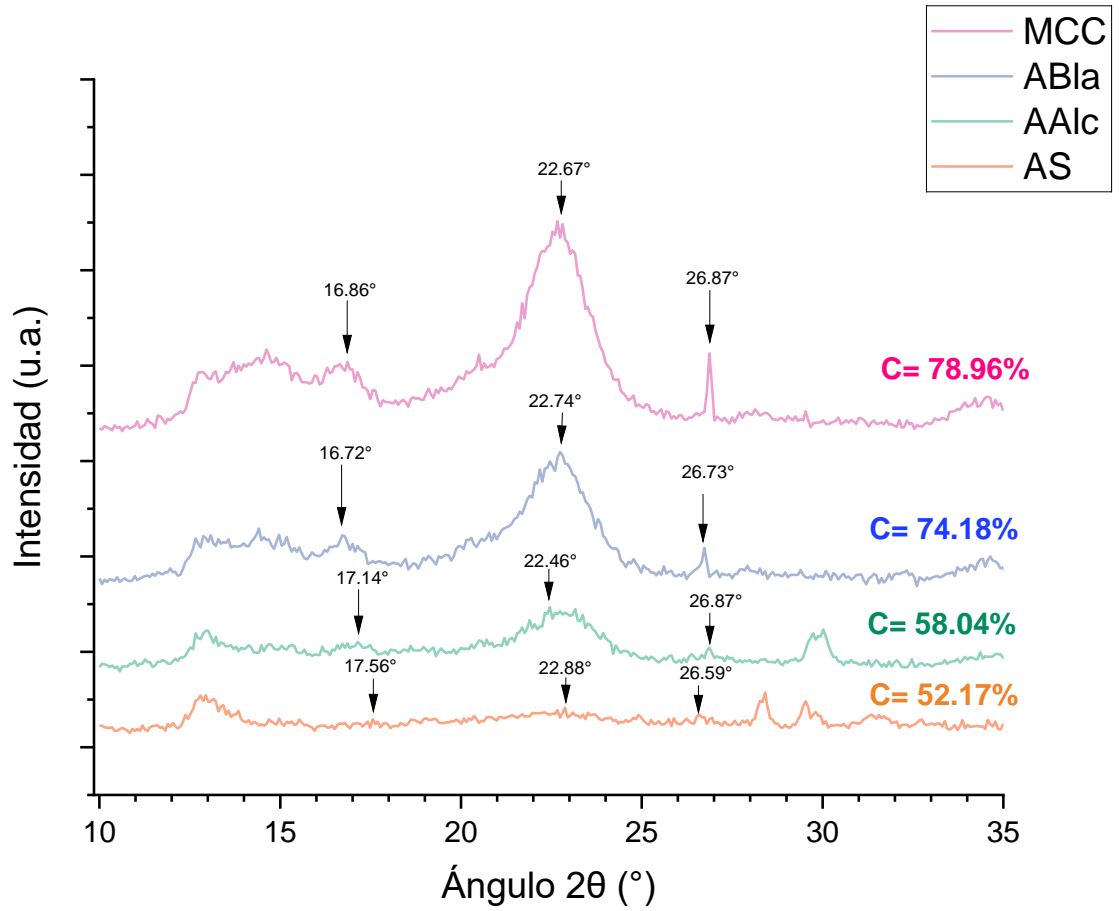


Figura 13. Patrones de difracción de rayos X y cristalinidad (C) del alga seca (AS), alga alcalinizada (AA1c), alga blanqueada (ABla) y microcristales de celulosa (MCC)

Los picos de difracción en las muestras de MCC son equivalentes a los de la celulosa cristalina, lo que confirma que la metodología empleada para la extracción fue efectiva (Coelho y col 2017). Además, se identificó un tercer pico de difracción a $2\theta \approx 26.5-26.8^\circ$ en todas las muestras, a excepción del AS, muy probablemente relacionado con la estructura cristalina de la celulosa (Valério Filho y col 2023).

Resultados similares fueron obtenidos por Valério Filho y col (2023), quienes registraron picos principales de celulosa derivada de *Ulva lactuca* en una región entre $20-23^\circ$, sustentando la presencia de regiones cristalinas. No obstante, ellos reportaron un menor índice de cristalinidad (68.17%), en comparación a lo registrado en este estudio (78.96%). Por su parte, Wahlström y col (2020) obtuvieron un índice de cristalinidad del 48% para nanofibrillas de celulosa a partir de *Ulva lactuca*, y comentan que esta baja cristalinidad puede explicarse porque las muestras eran una mezcla de celulosa y xiloglucano.

Por otro lado, se registró un incremento en el índice de cristalinidad (C) durante la extracción de los MCC, registrándose valores de 52.17, 58.04, 74.18 y 78.94% para el AS, AAlc, ABla y los MCC, respectivamente. Esto representa un aumento del 51.35% en la C de los MCC en comparación al AS. Es bien sabido que la hemicelulosa y la lignina presentan estructuras amorfas, las cuáles al encontrarse en la parte externa de las fibras pueden ser removidas con mayor facilidad. Mientras que, la celulosa, debido a sus puentes de hidrógeno y enlaces glucosídicos posee una estructura cristalina (Feng y col 2018). Por tanto, este incremento en la cristalinidad confirma que cada etapa de la extracción eliminó los componentes amorfos, incrementando la concentración de celulosa y, por consiguiente, el porcentaje de cristalinidad (Bangar y col 2022).

b. Microscopia electrónica de barrido (MEB)

La microscopia electrónica de barrido proporciona una imagen detallada de la estructura superficial y la morfología de la muestra a una amplia gama de escalas, desde los micrómetros hasta los nanómetros. Esto permite la observación de características como rugosidades, protuberancias, porosidades y texturas superficiales (Kvien y col 2005).

Después del proceso de alcalinización, blanqueo e hidrólisis ácida, la **Figura 14** muestra que los haces de fibras se han separado en fibras individuales de tamaño micro, adoptando una forma de cinta con una superficie más lisa gracias a la eliminación de material no celulósico. En las imágenes que corresponden a la **Figura 14 (D, E)**, se pueden apreciar fibrillas más dispersas. La estructura laminar, uniforme y lisa es una característica distintiva de la celulosa pura, lo que sugiere que los pasos de hidrólisis ácida y el tratamiento ultrasónico posteriores probablemente hayan eliminado otros componentes de las algas, dejando únicamente los MCC (Nagarajan y col 2018).

Comparando las diferentes imágenes desde que se comenzó el proceso de extracción, se puede observar que el AS (**Figura 14 (A)**) presentó una estructura rugosa con fibras irregulares, lo cual puede ser debido a la presencia de estructuras microscópicas, como células epidérmicas en la superficie de las partículas de algas o a la presencia de lignina y hemicelulosa. Además, su poca homogeneidad, puede ser debido a la presencia de diversos componentes como ceras, pectinas, mucílagos presentes en las macroalgas (Fouzi Tarchoun y col 2019).

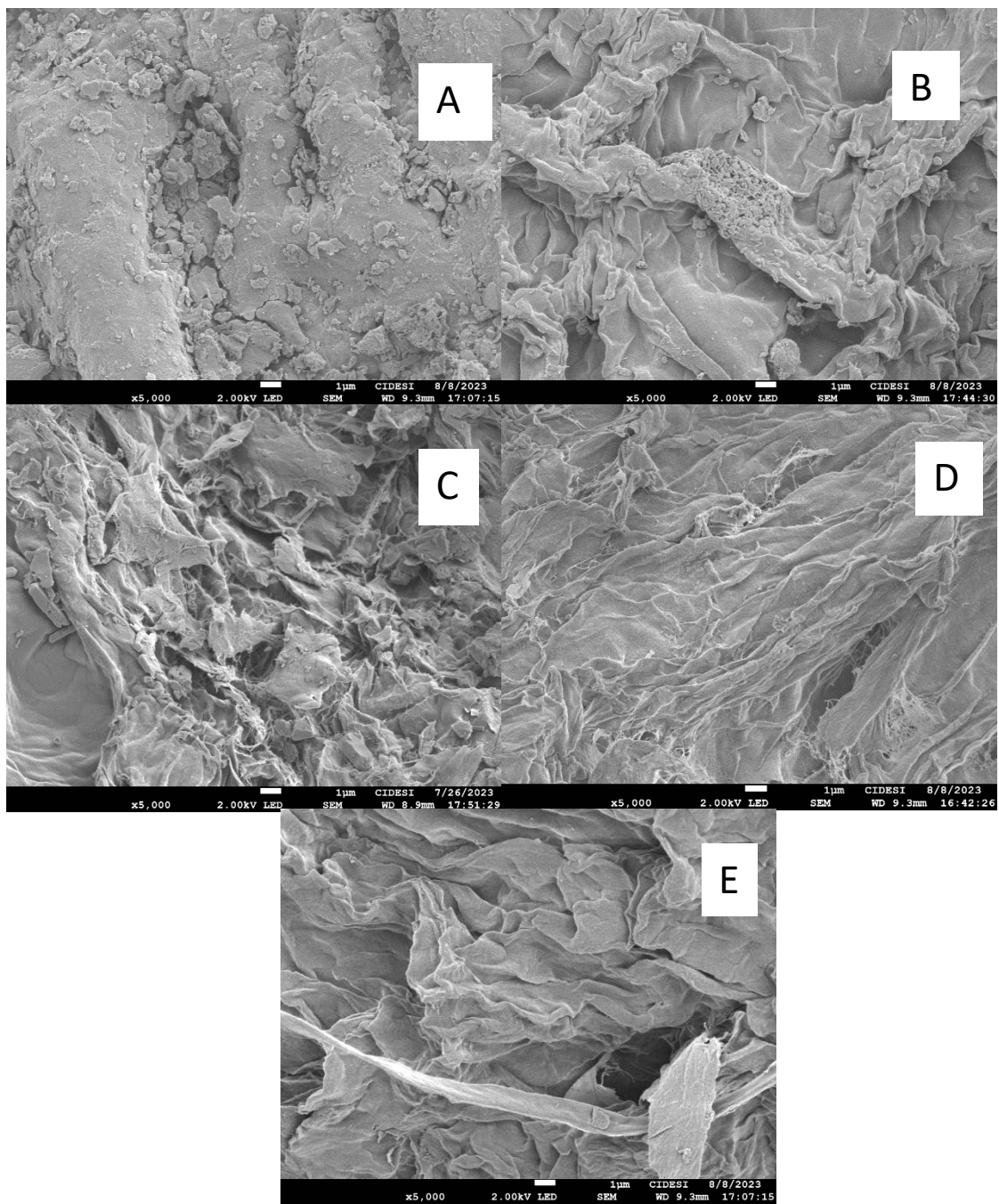


Figura 14. Imágenes de microscopía electrónica de barrido para (A) Alga Seca (AS) (B) Alga Alcalinizada (AAIc), (C) Alga Blanqueada (ABla), (D) Microcristales de celulosa hidrolizados al 39% (MCC 39%) (E) Microcristales de celulosa hidrolizados al 64% (MCC 64%) a una magnificación de 5000x.

En la **Figura 14** se puede observar que conforme se fue llevando a cabo la extracción de MCC se obtuvo una estructura más limpia, donde el tamaño de partícula fue menor ($730 \pm 70 \mu\text{m}$, $690 \pm 70 \mu\text{m}$, $486.67 \pm 15.28 \mu\text{m}$, $295 \pm 13.23 \mu\text{m}$, para AS, AA1c, AB1a y MCC 39%, respectivamente). Esto puede ser atribuido a una desfibrilación originada por la eliminación parcial de componentes orgánicos, así como a la fragmentación de hemicelulosa y lignina.

Por otro lado, en la **Figura 14D y 14E** se observa la formación de laminillas alargadas para los MCC. Posiblemente, estas estructuras representen fibrillas de celulosa agregadas a causa de la liofilización. Durante este proceso, el crecimiento de cristales en las suspensiones de celulosa promueve que se lleve a cabo un autoensamblaje, generando estructuras laminares gracias a la formación de múltiples enlaces de hidrógeno intermoleculares (De Dios-Naranjo y col 2016; Zhao y col 2019; Benito González y col 2020; Wahlström y col 2020; Bangar y col 2022; Bogolitsyn y col 2024).

c. **Microscopia Óptica (MOP)**

Mediante el microscopio óptico fue posible distinguir la apariencia física de las fibras durante las diferentes etapas del proceso de extracción de los MCC. En la **Figura 15** se muestran las micrográficas de las fibras a una magnificación de 200X. Se puede observar que la macroalga *Padina durvillaei* deshidratada fue cambiando de color conforme se llevaron las diferentes etapas del proceso de extracción de microcristales de celulosa. Se aprecia un cambio de coloración café-verdosa a un blanco aperlado. Asimismo, se comprueba que el tamaño de partícula disminuyó de $887 \pm 108.69 \mu\text{m}$ (AS) a $164 \pm 36.82 \mu\text{m}$ (MCC).

