Obtención de Glicopolímero en polimerización de glucosa contenida en fibras celulosicas de tule planta acuática (*Typha domingensis Pers*).

Mónica E. Martínez, [a] Minerva Zamudio, [a*] Hugo Eduardo De Alva, [a] José Luis Rivera, [a] Luisiana Morales, [a] Hilario Rafael Martínez Flores[a] y Erick Heredia Olea[b]

[a] *Instituto Tecnológico de Cd. Madero, Ave. Primero de Mayo s/n, Cd. Madero, Tamaulipas, C.P. 89440. México*
[b] *EIC Escuela de Ingeniería y Ciencias. Tecnológico de Monterrey, Monterrey, Nuevo León, México*

*e-mail: minerva.za@cdmadero.tecnm.mx

Recibido: 05 de Enero de 2024, **Aceptado:** 01 de Marzo de 2024

Resumen

En la presente investigación el objetivo principal fue desarollar la sintesis de un polímero de azúcar reductor ramificado, usando D-Glucosa contenida en la planta acuatica Tule (*Typha Domingensis Pers)* y éter dialil trimetiolpropano, el cual posee grupos vinilo. A partir de una relación de metodologías consultadas se llegó a las condiciones de 60°C por 7 días, empleando glucosa extraida de tule, éter dialil trimetilolpropano, enzima (PAL660) y dimetilformamida para la síntesis del éter de glucosa (6-O- dimetilolpropano alil éter d-glucosa), para posteriormente realizar la polimerización empleando como iniciador AIBN y DMF, reaccionando durante 27 h, dando lugar al poli(6-O-dimetiolpropano alil éter d-glucosa). Se caracterizó el éter y el polímero empleando FTIR, en donde se muestra los grupos funcionales característicos de éter y glucosa, para ambos materiales. Al polímero se le realizó un análisis térmico DSC- TGA, en donde se muestra una resistencia del material a descomponerse hasta una temperatura superior a 600°C y un punto de fusión de 430°C.

Abstract

In the present research, the main objective was to develop the synthesis of a branched reducing sugar polymer, using D-Glucose contained in the aquatic plant Tule (*Typha Domingensis Pers*) and diallyl trimethiolpropane ether, which has vinyl groups. From a list of methodologies consulted, conditions of 60 ° C were reached for 7 days, using glucose extracted from tule, diallyl ether trimethylolpropane, enzyme (PAL660) and dimethylformamide for the synthesis of glucose ether (6-O-dimethylolpropane). allyl ether d-glucose), to subsequently carry out the polymerization using as initiator AIBN and DMF, reacting for 27 h, giving rise to poly (6-O- dimethylolpropane allyl ether d-glucose). The ether and the polymer were characterized using FTIR, where the functional groups characteristic of ether and glucose are shown, for both materials. The polymer was subjected to a DSC-TGA thermal analysis, which shows a resistance of the material to be decomposed to a temperature above 600 ° C and a melting point of 430 ° C.

Palabras clave: polímero ramificado; glucosa de tule; éter de glucosa; polimerización.

1.Introducción.

Como material Lignocelulósico, se le conoce a la biomasa vegetal por sus componentes estructurales lignina, celulosa y hemicelulosa, conocidos como carbohidratos con comportamiento polimérico. Asimismo, se encuentran en menor porcentaje sustancias como furfural, ácido acético y componentes como cenizas y extraíbles en etanol. De tal forma que la biomasa vegetal se convierte en un recurso de sustento económico y como fuente renovable y sostenible en la producción energética para los países mas vulnerales. (Enma M. Manals-Cutiño et al., 2015). Por lo tanto, los carbohidratos ofrecen condiciones ideales para el desarrollo industrial y sustituir productos de origen fósil. Los especialistas estiman que en el 2040 la biomasa del suelo será una materia prima más barata que los hidrocarburos del petróleo (Camarena Medrano O. & Aguilar J.A.Z. 2012). Aunque los carbohidratos son abundantes, sus moléculas contienen muchos grupos hidroxilo que permiten la acilación electrofílica no selectiva. Una posible solución para evitar este problema es el uso de pasos específicos de bloqueo / desbloqueo. Desafortunadamente, este proceso químico convencional es tedioso y costoso. Sin embargo, la catálisis enzimática altamente selectiva se ha utilizado para modificar carbohidratos que contienen múltiples grupos hidroxilo, como los azúcares (Castells X. E. 2012; Botrel, M.A. & Gomide, J.A 1981). Estas sustancias ejercen actividad tensoactiva, insecticida, antimicrobiana y anticancerosa. Su excelente biodegradabilidad junto con el hecho de que no son tóxicos, insípidos, inodoros, biocompatibles, no iónicos, digeribles, solubles en agua y pueden resistir condiciones adversas de temperatura, pH y salinidad, explican el uso creciente de estas sustancias en varios sectores de la industria (Voet Donald et al., 2018; Dussán et al., 2014). Las metodologías de acilación del azúcar consisten en encontrar un medio apropiado donde el reactivo polar (carbohidrato) y el reactivo apolar (donante de acilo) puedan reaccionar en presencia de un biocatalizador. Las interacciones dieléctricas de los disolventes interfieren con la rigidez de la cadena de proteína de la enzima, modificando sus sitios activos (Mckee T. & Mckee J. R. 2003). Por otro lado, el contenido de agua en la síntesis enzimática juega un papel contradictorio en el medio de reacción. La hidratación de las moléculas de la enzima es muy importante para la estructura proteica tridimensional y la actividad catalítica (Fan, L. et al., 1987) Sin embargo, dado que el agua es el nucleófilo de la reacción de hidrólisis, también será un inhibidor competitivo.