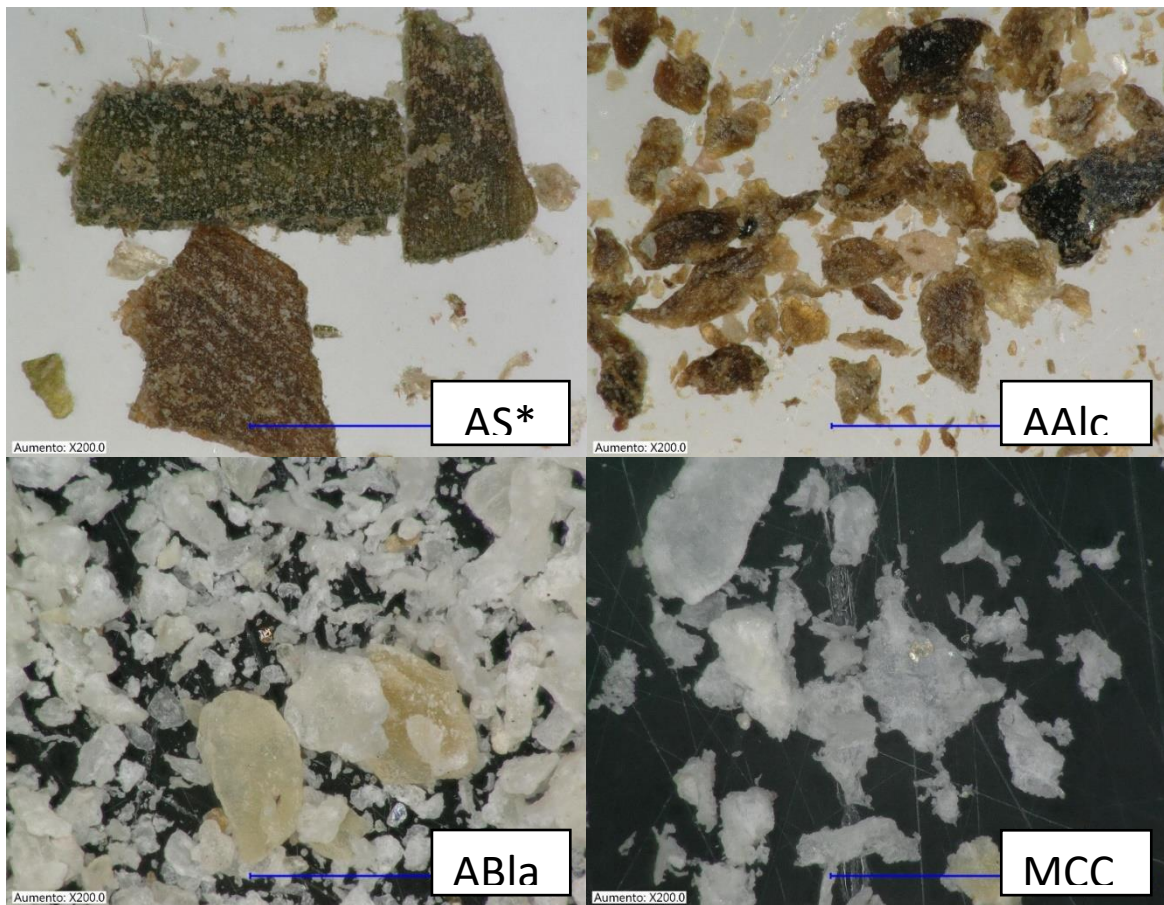


Figura 15. Imágenes de cambio de color y tamaño de partícula para los distintos tratamientos aplicados para la extracción de celulosa a una magnificación de 200X. *AS= Alga Seca, AAlc= Alga alcalinizada, ABla= Alga blanqueada

El-Achaby y col (2018) quienes obtuvieron celulosa a partir de algas rojas comentan que esta coloración blanca podría deberse al contenido de celulosa pura, lo que confirma que los elementos no celulósicos, especialmente la lignina y las hemicelulosas, se eliminaron totalmente con el tratamiento alcalino y blanqueamiento. De hecho, la combinación del tratamiento de blanqueo e hidrólisis ácida puede resultar de la desfibrilación total de las fibras crudas en microfibrillas individuales con un diámetro más pequeño, lo cual podría facilitar la utilización de la celulosa como agente reforzante, porque se tendría una mejor dispersabilidad del material dando como resultado mejores propiedades mecánicas (Morales y col 2019).

B. PELICULAS COMESTIBLES

Las PC elaboradas a partir de una solución filmogénica de AMA y MCC presentaron distintas propiedades fisicoquímicas. En el **Cuadro 8** se presentan los valores experimentales obtenidos para cada una de las variables de respuesta analizadas. Los valores mínimos y máximos para cada una de las variables fueron: $PVA = 1.14 \times 10^{-10}$ - $1.71 \times 10^{-10} \text{ g Pa}^{-1}\text{s}^{-1}$, $S = 20.28$ - 31.19% , $\sigma = 0.47$ - 10.04 MPa , $\varepsilon = 1.69$ - 58.04% y $E = 6.08$ - 570.35 MPa .

En el **Cuadro 9** se muestra el ANOVA para la PVA, S, σ , ε y E. Los datos mostraron modelos de regresión significativos, con valores de $R^2 \geq 0.82$, coeficiente de variación (CV) $\leq 23.70\%$, sin presentar falta de ajuste.

1. Propiedades fisicoquímicas

a. Propiedades de Barrera

1) Permeabilidad al Vapor de Agua (PVA)

La PVA presentó un modelo significativo (**Cuadro 9**) con una R^2 ajustada= 0.82, CV= 4.91% sin presentar falta de ajuste ($P > 0.1186$). El contenido de MCC en su término lineal (A ; $P < 0.0418$) tuvo efecto significativo. Por su parte, el CG tanto en su término lineal como cuadrático (B ; $P < 0.0005$ - B^2 ; $P < 0.0057$) presentó efecto significativo. La siguiente ecuación muestra el modelo matemático para PVA:

$$PVA = 1.51 \times 10^{-10} + 6.30 \times 10^{-12} A + 1.55 \times 10^{-11} B + 2.46 \times 10^{-14} AB \\ + 1.70 \times 10^{-12} A^2 - 1.06 \times 10^{-11} B^2$$

Los valores de PVA variaron dentro de un rango de 1.14×10^{-10} a 1.71×10^{-10} g $\text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1} \text{m}^{-1}$ (**Cuadro 8**). Estos resultados son similares a los reportados por Sukyai y col (2018), quienes en películas de aislado de proteína de suero reforzadas con nanocristales de celulosa obtenidos del bagazo de la caña de azúcar registraron valores de 7.4×10^{-10} a 11.8×10^{-10} g $\text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1} \text{m}^{-1}$. Asimismo, los resultados obtenidos en la presente investigación fueron más bajos que los reportados por Li y col (2018), quienes registraron valores de 3.0×10^{-7} a 4.28×10^{-7} g $\text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1} \text{m}^{-1}$ para películas de almidón y nanofibras de celulosa. Por su parte, Gray y col (2018) trabajaron con nanocristales de celulosa en compósitos de almidón termoplástico (16.4×10^{-7} a 26.7×10^{-7} g $\text{Pa}^{-1} \text{s}^{-1} \text{m}^{-1}$), y Souza Coelho y col (2020) obtuvieron valores de 5.33×10^{-7}

Cuadro 8. Propiedades fisicoquímicas de películas comestibles de almidón de maíz acetilado y microcristales de celulosa

Tratamiento	PVA* (g Pa⁻¹ s⁻¹ m⁻¹)	S* (%)	σ* (MPa)	ε* (%)	E* (MPa)
1	1.16x10 ⁻¹⁰	26.73	7.53	14.64	307.21
2	1.26x10 ⁻¹⁰	20.28	6.60	2.65	368.87
3	1.48x10 ⁻¹⁰	23.93	1.24	58.04	48.25
4	1.58x10 ⁻¹⁰	31.19	1.54	48.47	41.60
5	1.49x10 ⁻¹⁰	24.69	1.76	59.39	83.89
6	1.71x10 ⁻¹⁰	25.22	0.66	38.40	14.74
7	1.14x10 ⁻¹⁰	24.07	10.04	1.69	570.35
8	1.57x10 ⁻¹⁰	29.46	0.47	55.03	6.08
9	1.50x10 ⁻¹⁰	22.11	5.91	4.06	235.48
10	1.55x10 ⁻¹⁰	21.07	6.55	11.15	293.19
11	1.43x10 ⁻¹⁰	23.36	6.08	3.80	271.19
12	1.55x10 ⁻¹⁰	22.50	6.70	6.14	300.52
13	1.53x10 ⁻¹⁰	22.79	7.65	3.21	372.89

* Variables de respuesta: PVA= Permeabilidad al vapor de agua, S= Solubilidad, σ =

Esfuerzo a la tracción, ε= Elongación y E= Módulo de Young

Cuadro 9. Análisis de varianza de las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de películas comestibles de almidón de maíz acetilado reforzadas con microcristales de celulosa de alga padina.

Respuesta	R²_{ajustada}	CV* (%)	Valor	P de F (modelo)	Falta de ajuste
PVA	0.82	4.91	12.07	0.0025	0.11
S	0.95	2.76	50.99	<0.0001	0.94
σ	0.93	16.69	36.86	< 0.0001	0.27
ε	0.95	22.21	49.14	<0.0001	0.08
E	0.90	23.70	23.96	0.0003	0.40

*CV= Coeficiente de Variación

a $7.5 \times 10^{-7} \text{ g Pa}^{-1}\text{s}^{-1}\text{m}^{-1}$ en películas elaboradas a partir de almidón y nanocristales de celulosa extraídos del orujo de uva.

La **Figura 16** muestra el comportamiento de la PVA con respecto al CG y contenido de microcristales de celulosa (CMCC). Se puede observar que conforme se incrementa el CG aumenta la PVA. Diversos autores han reportado comportamientos similares al estudiar el efecto del glicerol en películas comestibles de proteína (Galvez Paredes 2019), quitosano (Vázquez y col 2021), harina de arroz y plátano (Rodríguez-Marín y col 2013). Este comportamiento se puede atribuir a la naturaleza hidrofílica del glicerol, ya que al tener una gran cantidad de grupos hidroxilo libres, aumenta la capacidad de absorción de humedad, incrementando la PVA. Además, el glicerol interactúa con las cadenas poliméricas del almidón y los MCC, creando nuevas interacciones. Dichas interacciones aumentan la distancia intermolecular en la matriz polimérica, por lo que el volumen libre del sistema aumenta y con ello se favorece a la movilidad de las cadenas poliméricas. Por tanto, esta reorganización promueve la difusión de moléculas de agua a través de las PC, resultando en un material menos denso y más permeable (Arfat y col 2014; Galvez Paredes 2019; Vázquez y col 2021).

Por otro lado, se puede observar que los valores más bajos de PVA se obtuvieron en todo el rango del CMCC a un bajo CG. Este comportamiento puede deberse a un incremento en la compactación de la matriz termoplástica por la presencia de los microcristales de celulosa, lo que dificultó la difusión o permeabilidad del vapor de agua a través de la película. Diversas investigaciones han reportado que se pueden formar fuertes interacciones a través de enlaces de hidrógeno entre los

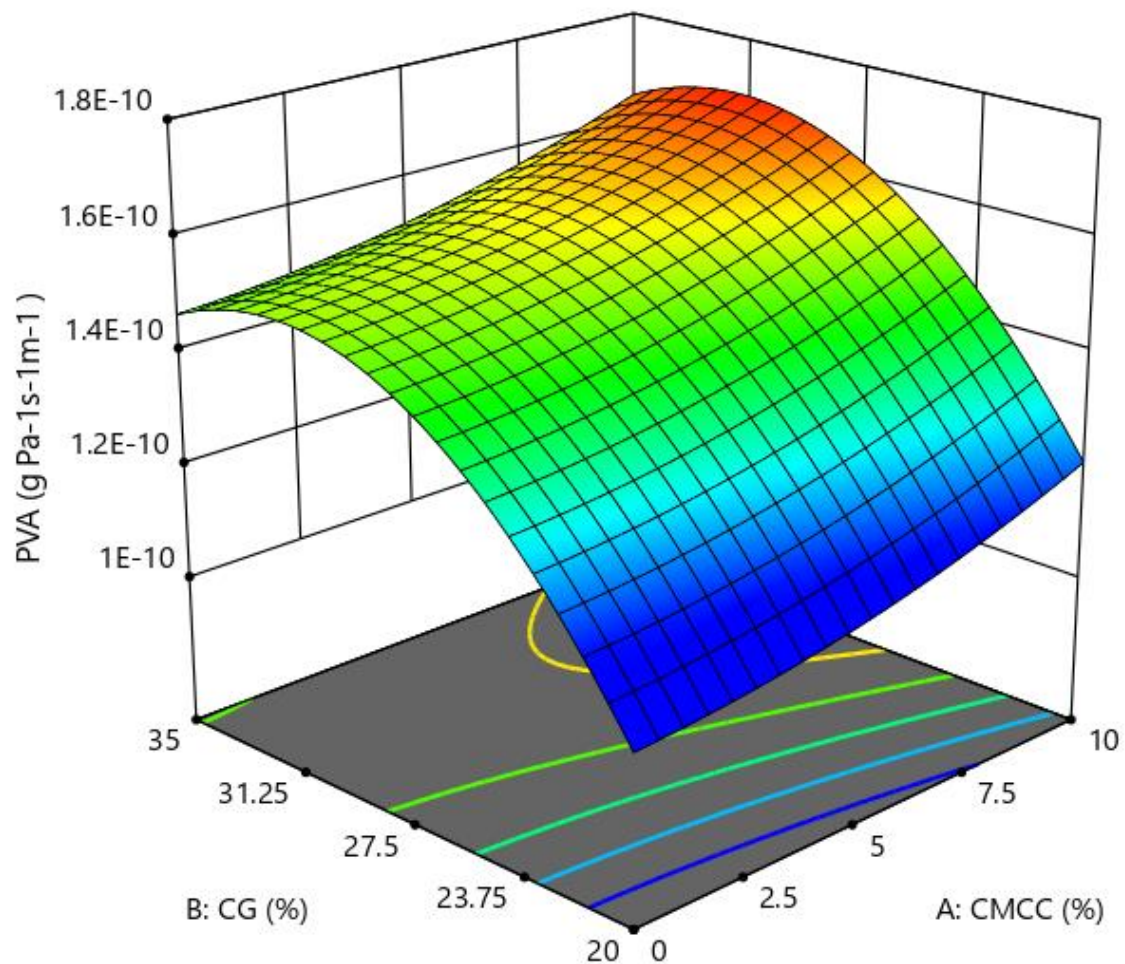


Figura 16. Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en la permeabilidad al vapor de agua (PVA) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina.

microcristales de celulosa y el almidón, dando como resultado una reducción en la PVA (Lu y col 2005; Li y col 2018). De igual forma, algunos autores explican que entre menor sea el tamaño de partícula de las fibras es posible obtener valores menores PVA ya que la relación espectral de la matriz, en este caso micrométrica, ayudaría a alterar la trayectoria de difusión de las moléculas de agua penetrantes (Takahashi y Paul 2006; Santana y col 2019).

También se puede observar que los valores más altos para PVA se obtuvieron a un alto CMCC y alto CG. Este comportamiento puede ser debido a que cuando hubo un mayor porcentaje de MCC, el espesor de la película también incrementó. Esto podría haber implicado que las moléculas de agua tomaran un camino más largo para atravesar la matriz polimérica, quedando atrapadas dentro de ella; tal es el caso de las películas con un CMCC mayor al 5% (Galvez Paredes 2019). Además, Tabassi y col (2016) señalan en su investigación que la matriz polimérica tiene un límite de carga que puede soportar. Superar este contenido puede ocasionar aglomeraciones, lo que resulta en propiedades deficientes de barrera o permeabilidad al vapor de agua.

2) Solubilidad en Agua

El ANOVA de S mostró un modelo de regresión significativo (**Cuadro 9**), obteniendo una R^2 ajustada= 0.95, CV= 2.76% y no presentó falta de ajuste ($P > 0.9498$). El contenido de MCC en su término cuadrático (A^2 ; $P < 0.0021$), el CG en su término lineal (B ; $P < 0.0001$) y cuadrático (B^2 ; $P < 0.0001$), así como la interacción (AB ; $P < 0.0001$) fueron estadísticamente significativos. El modelo empleado para esta variable de respuesta quedó representado con la siguiente ecuación:

$$S = 22.37 + 0.1933 A + 1.97 B + 3.43 AB + 1.21 A^2 + 2.12B^2$$

Al utilizar recubrimientos a base de almidón en productos que se transportan o manipulan en climas de alta humedad, es crucial considerar que este biopolímero es hidrofílico, lo que podría provocar la absorción de agua y cambios en las propiedades funcionales del producto. Por lo tanto, resulta imprescindible evaluar la S en películas comestibles elaboradas a partir de almidón, ya que diversos estudios en la literatura señalan que el porcentaje de S en las películas determina su comportamiento en ambientes húmedos. Aunque la estabilidad de las películas puede verse comprometida por una alta solubilidad en agua, estas ofrecen la ventaja de que el alimento recubierto temporalmente puede ser consumido fácilmente después del lavado (Lee y col 2004; Cedeño Sares y col 2023).

La S registró un rango de 20.28 a 31.19% (**Cuadro 8**). Los valores obtenidos en el presente estudio, fueron similares a los reportados por Désiré y col (2021) quienes obtuvieron un rango de 20.61-24.84% en películas de almidón de mandioca y celulosa microcristalina. Sin embargo, los valores obtenidos en esta investigación son más bajos que los reportados por Sukyai y col (2018) en películas reforzadas con nanocristales de celulosa (43.82-51.1%). Por su parte, Orozco y col (2018a) en películas comestibles de almidón de yuca reforzadas con fibra obtuvieron un rango del 44.64-61% y Trujillo Rivera (2014) desarrollo películas de almidón de yuca y proteína para empaques de alimentos obteniendo valores en un rango de 20.43-45.71%.

En la **Figura 17** se presenta el comportamiento de la S con relación al CG y CMCC. Se observa que los valores más bajos de S se obtuvieron cuando el CMCC fue alto y el CG fue bajo. Esta disminución en la S podría atribuirse a una buena interacción entre los componentes de la película, lo que resulta en un matriz compacta que evita la desintegración del material. Además, la naturaleza hidrofóbica de los MCC

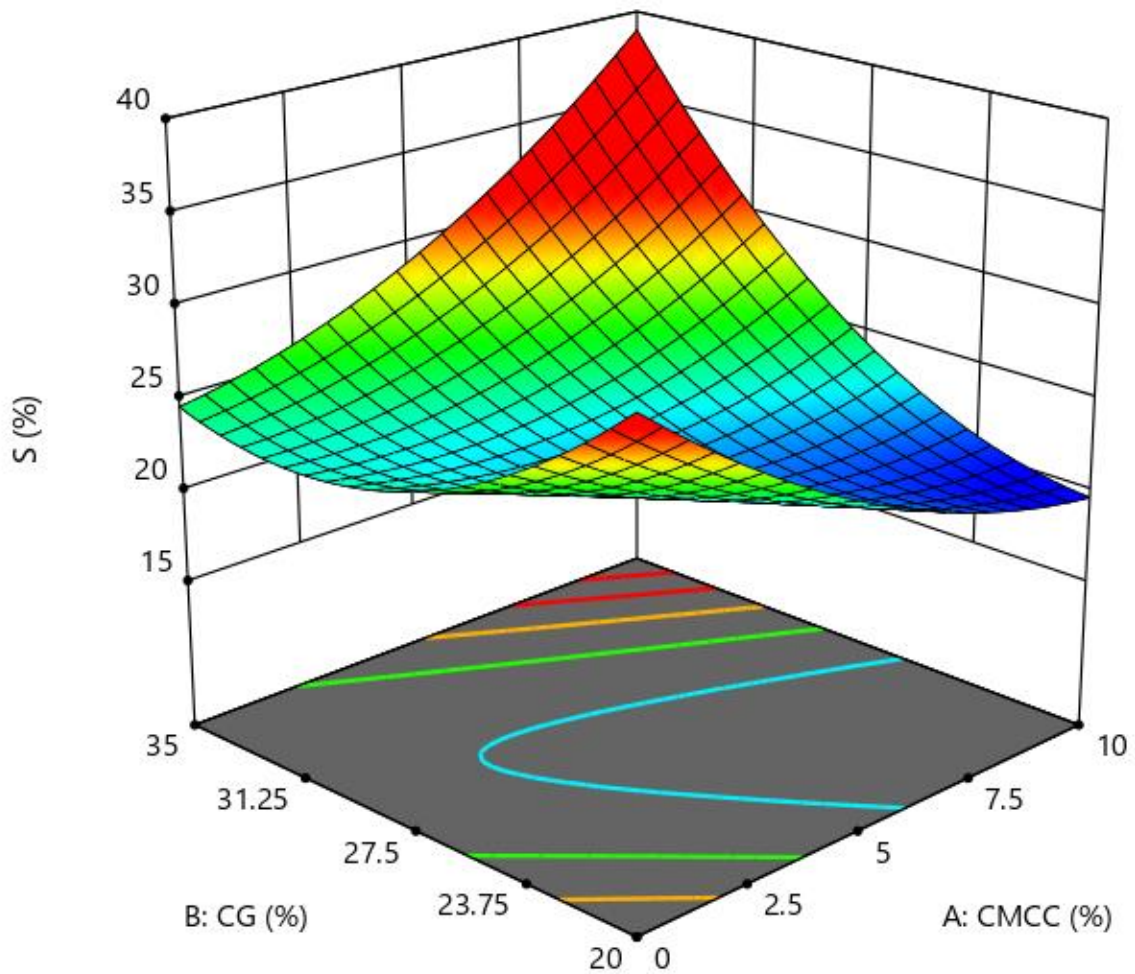


Figura 17. Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en la Solubilidad (S) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina.

contribuye a esta reducción en la solubilidad. Por otro lado, se observó un aumento en la S a medida que aumentaba el contenido de glicerol. Esto podría explicarse por el carácter hidrofílico del glicerol, que facilita la entrada de moléculas de agua a los espacios libres de la matriz polimérica, lo que resulta en un aumento de la S. Resultados similares han sido reportados por varios autores que trabajaron con almidones acetilados y glicerol. Por otro lado, es importante destacar que un alto CG y CMCC puede no ser beneficioso. Esto se puede deber a que es probable que se sobrepase la capacidad de carga de los agentes reforzantes, provocando aglomeraciones que favorezcan la absorción de agua. Por lo tanto, se debe encontrar un equilibrio adecuado en la formulación de las películas para garantizar las mejores propiedades (Matta y col 2011; Tabassi y col 2016; León-Leyva 2018; Contreras-Chávez 2021; Aguilar-Palazuelos y col 2023).

b. Propiedades Mecánicas

1) Resistencia a la tracción (σ)

En el **Cuadro 9** se puede observar un modelo significativo para esta variable de respuesta, obteniéndose una R^2 ajustada= 0.93, CV= 16.69 %, sin presentar falta de ajuste ($P > 0.2711$). El único factor que presentó efecto significativo en su término lineal fue el CG (B; $P < 0.0001$). Por otro lado, el CMCC presentó efecto significativo en su término cuadrático (A^2 ; $P < 0.0001$). A continuación, se muestra el modelo matemático para esta variable de respuesta:

$$\sigma = 6.58 - 0.27 A - 3.11 B + 0.30 AB - 2.43 A^2 - 0.41 B^2$$

La σ se encontró en un rango de 0.47 a 10.04 MPa (**Cuadro 8**). Los valores obtenidos en este trabajo fueron similares a los reportados por Désiré y col (2021) en

películas de almidón de mandioca y celulosa microcristalina (7.15-10.99 MPa) y mayores a los reportados por Gray y col (2018) en compósitos a base de almidón y nanocristales de celulosa (2.3 a 8.7 MPa) y Sukyai y col (2018) en películas de proteína con nanocristales de celulosa (2.3- 4.93 MPa).

Los valores de resistencia a la tracción de las películas biodegradables se pueden comparar con algunas películas comerciales a base de petróleo, como el polietileno de baja densidad (8-10 MPa), el polipropileno (27-98 MPa), el poliestireno (31-49 MPa) y ácido poliláctico (45 MPa) (Souza Coelho y col 2020). Según lo reportado por Gray y col (2018) sus compósitos elaborados con el 1% de nanocristales de celulosa y 29% de almidón termoplástico presentaron una resistencia a la tracción de 8.6 MPa, los cuales cumplen por completo con la resistencia a la tracción estándar requerida (8.5 MPa) para los envases de polietileno.

En la **Figura 18** se puede observar el comportamiento de la resistencia a la tracción por efecto del CG y CMCC. Se puede observar que el factor que tuvo mayor efecto fue el CMCC, observándose que conforme se aumentó, la σ aumenta hasta aproximadamente 5 - 6% para volver a disminuir. Los valores más altos para σ se registraron en un rango de \approx 3-6% de MCC y \approx 20-22% de CG. Sin embargo, cuando MCC fue mayor a 7% la σ disminuyó considerablemente; esto puede deberse a que se ha reportado que una incorporación mayor al 5% puede generar una aglomeración y mala distribución de la fibra dentro de la matriz polimérica (Bangar y col 2022). Por su parte, Versino y García (2018) encontraron que un porcentaje mayor al 1.5% de fibra puede generar películas más frágiles, con baja elongación y resistencia a la tracción.