En general, los solventes hidrofóbicos son buenos medios para reacciones de transeterificación catalizadas por hidrolasas tales como proteasas y lipasas porque estos solventes no capturan el agua esencial de las enzimas (Saha, B.C. 2003). Sin embargo, el principal problema con esto es la baja solubilidad del azúcar en disolventes orgánicos. Las excepciones son DMF y DMSO, pero ambos disolventes son inadecuados para el catalizador enzimático debido a que eliminan el agua que se encuentra fuertemente unida en la proteína que compone la enzima. Una forma de evitar esta reacción sería mediante el uso de medios micro-acuosos, es decir que el medio en donde se lleve a cabo la reacción posea una parte de disolvente y otra de agua, con la finalidad de mantener hidratada la enzima.

en la medida correcta, esto permite mantener la actividad catalítica de la enzima (Sun, R. C. et al., 2000).

La eterificación ha demostrado ser una estrategia mucho más efectiva y general para sustitución regio selectiva que la eterificación, debido a la mayor proximidad del grupo voluminoso al átomo de carbono que se va a sustituir en los éteres (González, M. 2011).

Una gran alternativa para modificar la postpolimerización en la obtención de un glicopolímero, es la polimerización de azúcares en forma de monómeros contenidos en la pared de la estructura vegetal. (Krzysztof Babiuch & Martina H. Stenzel 2002). La primera síntesis de glicopolímeros fue informada por Horejsi et al. en 1978. A partir de entonces, se presentó una gran cantidad de informes sobre glicopolímeros y sus aplicaciones (García F et al.,1984; Mendoza-Alfaro RE & P Koleff-Osorio 2014). Sin embargo, muchos de las metodologías que se han consultado son acerca de la síntesis quimio-enzimática de glicopolímeros de poli (éster de vinilo), especialmente con respecto a polímeros ramificados de azúcar reductor. Por lo tanto, se sintetizó un éter de azúcar de vinilo a partir de un éter de vinilo (éter dialil trimetiol propano) y un carbohidrato (d-glucosa) extraído de una biomasa tule *Typha Dominguensis*, en medios orgánicos (DMF) y micro acuosos(agua), utilizando una enzima PAL 660 de *Bacillus licheniformis* como catalizador para la obtención de un glicopolimero con D-glucosa. Este tipo de polímero es muy importante en los procesos biológicos, ya que los azúcares reductores tienen una actividad antioxidante muy fuerte, actividad de eliminación de radicales libres y un efecto antiviral (Conabio 2018). Además, de una amplia gama de aplicaciones, los poli (alcoholes vinílicos) que contienen restos de azúcar se obtienen a partir de reactivos (biomasa) de bajo costo, a partir de procesos enzimáticos altamente selectivos y condiciones de reacciones suaves, que posibilitan la producción industrial de estos productos a gran escala. (Mónica E. Martínez 2018; Hernández Delgado F. L. 2018).