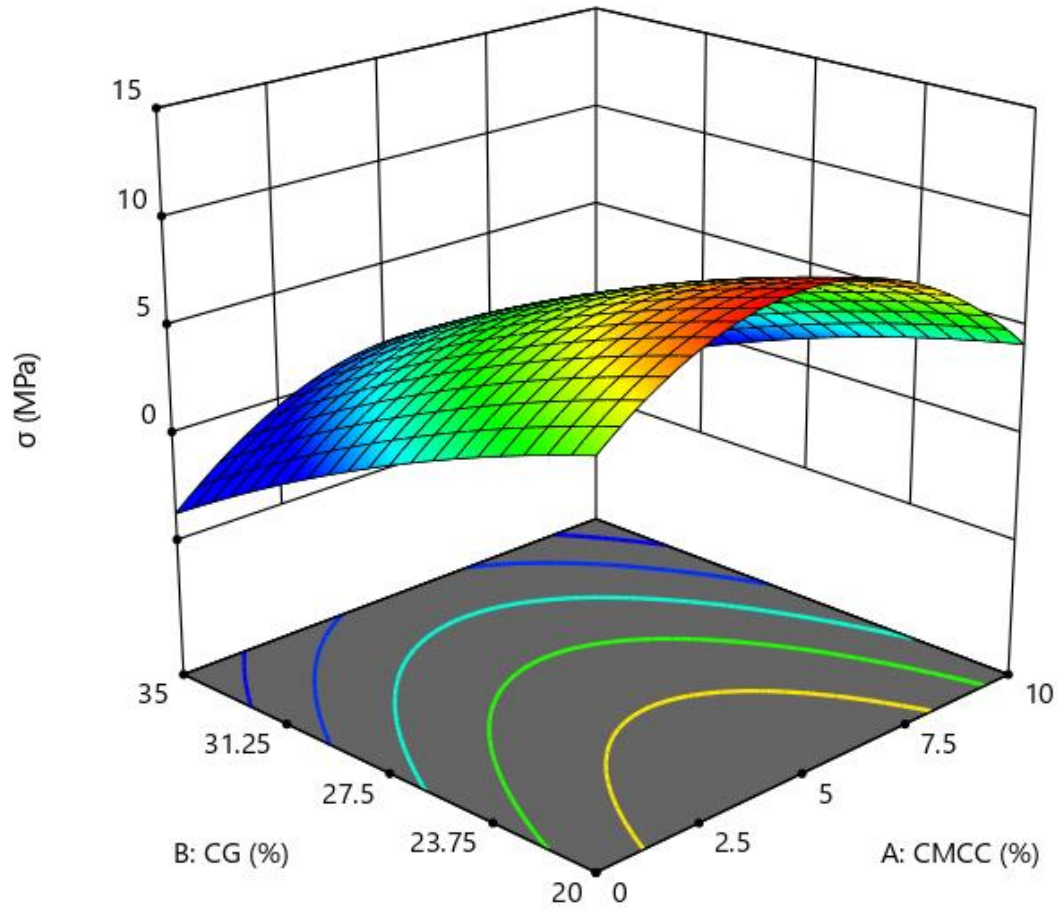


Figura 18. Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en la Resistencia a la tracción (σ) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina.

Con respecto al CG, se puede apreciar que conforme fue aumentando, la σ fue disminuyendo, encontrándose los valores más bajos en CG de $\approx 30-35\%$. Este comportamiento puede ser debido a que el glicerol confiere a las películas cierta flexibilidad y maleabilidad, pero cuando la concentración de éste aumenta impide que las moléculas del almidón y la fibra interactúen entre sí. De hecho, este plastificante tiende a reducir las interacciones intermoleculares en la película. Esto se debe a que, al incorporarse en la matriz polimérica, interfiere con la formación de enlaces de hidrógeno y otras interacciones moleculares entre las cadenas poliméricas. Como resultado, dichas cadenas se vuelven menos cohesivas y más móviles, lo que reduce la resistencia a la tracción (León-Leyva 2018; Cedeño Sares y col 2023)

2) Elongación (ϵ)

La ϵ mostró un modelo de regresión significativo (**Cuadro 9**) con una R^2 ajustada= 0.95, CV= 22.21%, y no presentó falta de ajuste ($P > 0.0841$). El CMCC en sus términos lineal (A; $P < 0.0106$) y cuadrático (A^2 ; $P < 0.0001$) presentó efecto significativo. Asimismo, el CG presentó efecto significativo en ambos términos (B; $P < 0.0001$, B^2 ; $P < 0.0021$). La siguiente ecuación muestra el modelo matemático obtenido para dicha variable de respuesta:

$$\epsilon = 5.68 - 6.40 A + 20.58 B + 0.60 AB + 19.69A^2 + 9.43 B^2$$

Los valores se registraron en un rango de 1.69 a 59.38% (**Cuadro 8**). Estos resultados son superiores a los reportados por Sukyai y col (2018) en películas de proteína con nanocristales de celulosa (2.3-4.93%), así como a los de Silva y col (2019) y Souza Coelho y col (2020) en películas de almidón con nanocristales de

celulosa (2.53-17.62% y 3.8-13.5%, respectivamente) y Désiré y col (2021) en películas de almidón y celulosa microcristalina (1.31- 46.07%).

En la **Figura 19** se presenta el comportamiento de la elongación de las PC con respecto a CMCC y CG, siendo este último el que registró un efecto evidente sobre la variable de respuesta. Se puede observar que a medida que aumentó el CG, también incrementó la ϵ . Esto se debe a la función del glicerol como plastificante, ya que al introducirse entre las cadenas poliméricas, éstas se encontrarán menos interconectadas y con mayor movilidad, resultando en una película más flexible, maleable y mayor deformación antes de que ocurra la ruptura (Basiak y col 2018).

Con respecto al CMCC, se puede observar que conforme se aumentó hasta aproximadamente un 5%, la ϵ disminuyó. Este comportamiento es similar a lo reportado por Bangar y col (2022) en películas de almidón y nanocristales de celulosa de Kudzu, quienes reportaron que la ϵ disminuyó a medida que se incorporó un mayor porcentaje de nanocristales de celulosa. Esto puede ser debido a que un mayor contenido de nanocristales en la matriz polimérica puede dar como resultado una mayor interacción entre los dos componentes, restringiendo su movilidad. Zhao y col (2019) observaron un comportamiento similar cuando incorporaron nanofibras de celulosa de paja de canola en películas de almidón de yuca.

Por otro lado, en la gráfica se puede observar que cuando el CMCC aumentó más allá del 5%, los valores para ϵ incrementaron. Esto puede deberse a una mala distribución, por lo que se interrumpen las interacciones de la matriz polimérica y con esto se reduce la resistencia del material a ser elongado, debido a un exceso de MCC (Tabassi y col 2016; Versino y García 2018; Bangar y col 2022)

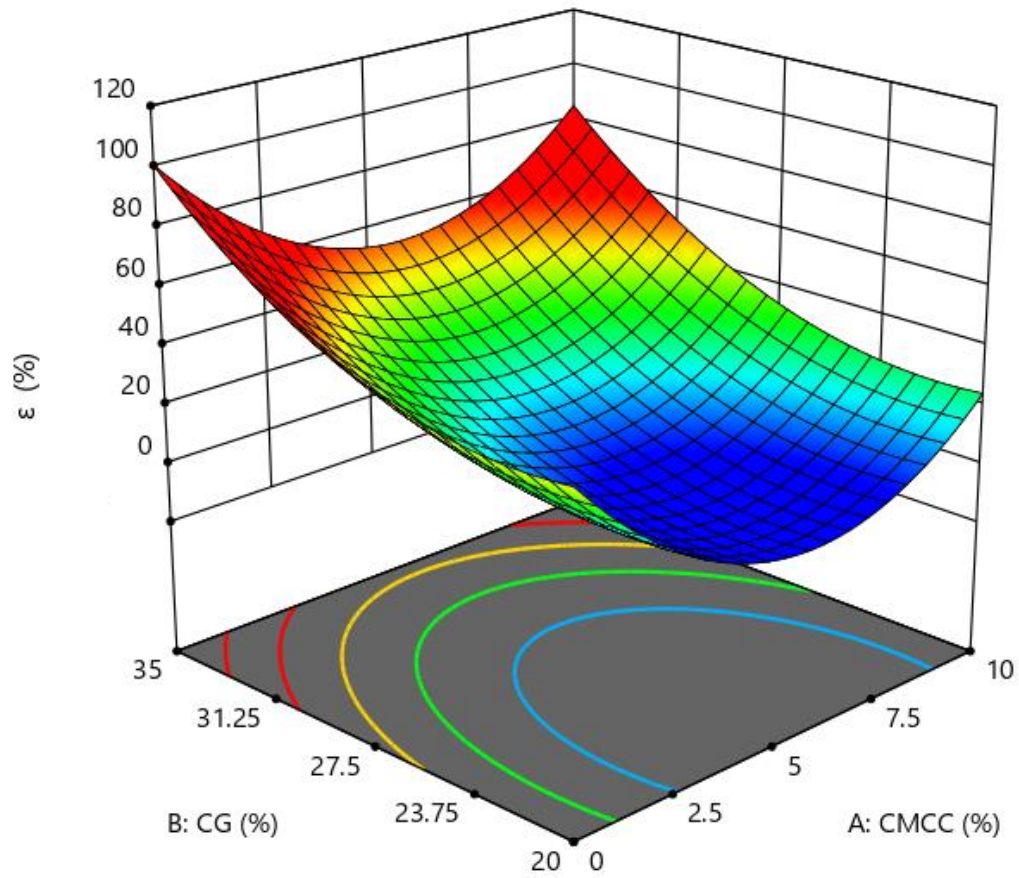


Figura 19. Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en la Elongación (ϵ) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina.

3) Módulo de Young (E)

Para el módulo de Young (E), el CG tuvo efecto significativo en su término lineal (B ; $P < 0.0001$) y el contenido de MCC en su término cuadrático (A^2 ; $P < 0.0007$). El modelo matemático fue significativo ($P < 0.0003$), presentó un valor de R^2 ajustada = 0.90, $CV = 23.70\%$ y no presentó falta de ajuste ($P < 0.4033$). En la siguiente ecuación se muestra el modelo matemático empleado para el E :

$$E = 294.66 - 5.35 A - 173.03 B - 17.08 AB - 116.99 A^2 + 2.46 B^2$$

El **Cuadro 8** muestra los valores del E , registrando un rango de 6.08 a 570.35 MPa. Estos resultados fueron similares a los reportados por Gray y col (2018) en compósitos de almidón termoplástico con nanocristales de celulosa reportando valores de 400 a 590 MPa. Por otro lado, se obtuvieron valores más altos que los reportados por Sukyai y col (2018) en películas de proteína y nanocristales de celulosa obtenidos del bagazo de caña (57.56 a 187.42 MPa) y Souza Coelho y col (2020) con películas de almidón y nanocristales de celulosa obtenidos del orujo de uva (11 a 21 MPa).

En la **Figura 20** se muestra el comportamiento del E por efecto del CG y CMCC. Los valores más altos de E se registraron en niveles del 3 al 6% del contenido de MCC y bajo CG (~20%). Mientras que, cuando el CMCC aumentó más allá del 7% se observó una disminución. Oropeza-González y col (2016) establecen que el E se puede incrementar cuando se aumenta la concentración de nanopartículas, lo cual puede atribuirse a la fuerte interacción de los enlaces de hidrógeno entre las moléculas de nano/microcristales de celulosa y almidón, pero solo hasta un cierto porcentaje. A altas concentraciones, puede haber una disminución en el E , lo cual puede deberse a una separación de fase entre los agregados de los nano/microcristales y la matriz polimérica. Por tanto, es probable que la matriz termoplástica no sea suficiente para

cubrir todos los microcristales, lo que a su vez podría provocar una disminución en la movilidad de las cadenas amiláceas y generar huecos entre los microcristales (Karimi y col 2016; Souza Coelho y col 2020). Del mismo modo, Gray y col (2018) observaron que las propiedades mecánicas de los nanocompuestos de almidón termoplástico mejoraron considerablemente, mediante la adición de nanocristales de celulosa, hasta cierto contenido de carga. No obstante, a altas concentraciones de nanocristales se registró una mala dispersión y, por ende, una menor resistencia en las películas.

Por otro lado, en la **Figura 20** se puede observar que los valores más bajos para el E se registraron empleando un alto CG (>30%). Según diversos autores, los plastificantes logran disminuir las fuerzas intermoleculares de las cadenas amiláceas por lo que se otorga mayor flexibilidad a las películas, permitiendo que los valores de E disminuyan. Por su parte, Lu y col (2006) explican que esta disminución puede atribuirse a interacciones competitivas entre los componentes de la película y a una acumulación del plastificante en la zona interfacial de la celulosa

C. OPTIMIZACIÓN

Se llevó a cabo una optimización para determinar las mejores concentraciones de MCC y plastificante con el objetivo de obtener películas comestibles con buenas propiedades mecánicas y de barrera. Para este procedimiento se utilizó el método numérico y se establecieron diferentes criterios para cada una de las variables de respuesta (**Cuadro 10**). Para la σ y ϵ se buscó obtener los valores más altos, mientras que para la PVA y S se buscaron valores bajos. Se eligieron estas variables de respuesta para optimizar, ya que la calidad y un buen funcionamiento de la película

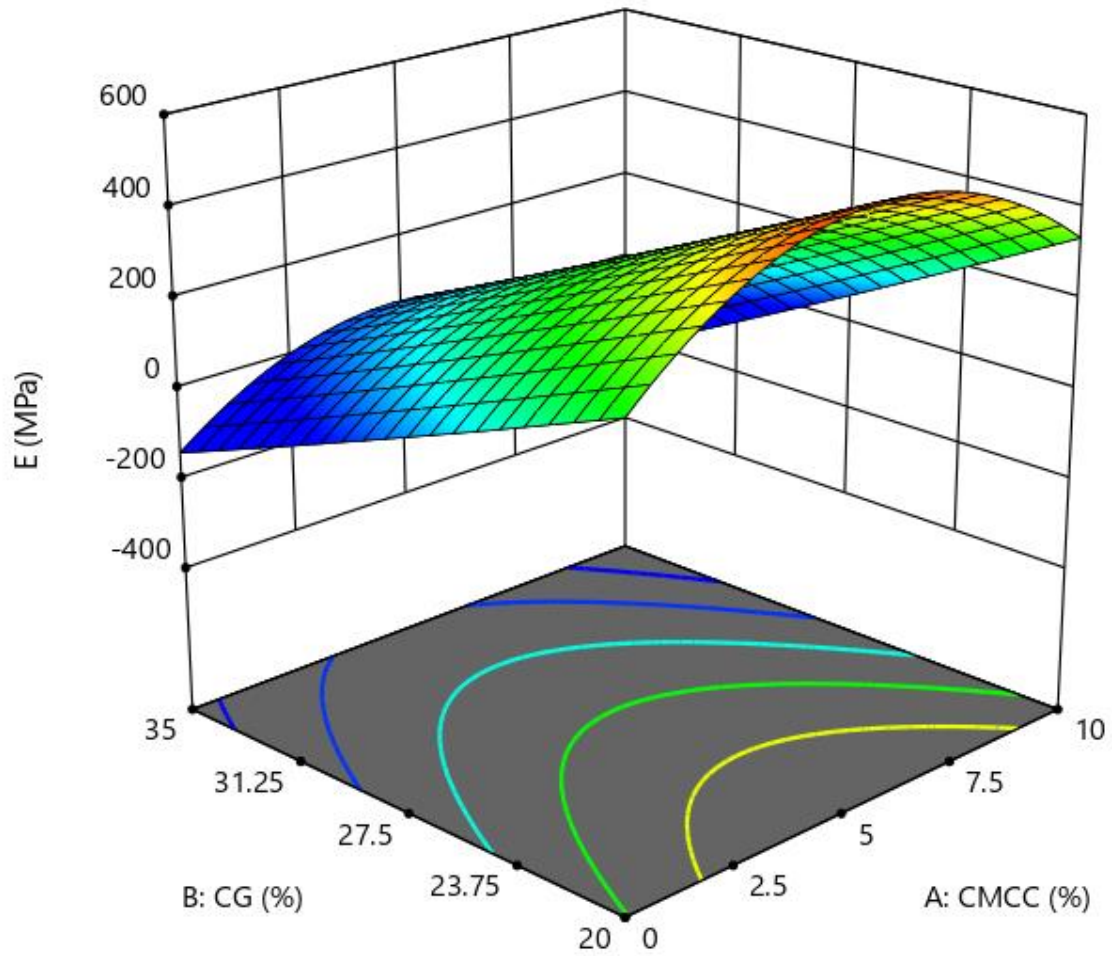


Figura 20. Efecto del contenido de microcristales de celulosa (CMCC) y contenido de glicerol (CG) en el Módulo de Young (E) de películas comestibles elaboradas a partir de almidón acetilado y microcristales de celulosa de alga padina.

Cuadro 10. Criterios y límites para la optimización

Nombre	MCC^a	CG^a	σ^b	E^b	PVA^b	S^b
Objetivo	Rango	Rango	Máximo	Máximo	Mínimo	Mínimo
Límite inferior	0	20	0.47	6.08	1.14×10^{-10}	20.28
Límite superior	10	35	10.04	570.35	1.71×10^{-10}	31.19
Importancia	3	3	1	1	5	5

^aFactores de estudio: MCC= microcristales de celulosa, CG= contenido de glicerol.

^bVariables de respuesta: σ = Resistencia a la tracción, E = Módulo de Young, PVA= Permeabilidad al vapor de agua, S= Solubilidad.

comestible depende en gran medida tanto de sus propiedades mecánicas como de barrera.

La **Figura 21** muestra las gráficas de barras de deseabilidad individual de cada una de las variables de respuesta y la deseabilidad global o combinada del proceso, siendo la deseabilidad máxima de 1 y la deseabilidad mínima de 0. Se puede observar que la deseabilidad individual de los factores de estudio CMCC y CG fueron de 1.0, debido a que a sus criterios se les asignó como objetivo rango, lo que indica que siempre darán una deseabilidad de 1.0.

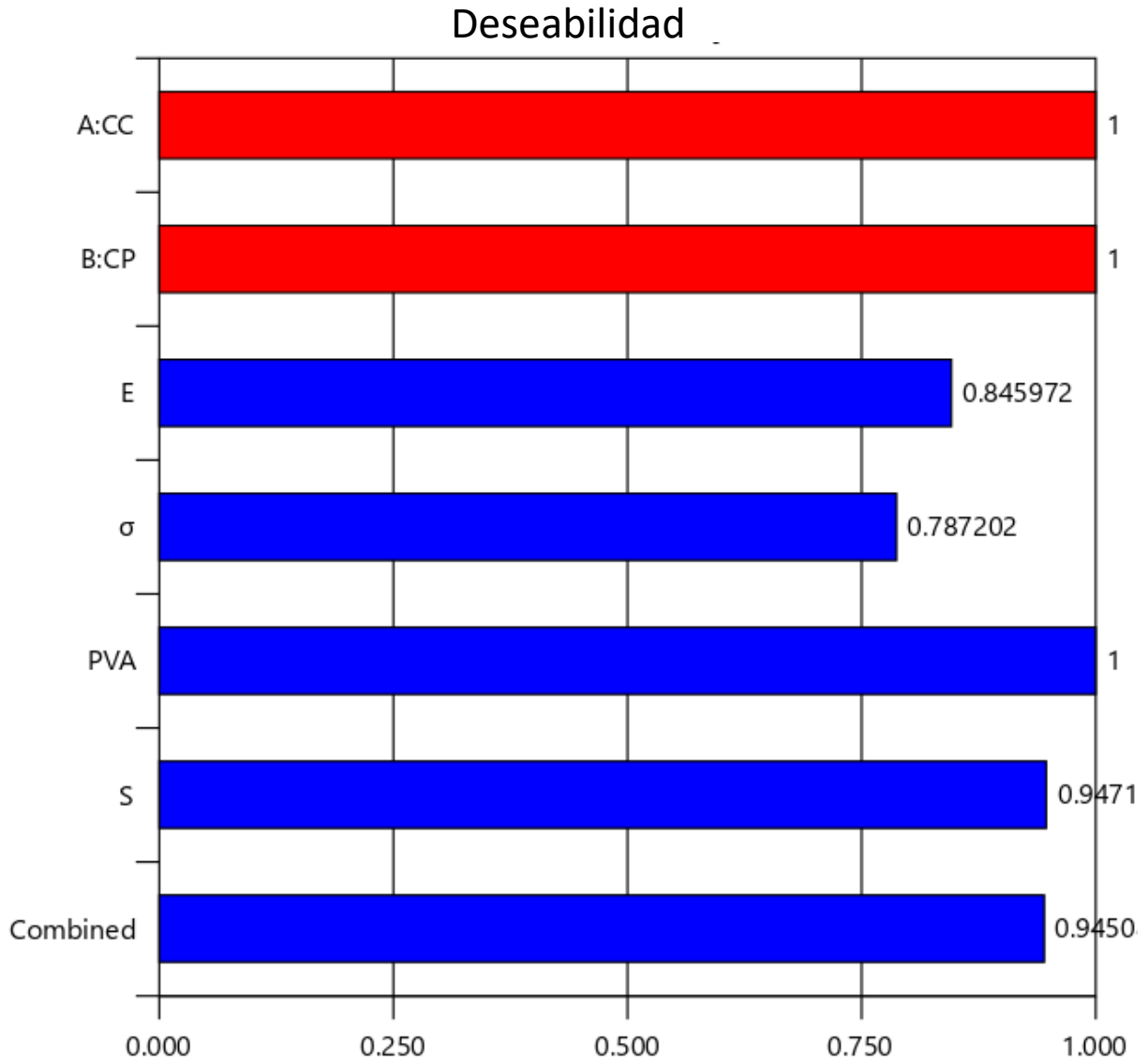


Figura 21. Deseabilidad individual y global (combinada) de los factores de estudio y variables de respuesta analizadas durante la optimización.

La resistencia a la tracción (σ) mostró una deseabilidad de 0.78, indicando que aproximadamente alcanzó el 78% de la diferencia del límite superior menos el límite inferior de σ . El E presentó una deseabilidad de 0.84, indicando con ello que abarcó el 84% de la diferencia del límite superior menos el límite inferior de E . Mientras que, PVA mostró una deseabilidad de 1, indicando que el resultado alcanzado es óptimo según los criterios establecidos. Para el caso de la S , ésta mostró una deseabilidad de 0.94, lo cual representa que alcanzó aproximadamente el 94% de la diferencia del límite superior menos el límite inferior de S .

La deseabilidad global (DG) o combinada está determinada por la siguiente fórmula: **$DG = (d_1 d_2 \dots d_m)^{1/m}$** . Donde: d_1 representa el valor de deseabilidad de las respuestas independientes y m es el número de respuestas. **$DG = (0.78 * 0.84 * 1 * 0.94)^{1/4}$, $DG = 0.94$.**

De acuerdo con la optimización numérica, las mejores concentraciones de la formulación fueron: CMCC= 7.84% y CG= 20%. Con estas condiciones óptimas se obtuvieron los siguientes valores predichos por cada uno de los modelos matemáticos correspondientes: $\sigma = 8.01$ MPa, $E = 483.44$ MPa, PVA= 1.14×10^{-10} g Pa⁻¹s⁻¹m⁻¹, $S = 20.85\%$.

Para llevar a cabo la validación de los modelos empleados, fue elaborada la solución filmogénica de almidón de maíz acetilado, microcristales de celulosa y plastificante (glicerol) utilizando las proporciones óptimas de la mezcla. A partir de la formulación óptima se elaboraron películas comestibles y se caracterizaron para validar los valores predichos.

De la caracterización fisicoquímica de las películas comestibles óptima se obtuvieron los siguientes valores promedio y sus desviaciones estándar: $\sigma = 8.31 \pm 1.57$ MPa, $E = 698.21 \pm 80.51$ MPa, $PVA = 1.15 \times 10^{-10} \pm 1.61 \times 10^{-12}$ g Pa⁻¹s⁻¹m⁻¹, $S = 20.17 \pm 1.04\%$. Al comparar los valores experimentales contra los valores predichos por los modelos matemáticos, se observó que no hubo diferencia significativa ($P > 0.05$) para los resultados de σ , PVA y S. Sin embargo, para E se observó diferencia significativa ($P < 0.05$) entre los valores predichos (483.43 MPa) y los experimentales (698.21 ± 80.51 MPa), presentándose una diferencia del 44.51%.

Por tanto, los modelos empleados para σ , PVA y S demostraron experimentalmente tener buen ajuste. Por su parte, el modelo de E no se ajustó como se esperaba, sin embargo, se permitió comprender el comportamiento ya que los valores obtenidos experimentalmente para esta variable fueron similares comparándolos con otras investigaciones de películas comestibles a base de almidón y microcristales de celulosa.

IX. CONCLUSIONES

1.- La extracción de MCC a partir de biomasa de *Padina Durvillaei*, fue exitosa. El proceso permitió la obtención de celulosa de alta pureza, con una notable reducción de componentes no celulósicos y un aumento significativo ($P < 0.05$) en la concentración de celulosa tamaño microscópico. La caracterización térmica y microestructural confirmaron una buena estabilidad térmica y que se disminuyó el tamaño de partícula, junto con un alto porcentaje de cristalinidad, lo cual respalda la calidad de la celulosa obtenida.

2.- Las PC elaboradas con almidón de maíz acetilado y MCC presentaron buenas propiedades mecánicas y de barrera. Asimismo, hubo una baja permeabilidad al vapor de agua y valores similares en las propiedades mecánicas con respecto a trabajos de películas de almidón y nanocristales de celulosa. Por tanto, la mezcla óptima podría ser utilizada para la elaboración de un recubrimiento comestible de frutas y hortalizas.

3.- Se logró extraer MCC como un producto de valor agregado a partir de *Padina Durvillaei*, aprovechando así un recurso que genera contaminación ambiental y problemas en el sector turístico del importante puerto de Mazatlán, Sinaloa.

X. BIBLIOGRAFÍA

- AACC. 2010. Approved Methods of Analysis of the American Association of Cereal Chemists. St. Paul, Minnesota.
- Aguilar-Méndez MA, San Martín-Martínez E, Espinoza-Herrera N, Sánchez-Flores M, Cruz-Orea A, Ramírez-Ortíz M. 2012. Caracterización y aplicación de películas a base de gelatina-carboximetilcelulosa para la preservación de frutos de guayaba. *Superficies y vacío* 25(1):1-7.
- Aguilar-Palazuelos E, Fitch-Vargas PR, Pérez-Vega LF, Camacho-Hernández IL, de Jesús Zazueta-Morales J, Calderón-Castro A. 2023. Functional characterization of edible films based on reactive extrusion acetylated corn starch. *Journal of Food Measurement Characterization* 17(3):2363-2373.
- Aguilar-Rosas R, Izaguire-Ochoa JM, Aguilar-Rosas LE, Tovalín-Hernández OA, Páez-Osuna F. 2009. Nuevos registros de macroalgas marinas para el estado de Sinaloa, México. *Polibotánica* (28):1-4.
- Ali A, Shaker K, Nawab Y, Jabbar M, Hussain T, Militky J, Baheti V. 2018. Hydrophobic treatment of natural fibers and their composites—A review. *Journal of Industrial Textiles* 47(8):2153-2183.
- Ameen F, Al-Homaidan AA, Almahasheer H, Dawoud T, Alwakeel S, AlMaarofi S. 2022. Biomonitoring coastal pollution on the Arabian Gulf and the Gulf of Aden using macroalgae: A review. *Marine Pollution Bulletin* 175:113156.
- Ansari AA, Ghanem SM, Naeem M. 2019. Brown Alga Padina: A review. *International Journal of Botany Studies* 4(1):01-03.
- AOAC. 2012. Official methods of analysis of AOAC INTERNATIONAL. En: Chemists AoOA, editor. 19th ed. Gauthersburg, Maryland, USA.
- Arfat YA, Benjakul S, Prodpran T, Osako K. 2014. Development and characterisation of blend films based on fish protein isolate and fish skin gelatin. *Food Hydrocolloids* 39:58-67.
- Ballesteros-Mártinez L, Pérez-Cervera C, Andrade-Pizarro R. 2020. Effect of glycerol and sorbitol concentrations on mechanical, optical, and barrier properties of sweet potato starch film. *NFS journal* 20:1-9.
- Bangar SP, Whiteside WS, Dunno KD, Cavender GA, Dawson P, Love RJJoBM. 2022. Starch-based bio-nanocomposites films reinforced with cellulosic nanocrystals extracted from Kudzu (*Pueraria montana*) vine. 203:350-360.
- Basiak E, Lenart A, Debeaufort F. 2018. How glycerol and water contents affect the structural and functional properties of starch-based edible films. *Polymers* 10(4):412.
- Bat L, Arici E, Öztekin A. 2021. Threats to quality in the coasts of the Black Sea: heavy metal pollution of seawater, sediment, macro-algae and seagrass. *Spatial Modeling Assessment of Environmental Contaminants: Risk Assessment Remediation*. p. 289-325.

- Bello-Perez LA, Agama-Acevedo E. 2017. Starch. Starch-Based Materials in Food Packaging. Elsevier. p. 1-18.
- Bello-Pérez LA, Contreras-Ramos SM, Romero-Manilla R, Solorza-Feria J, Jimenez-Aparicio A. 2002. Propiedades químicas y funcionales del almidón modificado de plátano *Musa paradisiaca* L.(var. Macho). *Agrociencia* 36(2):169-180.
- Benhamouda S, Sebti ME. 2021. Etude de quelques espèces d'algues marines (*Ulva lactuca*, *Gelidium ses-quipedale*, *caulepra racemosa*) de la cote Jijelienne, en vue d'une valorisation. [Maestria]. Université de Jijel. 105 p.
- Benito González I, López-Rubio A, Martínez Sanz M. 2020. Procedimiento para obtener nanocristales mediante tratamiento ácido a partir de biomasa lignocelulósica. España p. 23.
- Bharathiraja B, Chakravarthy M, Kumar RR, Yogendran D, Yuvaraj D, Jayamuthunagai J, Praveen Kumar R, Palani S. 2015. Aquatic biomass (algae) as a future feed stock for bio-refineries: A review on cultivation, processing and products. *Renewable Sustainable Energy Reviews* 47:634-653.
- Biquet B, Guilbert S. 1986. Relative diffusivities of water in model intermediate moisture foods. *Food science technology*.
- Bogolitsyn K, Parshina A, Aleshina L. 2020. Structural features of brown algae cellulose. *Cellulose* 27(17):9787-9800.
- Bogolitsyn K, Parshina A, Aleshina L, Prusskii A, Tokko O, Polomarchuk D, Nikolai B, Yulia S. 2024. Nanocrystalline cellulose from Arctic brown algae *Laminaria digitata* and *Saccharina latissima*. *Bioactive Carbohydrates Dietary Fibre*:100416.
- Bolio-López G, Valadez-González A, Veleza L, Andreeva A. 2011. Whiskers de celulosa a partir de residuos agroindustriales de banano: Obtención y caracterización. *Revista mexicana de ingeniería química* 10(2):291-299.
- Bourtoom T. 2008. Edible films and coatings: characteristics and properties. *International food research journal* 15(3):237-248.
- Calderón-Castro A, Aguilar-Palazuelos E, Camacho-Hernández I, Vega-García M, Zazueta-Morales J, Ruiz-Armenta X, Fitch-Vargas P. 2022. Effect of the storage relative humidity on the physicochemical properties of corn starch edible films obtained by a combination of extrusion process and casting technique. *Revista mexicana de ingeniería química* 21(3):Alim2917-Alim2917.
- Cedeño-Sares LA, Díaz-Torres R, Casariego-Año A, Arias-Toro D, Yáñez-Romero M. 2021. El Efecto de la acetilación sobre propiedades físicas del almidón de Banano (*M. Sapientum* L.) variedad Cavendish. *Cumbres* 7(1):9-20.
- Cedeño Sares LA, Armijos Cabrera G, Arias Toro D, Bravo Bravo VP. 2023. Efecto del glicerol como plastificante en películas de almidón de maíz modificado. *Journal of Science Research: Revista Ciencia e Investigación* 8(4):186-204.
- Chen Q, Shi Y, Chen G, Cai M. 2020. Enhanced mechanical and hydrophobic properties of composite cassava starch films with stearic acid modified MCC

- (microcrystalline cellulose)/NCC (nanocellulose) as strength agent. *International journal of biological macromolecules* 142:846-854.
- Chen YW, Lee HV, Juan JC, Phang S-M. 2016. Production of new cellulose nanomaterial from red algae marine biomass *Gelidium elegans*. *Carbohydrate polymers* 151:1210-1219.
- Chevassus-au-Louis B, Andral B, Femenias A, Bouvier M. 2012. Bilan des connaissances scientifiques sur les causes de prolifération de macroalgues vertes. Application à la situation de la Bretagne et propositions. En: Durable CGdLeedD, editor. Paris, France: Rapport Pour Le Gouvernement Français.
- Chi C, Lian S, Zou Y, Chen B, He Y, Zheng M, Zhao Y, Wang H. 2023a. Preparation, multi-scale structures, and functionalities of acetylated starch: An updated review. *International journal of biological macromolecules*:126142.
- Chi C, Zhou Y, Cheng F, Guo X, Chen B, Zhang Y, He Y. 2023b. *Chlorella* sp. MBFJNU-17 as an emerging source of starch: Changes in starch structures during heterotrophic cultivation. *Industrial Crops Products* 204:117345.
- Coelho CC, Cerqueira MA, Pereira RN, Pastrana LM, Freitas-Silva O, Vicente AA, Cabral LM, Teixeira JA. 2017. Effect of moderate electric fields in the properties of starch and chitosan films reinforced with microcrystalline cellulose. *Carbohydrate polymers* 174:1181-1191.
- Colussi R, Pinto VZ, El Halal SLM, Biduski B, Prietto L, Castilhos DD, da Rosa Zavareze E, Dias ARG. 2017. Acetylated rice starches films with different levels of amylose: Mechanical, water vapor barrier, thermal, and biodegradability properties. *Food chemistry* 221:1614-1620.
- Compart J, Singh A, Fettke J, Apriyanto A. 2023. Customizing starch properties: A review of starch modifications and their applications. *Polymers* 15(16):3491.
- Contreras-Chávez R. 2021. Desarrollo de una película a partir de almidón acetilado de camote morado como potencial alternativa en el desarrollo de biopelículas para recubrimiento de alimentos. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.
- Dangaran K, Tomasula PM, Qi P. 2009. Structure and function of protein-based edible films and coatings. *Edible films and coatings for food applications*. Springer. p. 25-56.
- Danulat E, Edgar G. 2002. Reserva marina de galápagos. Línea Base de la Biodiversidad. Santa Cruz, Galápagos, Ecuador.: Fundación Charles Darwin/Servicio Parque Nacional Galápagos. 484 p.
- De Dios-Naranjo C, Alamilla-Beltrán L, Gutiérrez-Lopez GF, Terres-Rojas E, Solorza-Feria J, Romero-Vargas S, Yee-Madeira HT, Flores-Morales A, Mora-Escobedo R. 2016. Aislamiento y caracterización de celulosas obtenidas de fibras de *Agave salmiana* aplicando dos métodos de extracción ácido-alcali. *Revista mexicana de ciencias agrícolas* 7(1):31-43.

- Del Valle-Soazo M. 2012. Aplicación de recubrimientos comestibles para mantener la calidad de frutillas congeladas. [Tesis Doctorado]. Argentina: Universidad Nacional del Litoral 211 p.
- Delville J, Joly C, Dole P, Bliard C. 2003. Influence of photocrosslinking on the retrogradation of wheat starch based films. *Carbohydrate polymers* 53(4):373-381.
- Désiré AY, Charlemagne N, Claver KD, Achille TF, Marianne S. 2021. Starch-based edible films of improved cassava varieties Yavo and TMS reinforced with microcrystalline cellulose. *Heliyon* 7(4):e06804.
- Dias Hornes da Rosa M, Jansen Alves C, Nardo dos Santos F, Ossanes de Souza A, da Rosa Zavareze E, Pinto E, Nosedá MD, Ramos D, Pereira de Pereira CM. 2023. Macroalgae and microalgae biomass as feedstock for products applied to bioenergy and food industry: a brief review. *Energies* 16(4):1820.
- Díaz-Montes E, Castro-Muñoz R. 2021. Edible films and coatings as food-quality preservers: An overview. *Foods* 10(2):249.
- do Evangelho JA, da Silva Dannenberg G, Biduski B, El Halal SLM, Kringel DH, Gularte MA, Fiorentini AM, da Rosa Zavareze E. 2019. Antibacterial activity, optical, mechanical, and barrier properties of corn starch films containing orange essential oil. *Carbohydrate polymers* 222:114981.
- Doh H, Dunno KD, Whiteside WS. 2020. Preparation of novel seaweed nanocomposite film from brown seaweeds *Laminaria japonica* and *Sargassum natans*. *Food Hydrocolloids* 105:105744.
- Doh H, Whiteside WS. 2020. Isolation of cellulose nanocrystals from brown seaweed, *Sargassum fluitans*, for development of alginate nanocomposite film. *Polymer Crystallization* 3(4):e10133.
- El-Achaby M, Kassab Z, Aboulkas A, Gaillard C, Barakat A. 2018. Reuse of red algae waste for the production of cellulose nanocrystals and its application in polymer nanocomposites. *International journal of biological macromolecules* 106:681-691.
- Eslami Z, Elkoun S, Robert M, Adjallé K. 2023. A Review of the Effect of Plasticizers on the Physical and Mechanical Properties of Alginate-Based Films. *Molecules* 28(18):6637.
- Fabra MJ, Talens P, Chiralt A. 2008. Tensile properties and water vapor permeability of sodium caseinate films containing oleic acid-beeswax mixtures. *Journal of Food Engineering* 85(3):393-400.
- Farid Y, Etahiri S, Assobhei O. 2009. Activité antimicrobienne des algues marines de la lagune d'Oualidia (Maroc): Criblage et optimisation de la période de la récolte. *J. Appl. Biosci* 24:1543-1552.

- Feng Y-H, Cheng T-Y, Yang W-G, Ma P-T, He H-Z, Yin X-C, Yu X-X. 2018. Characteristics and environmentally friendly extraction of cellulose nanofibrils from sugarcane bagasse. *Industrial Crops Products* 111:285-291.
- Filian-Cevallos KE, Vásquez-García GN. 2018. Evaluación físico-química de las algas rojas rhodophyta, parroquia Ballenita provincia Santa Elena. [Tesis de Licenciatura]. Universidad de Guayaquil. Facultad de Ciencias Químicas.
- Fitch-Vargas P, Aguilar-Palazuelos E, Vega-García M, Zazueta-Morales J, Calderón-Castro A, Montoya-Rodríguez A, Delgado-Nieblas C, Camacho-Hernández I. 2019. Effect of a corn starch coating obtained by the combination of extrusion process and casting technique on the postharvest quality of tomato. *Revista mexicana de ingeniería química* 18(3):789-801.
- Fitch-Vargas PR. 2014. Elaboración de películas comestibles a partir de almidón termoplástico obtenido por extrusión: Caracterización y aplicación en un fruto modelo. [Tesis de Maestría]. Culiacán, Sinaloa, México: Universidad Autónoma de Sinaloa 203 p.
- Fitch-Vargas PR, Aguilar-Palazuelos E, de Jesús Zazueta-Morales J, Vega-García MO, Valdez-Morales JE, Martínez-Bustos F, Jacobo-Valenzuela N. 2016. Physicochemical and microstructural characterization of corn starch edible films obtained by a combination of extrusion technology and casting technique. *Journal of Food Science* 81(9):E2224-E2232.
- FOSS Analytical AB. 2003a. Determination of acid detergent fibre (ADF) and acid detergent lignin (ADL) using the Fibertec system according to ISO 13906:2008.
- FOSS Analytical AB. 2003b. Determination of amylase treated neutral detergent fibre using the Fibertec system according to AOAC 2002:04/ISO 16472:2005.
- Fouzi Tarchoun A, Trache D, M Klapötke T. 2019. Microcrystalline cellulose from *Posidonia oceanica* brown algae: Extraction and characterization. *International journal of biological macromolecules* 138:837-845.
- Galvez Paredes HF. 2019. Propiedades mecánicas y físicas de películas biodegradables obtenidas a partir de proteína miofibrilar de desechos de *Sarda chiliensis chiliensis*. [Licenciatura]. Perú: Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial. 61 p.
- García-García L, Bordallo-López E, Dopico-Ramírez D, Cordero-Fernández D. 2013. Obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar. *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar* 47(1):57-63.
- García-Seoane R, Aboal J, Boquete M, Fernández J. 2018. Biomonitoring coastal environments with transplanted macroalgae: A methodological review. *Marine Pollution Bulletin* 135:988-999.
- García-Tejeda Y. 2009. Elaboración de películas de almidón oxidado de plátano (*Musa paradisiaca* L.) por extrusión y su caracterización parcial. [Tesis de Maestría]. Yautepec, Morelos: Instituto Politécnico Nacional. 122 p.

- García-Tejeda YV, Salinas-Moreno Y, Martínez-Bustos F. 2015. Acetylation of normal and waxy maize starches as encapsulating agents for maize anthocyanins microencapsulation. *Food Bioproducts Processing* 94:717-726.
- García-Vaquero M, Rajauria G, Miranda M, Sweeney T, Lopez-Alonso M, O'Doherty J. 2021. Seasonal variation of the proximate composition, mineral content, fatty acid profiles and other phytochemical constituents of selected brown macroalgae. *Marine drugs* 19(4):204.
- Garcia MA, Martino MN, Zaritzky NE. 2000. Lipid addition to improve barrier properties of edible starch-based films and coatings. *Journal of food science* 65(6):941-944.
- Ghasemlou M, Aliheidari N, Fahmi R, Shojaee-Aliabadi S, Keshavarz B, Cran MJ, Khaksar R. 2013. Physical, mechanical and barrier properties of corn starch films incorporated with plant essential oils. *Carbohydrate polymers* 98(1):1117-1126.
- Gilfillan WN, Nguyen DM, Sopade PA, Doherty WO. 2012. Preparation and characterisation of composites from starch and sugar cane fibre. *Industrial Crops Products* 40:45-54.
- Godswill AC. 2019. Proximate composition and functional properties of different grain flour composites for industrial applications. *International Journal of Food Sciences* 2(1):43-64.
- Goecke F, Escobar M, Collantes G. 2012. Chemical composition of *Padina fernandeziana* (Phaeophyceae, Dictyotales) from Juan Fernandez Archipelago, Chile. *Latinoam Biotecnol Amb Algal* 3(2):95-104.
- González Z, Pérez E. 2002. Effect of acetylation on some properties of rice starch. *Starch-Stärke* 54(3-4):148-154.
- Gray N, Hamzeh Y, Kaboorani A, Abdulkhani A. 2018. Influence of cellulose nanocrystal on strength and properties of low density polyethylene and thermoplastic starch composites. *Industrial Crops Products* 115:298-305.
- Grüll DR, Jetzinger F, Kozich M, Wastyn MM, Wittenberger R. 2005. Industrial starch platform—status quo of production, modification and application. *Biorefineries-Industrial Processes Products*:61-95.
- Guilbert S, Gontard N, Cuq B. 1995. Technology and applications of edible protective films. *Packaging technology science* 8(6):339-346.
- Guilbert S, Gontard N, Gorris LGJL-fs. 1996. Prolongation of the shelf-life of perishable food products using biodegradable films and coatings. *LWT-Food Science Technology* 29(1-2):10-17.
- Gutiérrez TJ, Tapia MS, Pérez E, Famá L. 2015. Edible films based on native and phosphorylated 80: 20 waxy: normal corn starch. *Starch-Stärke* 67(1-2):90-97.
- Han JH. 2014. Edible films and coatings: a review. *Innovations in food packaging*:213-255.

- Han JH, Scanlon MG. 2014. Mass transfer of gas and solute through packaging materials. *Innovations in food packaging*. Elsevier. p. 37-49.
- Han Lyn F, Nur Hanani Z. 2020. Effect of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil on the properties of chitosan films for active packaging. *Journal of Packaging Technology Research* 4(1):33-44.
- Harni M, Putri S, Handayani T. 2021. Characteristics Of Glucose Syrup From Various Sources Of Starch. IOP Publishing. 012064 p.
- Huang M, Yu J, Ma X. 2005. Ethanolamine as a novel plasticiser for thermoplastic starch. *Polymer Degradation Stability* 90(3):501-507.
- Jamarani R, Erythropel HC, Nicell JA, Leask RL, Marić M. 2018. How green is your plasticizer? *Polymers* 10(8):834.
- Jiang F, Hsieh Y-L. 2013. Chemically and mechanically isolated nanocellulose and their self-assembled structures. *Carbohydrate polymers* 95(1):32-40.
- Joaqui DF, Villada HS. 2013. Propiedades ópticas y permeabilidad de vapor de agua en películas producidas a partir de almidón. *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial* 11(SPE):59-68.
- Kadirvelu K, Kavipriya M, Karthika C, Radhika M, Vennilamani N, Pattabhi S. 2003. Utilization of various agricultural wastes for activated carbon preparation and application for the removal of dyes and metal ions from aqueous solutions. *Bioresource technology* 87(1):129-132.
- Kapelko-Zeberska M, Zieba T, Singh AV, Thakur V. 2015. Physically and chemically modified starches in food and non-food industries. En: Thakur V, Singha A, editores. *Surface Modification of Biopolymers*. 1 st ed. p. 173-193.
- Karimi S, Abdulkhani A, Tahir PM, Dufresne A. 2016. Effect of cellulosic fiber scale on linear and non-linear mechanical performance of starch-based composites. *International journal of biological macromolecules* 91:1040-1044.
- Khan B, Bilal Khan Niazi M, Samin G, Jahan Z. 2017. Thermoplastic starch: A possible biodegradable food packaging material—A review. *Journal of Food Process Engineering* 40(3):e12447.
- Kraan S. 2013. Pigments and minor compounds in algae. En: Dominguez H, editor. *Functional ingredients from algae for foods and nutraceuticals*. Elsevier. p. 205-251.
- Krochta JM. 2002. Proteins as raw materials for films and coatings: definitions, current status, and opportunities. En: Gennadios A, editor. *Protein-based films coatings*. Boca Ratón, FL CRC Press p. 1-41.
- Kvien I, Tanem BS, Oksman K. 2005. Characterization of cellulose whiskers and their nanocomposites by atomic force and electron microscopy. *Biomacromolecules* 6(6):3160-3165.
- Lawal O, Adebawale K. 2005. Physicochemical characteristics and thermal properties of chemically modified jack bean (*Canavalia ensiformis*) starch. *Carbohydrate polymers* 60(3):331-341.

- Lee SH, Park SY, Choi JH. 2004. Fiber formation and physical properties of chitosan fiber crosslinked by epichlorohydrin in a wet spinning system: The effect of the concentration of the crosslinking agent epichlorohydrin. *Journal of Applied Polymer Science* 92(3):2054-2062.
- León-Leyva AP. 2018. Desarrollo de películas comestibles a base de almidón acetilado y gelatina y su aplicación en un fruto modelo. [Maestría]. Culiacán, Sinaloa Universidad Autónoma de Sinaloa 169 p.
- Li M, Tian X, Jin R, Li D. 2018. Preparation and characterization of nanocomposite films containing starch and cellulose nanofibers. *Industrial Crops Products* 123:654-660.
- Liu Q. 2005. Understanding starches and their role in foods. *Food carbohydrates: Chemistry, physical properties applications* 340.
- Liyanapathirana A, Dassanayake RS, Gamage A, Karri RR, Manamperi A, Evon P, Jayakodi Y, Madhujith T, Merah O. 2023. Recent developments in edible films and coatings for fruits and vegetables. *Coatings* 13(7):1177.
- López OV. 2011. Desarrollo, caracterización y aplicación de envases biodegradables a partir de almidón. Universidad Nacional de la Plata.
- Lu Y, Weng L, Cao X. 2005. Biocomposites of plasticized starch reinforced with cellulose crystallites from cottonseed linter. *Macromolecular Bioscience* 5(11):1101-1107.
- Lu Y, Weng L, Cao X. 2006. Morphological, thermal and mechanical properties of ramie crystallites reinforced plasticized starch biocomposites. *Carbohydrate polymers* 63(2):198-204.
- Marcilla A, Gómez-Siurana A, Gomis C, Chápuli E, Catalá MC, Valdés FJ. 2009. Characterization of microalgal species through TGA/FTIR analysis: Application to *nannochloropsis* sp. *Thermochimica Acta* 484(1-2):41-47.
- Marzo Rojas I. 2010. Efecto del tipo y contenido de aceites esenciales sobre las propiedades mecánicas y barrera de películas comestibles basadas en zeína. [Tesis de Licenciatura]. Pamplona Universidad Publica de Navarra 171 p.
- Masmoudi F, Bessadok A, Dammak M, Jaziri M, Ammar E. 2016. Biodegradable packaging materials conception based on starch and polylactic acid (PLA) reinforced with cellulose. *Environmental Science Pollution Research* 23:20904-20914.
- Matta M, Sarmiento S, Sarantópoulos C, Zocchi S. 2011. Barrier properties of films of pea starch associated with xanthan gum and glycerol. *Polímeros* 21:67-72.
- Mehboob S, Ali TM, Sheikh M, Hasnain A. 2020. Effects of cross linking and/or acetylation on sorghum starch and film characteristics. *International journal of biological macromolecules* 155:786-794.
- Morales C, Schwartz M, Sepúlveda M, Quitral V. 2019. Composición química y propiedades tecnológicas de alga roja, *Agarophyton chilensis* (ex *Gracilaria chilensis*). *Revista de Ciencia y Tecnología* (31):1-10.

- Motaung T, Anandjiwala R. 2015. Effect of alkali and acid treatment on thermal degradation kinetics of sugar cane bagasse. *Industrial Crops bProducts* 74:472-477.
- Mujtaba M, Akyuz L, Koc B, Kaya M, Ilk S, Cansaran-Duman D, Martinez AS, Cakmak YS, Labidi J, Boufi S. 2019. Novel, multifunctional mucilage composite films incorporated with cellulose nanofibers. *Food Hydrocolloids* 89:20-28.
- Nagarajan K, Balaji A, Ramanujam N. 2018. Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from Saharan aloe vera cactus fibers. *International Journal of Polymer Analysis Characterization*.
- Nasseri R, Ngunjiri R, Moresoli C, Yu A, Yuan Z, Xu CC. 2020. Poly (lactic acid)/acetylated starch blends: Effect of starch acetylation on the material properties. *Carbohydrate polymers* 229:115453.
- Neto RT, Marçal C, Queirós AS, Abreu H, Silva A, Cardoso SM. 2018. Screening of *Ulva rigida*, *Gracilaria* sp., *Fucus vesiculosus* and *Saccharina latissima* as Functional Ingredients. *International journal of molecular sciences* 19(10):2987.
- Nieto MB. 2009. Structure and function of polysaccharide gum-based edible films and coatings. *Edible films and coatings for food applications*. Springer. p. 57-112.
- Norziah MH, Ching CY. 2000. Nutritional composition of edible seaweed *Gracilaria changgi*. *Food chemistry* 68(1):69-76.
- Ochoa Izaguirre MJ, Aguilar Rosas R, Aguilar Rosas LE. 2007. *Catálogo de Macrolalgas de las lagunas costeras de Sinaloa*. Mazatlán, Sinaloa, México: Universidad Nacional Autónoma de México. 117 p.
- Oropeza-González RA, Montes-Hernández AI, Padrón-Pereira CA. 2016. Películas biodegradables a base de almidón: propiedades mecánicas, funcionales y biodegradación. *Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos* 7(1):065-093.
- Orozco J, Villa CC, Mejía CM. 2018a. Efecto de la inclusión de una fibra prebiótica: inulina en películas comestibles de almidón de yuca. *Edible coatings films based on potato starch for potential use in the preservation*:4.
- Orozco J, Villa CC, Mejía CM. 2018b. Efecto de la inclusión de una fibra prebiótica: inulina en películas comestibles de almidón de yuca. *Edible coatings*:95.
- Oun AA, Rhim J-W. 2016. Characterization of nanocelluloses isolated from Ushar (*Calotropis procera*) seed fiber: Effect of isolation method. *Materials Letters* 168:146-150.
- Pashova S, Radev R, Dimitrov G. 2019. Physical properties of edible films with different composition. *Quality Access to success* 20(171):152-156.
- Pavlath AE, Orts W. 2009. *Edible films and coatings: why, what, and how?* *Edible films and coatings for food applications*. Springer. p. 1-23.
- Pelissari FM, Ferreira DC, Louzada LB, dos Santos F, Corrêa AC, Moreira FKV, Mattoso LH. 2019. Starch-based edible films and coatings: An eco-friendly alternative for food packaging. *Starches for food application*. p. 359-420.

- Peñaranda-Contreras OI, Perilla-Perilla JE, Algecira-Enciso NA. 2008. Revisión de la modificación química del almidón con ácidos orgánicos. *Ingeniería e Investigación* 28(3):47-52.
- Perez-Gago MB, Krochta JM. 2002. Formation and properties of whey protein films and coatings. *Protein-based films coatings*
Editado por A. Gennadios:159-180.
- Pernalet Z, Piña F, Suárez M, Ferrer A, Aiello C. 2008. Fraccionamiento del bagazo de caña de azúcar mediante tratamiento amoniacal: efecto de la humedad del bagazo y la carga de amoníaco. *Bioagro* 20(1):3-10.
- Ribeiro-Cerqueira MAP, Correia-Pereira RN, da Silva Ramos OL, Couto-Teixeira JA, Vicente AA. 2017. *Edible food packaging: Materials and processing technologies*. Boca Ratón, FL: CRC Press Taylor & Francis Group.
- Rodríguez-Marín M, Bello-Perez L, Yee-Madeira H, González-Soto R. 2013. Propiedades mecánicas y de barrera de películas elaboradas con harina de arroz y plátano reforzadas con nanopartículas: estudio con superficie de respuesta. *Revista mexicana de ingeniería química* 12(1):165-176.
- Rojas-Graü MA, Salvia-Trujillo L, Soliva-Fortuny R, Martín-Belloso O. 2012. Edible films and coatings. En: Gómez-López VM, editor. *Decontamination of fresh minimally processed produce*. Wiley Blackwell. p. 247-276 p.
- Rubio-González C, de Urquijo-Ventura MdP, Rodríguez-González JA. 2023. Damage progression monitoring using self-sensing capability and acoustic emission on glass fiber/epoxy composites and damage classification through principal component analysis. *Composites Part B: Engineering* 254:110-608.
- Ruiz G. 2014. Obtención y caracterización de un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca. *Saber y Hacer* 1(1):55-76.
- Rusmawati D, Yuliasih I, Sunarti T. 2020. Acetylated sago starch-based antimicrobial edible film. *IOP Publishing*. 012028 p.
- Rybak AS. 2018. Species of *Ulva* (Ulvophyceae, Chlorophyta) as indicators of salinity. *Ecological indicators* 85:253-261.
- Salgado PR, Ortiz CM, Musso YS, Di Giorgio L, Mauri AN. 2015. Edible films and coatings containing bioactives. *Current Opinion in Food Science* 5:86-92.
- Santana J, de Carvalho Costa É, Rodrigues P, Correia P, Cruz RS, Druzian J. 2019. Morphological, barrier, and mechanical properties of cassava starch films reinforced with cellulose and starch nanoparticles. *Journal of Applied Polymer Science* 136(4):47001.
- Segal L, Creely JJ, Martin Jr A, Conrad C. 1959. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. *Textile Research Journal* 29(10):786-794.
- Shah MP, Reddy G, Banerjee R, Babu PR, Kothari I. 2005. Microbial degradation of banana waste under solid state bioprocessing using two lignocellulolytic fungi

- (Phylosticta spp. MPS-001 and Aspergillus spp. MPS-002). *Process biochemistry* 40(1):445-451.
- Silva APM, Oliveira AV, Pontes SM, Pereira AL, Rosa MF, Azeredo HM. 2019. Mango kernel starch films as affected by starch nanocrystals and cellulose nanocrystals. *Carbohydrate polymers* 211:209-216.
- Skurtys O, Acevedo C, Pedreschi F, Enrione J, Osorio F, Aguilera JM. 2010. Food hydrocolloid edible films and coatings. *Food Science and Technology*.
- Slattery CJ, Kavakli IH, Okita TW. 2000. Engineering starch for increased quantity and quality. *Trends in plant science* 5(7):291-298.
- Souza Coelho CC, Silva RBS, Carvalho CWP, Rossi AL, Teixeira JA, Freitas-Silva O, Cabral LMC. 2020. Cellulose nanocrystals from grape pomace and their use for the development of starch-based nanocomposite films. *International Journal of Biological Macromolecules* 159:1048-1061.
- Sukyai P, Anongjanya P, Bunyahwuthakul N, Kongsin K, Harnkarnsujarit N, Sukatta U, Sothornvit R, Chollakup R. 2018. Effect of cellulose nanocrystals from sugarcane bagasse on whey protein isolate-based films. *Food Research International* 107:528-535.
- Sun Q, Fan H, Xiong L. 2014. Preparation and characterization of starch nanoparticles through ultrasonic-assisted oxidation methods. *Carbohydrate polymers* 106:359-364.
- Tabassi N, Moghbeli M, Ghasemi I. 2016. Thermoplastic starch/cellulose nanocrystal green composites prepared in an internal mixer. *Iranian Polymer Journal* 25:45-57.
- Takahashi S, Paul D. 2006. Gas permeation in poly (ether imide) nanocomposite membranes based on surface-treated silica. Part 1: Without chemical coupling to matrix. *Polymer* 47(21):7519-7534.
- Tako M, Hizukuri S. 2000. Retrogradation mechanism of rice starch. *Cereal Chemistry* 77(4):473-477.
- Tharanathan R. 2003. Biodegradable films and composite coatings: past, present and future. *Trends in Food Science Technology* 14(3):71-78.
- Tharanathan RN. 2005. Starch—value addition by modification. *Critical Reviews in Food Science Nutrition* 45(5):371-384.
- Thomas D, Atwell W. 1999. Special Topics: Encapsulating Agents. *American Association of Cereal Chemists*:31-39.
- Thompson TM, Young BR, Baroutian S. 2019. Advances in the pretreatment of brown macroalgae for biogas production. *Fuel Processing Technology* 195:106151.
- Trujillo Rivera CT. 2014. Obtención de películas biodegradables a partir de almidón de yuca (manihot esculente crantz) doblemente modificado para uso en empaque de alimentos. [Licenciatura]. Perú: Universidad Nacional Amazónica de Madre de Dios. 147 p.

- Valério Filho A, Ribeiro Santana L, Garcia Motta N, Ferreira Passos L, Ines Wolke S, Mansilla A, Astorga-España MS, Mendes Becker E, Pereira de Pereira CM, Villareal Carreno NL. 2023. Extraction of fatty acids and cellulose from the biomass of algae *Durvillaea antarctica* and *Ulva lactuca*: An alternative for biorefineries. *Algal Research* 71:103084.
- Vargas G, Martínez P, Velezmoro C. 2016. Propiedades funcionales de almidón de papa (*Solanum tuberosum*) y su modificación química por acetilación. *Scientia Agropecuaria* 7(SPE):223-230.
- Vázquez M, Velazquez G, Cazón P. 2021. UV-Shielding films of bacterial cellulose with glycerol and chitosan. Part 2: Structure, water vapor permeability, spectral and thermal properties. *CyTA-Journal of Food* 19(1):115-126.
- Velasco-González O, Echavarría-Almeida S, Sifuentes-Díaz de León A, Casas-Valdez M. 2013. Uso del alga marina *Sargassum* spp. adicionada a la harina de trigo para preparar galletas alimenticias para consumo humano. *Bioagro* 25(3):189-194.
- Versino F, García MA. 2018. Materiales eco-compatibles reforzados a base de almidón de mandioca para aplicaciones agronómicas. *Matéria* 23.
- Vukić M, Grujić S, Odzaković B. 2017. Application of edible films and coatings in food production. *Advances in Applications of Industrial Biomaterials*. Springer. p. 121-138.
- Wahlström N, Edlund U, Pavia H, Toth G, Jaworski A, Pell AJ, Choong FX, Shirani H, Nilsson KPR, Richter-Dahlfors A. 2020. Cellulose from the green macroalgae *Ulva lactuca*: isolation, characterization, optotracing, and production of cellulose nanofibrils. *Cellulose* 27(7):3707-3725.
- Wang F, Cao Y, Zhu Z, Gao B, Zhang C. 2021. Physicochemical characteristics of cellulose nanocrystals derived from the residue of filamentous microalga *tribonema utriculosum*. *Applied Biochemistry Biotechnology* 193(8):2430-2442.
- Wang P, Chen F, Zhang H, Meng W, Sun Y, Liu C. 2017. Large-scale preparation of jute-fiber-reinforced starch-based composites with high mechanical strength and optimized biodegradability. *Starch-Stärke* 69(11-12):1700052.
- Wichard T, Charrier B, Mineur F, Bothwell JH, Clerck OD, Coates JC. 2015. The green seaweed *Ulva*: a model system to study morphogenesis. *Frontiers in plant science* 6:72.
- Wurzburg O, Szymanski C. 1970. Modified starches for the food industry. *J. Agric. Food Chem* 18(6):997-1001.
- Xu J, Xia R, Zheng L, Yuan T, Sun R. 2019. Plasticized hemicelluloses/chitosan-based edible films reinforced by cellulose nanofiber with enhanced mechanical properties. *Carbohydrate polymers* 224:115164.
- Yahya MB, Lee HV, Abd Hamid SB. 2015. Preparation of nanocellulose via transition metal salt-catalyzed hydrolysis pathway. *BioResources* 10(4):7627-7639.

- Yaich H, Garna H, Besbes S, Paquot M, Blecker C, Attia H. 2011. Chemical composition and functional properties of *Ulva lactuca* seaweed collected in Tunisia. *Food chemistry* 128(4):895-901.
- Zanchetta E, Damergi E, Patel B, Borgmeyer T, Pick H, Pulgarin A, Ludwig C. 2021. Algal cellulose, production and potential use in plastics: Challenges and opportunities. *Algal Research* 56:102288.
- Zhang R, Ma S, Li L, Zhang M, Tian S, Wang D, Liu K, Liu H, Zhu W, Wang X. 2021. Comprehensive utilization of corn starch processing by-products: A review. *Grain & Oil Science and Technology* 4(3):89-107.
- Zhang Y, Liu Z, Han J. 2008. Starch-based edible films. *Environmentally compatible food packaging*. Elsevier. p. 108-136.
- Zhang Y, Rempel C, Liu Q. 2014. Thermoplastic starch processing and characteristics: A review. *Critical Reviews in Food Science Nutrition* 54(10):1353-1370.
- Zhao Y, Huerta RR, Saldaña MD. 2019. Use of subcritical water technology to develop cassava starch/chitosan/gallic acid bioactive films reinforced with cellulose nanofibers from canola straw. *The Journal of Supercritical Fluids* 148:55-65.

Abreviaturas

%	Por ciento.
μ	Micras.
°C	Grados Celsius.
σ	Esfuerzo de Tensión.
ε	Elongación.
α	Alfa.
a_w	Actividad de agua.
AAIc	Alga alcalinizada.
ABla	Alga blanqueada.
ANOVA	Análisis de Varianza.
AOAC	Association of Official Analytical Chemist.
APV	Alcohol polivinílico.
AS	Alga Seca
ATP	Almidón Termoplástico.
cm	Centímetros.
Col	Colaboradores.
CO₂	Dióxido de Carbono.
CMCC	Contenido de microcristales de celulosa.
CG	Contenido de Glicerol.
CV	Coefficiente de Variación.
DG	Deseabilidad Global.
DTG	Curvas termogravimétricas derivadas

E	Módulo de Young.
FAD	Fibra ácidodetergente
FDA	Food and Drug Administration
FND	Fibra neutrodetergente.
g	Gramos.
GRAS	Generally Recognized as Safe
HR	Humedad Relativa.
Hz	Hertz.
H2SO4	Ácido Sulfúrico
IAA	Índice de Absorción de Agua.
ISA	Índice de Solubilidad en Agua.
ISO	International Organization for Standardization.
MCC	Microcristales de celulosa.
mf	Peso final de la película seca
Mg(NO₃)₂ • 6H₂O	Nitrato de Magnesio Hexahidratado.
mi	Peso inicial de la película seca
min	Minuto.
mL	Mililitros
mm	Milímetros
MPa	Megapascales.
LAD	Lignina ácido detergente
NaOH	Hidróxido de Sodio.
NCC	Nanocristales de celulosa

nm	Nanómetros
O₂	Oxígeno.
OH	Hidroxilo
PC	Películas comestibles
pH	Potencial de Hidrógeno.
p/p	Peso/peso.
p/v	Peso/volumen
rpm	Revoluciones por minuto.
RVA	Rapid Visco-Analyzer.
s	Segundos.
S	Solubilidad
SF	Solución filmogénica
t	Tiempo.
T	Temperatura.
TG	Curvas termogravimétricas.
v/v	Volumen/volumen.