2. Materiales y métodos

2.1 Materiales usados en síntesis de Glicopolímero.

Se empleó hidrolizado detoxificado de tule (*Typha domingensis*), el cual posee mayor concentración de glucosa. Para la síntesis del glicopolimero, inicialmente se realizó una eterificación, utilizando Éter dialil trimetiolpropano marca Aldrich; enzima PAL 660

proporcionada por la empresa ENMEX, producida por *Bacillus licheniformis* de forma líquida con una actividad de 2,600 U/g; N,N-dimetilformamida marca Fermont y el hidrolizado concentrado de glucosa de tule. (Bjerre, A. B. et al., 1996).

2.2 Cuantificación de azúcares.

Una separación de las muestras, fue necesaria para la cuantificación de azúcares presentes en los licores ácidos. En parte del volumen obtenido sin neutralizar se identificaron los inhibidores contenidos y se utilizó carbonato de calcio ($CaCO_3$) para neutralizar el resto de la muestra de licores. Las muestras fueron filtradas con jeringa PTEF AGILENT.

de 0.2 µm utilizando viales de vidrio, para equipo HPLC de cromatografía de alta resolución de líquidos, adaptado a un detector IR 2414, waters 1515.

2.3 Líquido con contenido de azúcares en proceso de detoxificación.

El líquido hidrolizado con mayor contenido de azúcares y presencia de inhibidores, fue detoxificado. Se utilizó óxido de calcio (CaO) para su alcalinización a pH 11, seguido de una agitación constante durante 1 hora a temperatura de 60°C. Transcurrido el tiempo se filtró, en papel filtro poro fino para ser utilizado en siguientes etapas del proceso de la síntesis.

Los licores glucocilados fueron procesados en una detoxificación y concentrados con mayor cantidad de glucosa, con un proceso de destilación simple a temperatura de 100°C.

2.4 Proceso de Eterificación.

Se tomaron 100 ml del hidrolizado de tule concentrado, 50 ml de éter dialil trimetiolpropano, 250 ml de dimetilformamida y 20 g de la enzima PAL 660. La finalidad de esta reacción fue el desactivar uno de los grupos vinil del éter dialil trimetiolpropano, con el fin de insertar el monómero de glucosa en éste. Mediante el proceso de eterificación se lleva a cabo la reacción química que se muestra en la figura 1.

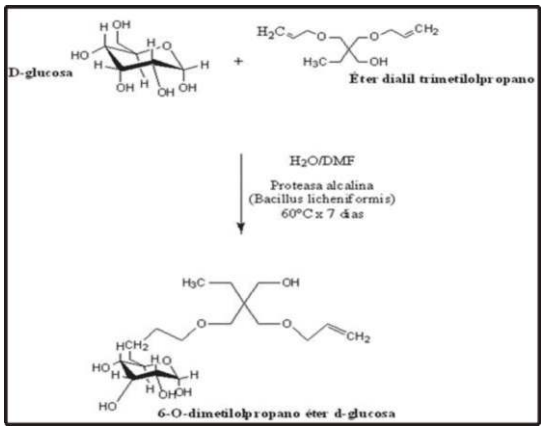


Figura 1 Reacción de eterificación.

En la figura 2 se muestra la reacción química desarrollada con la finalidad de detener la actividad enzimatica, adicionando acetona para precipitar el éter de glucosa, el cual será utilizado para realizar el proceso de polimerización.

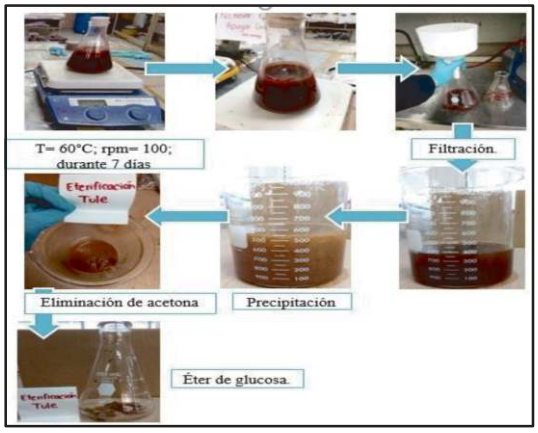


Figura 2. Proceso de Eterificación.

2.5 Polimerización.

En la síntesis para la polimerización se empleó como iniciador el azobisisobutironitrilo (AIBN). Se realizaron pruebas para establecer la cantidad de reactivo, utilizando tubos de ensayo, y sometiéndolos a temperaturas de 60°C durante 27h, como metodología planteada. La prueba 1 consistió en tomar el éter de glucosa sin añadir DMF, la prueba 2 y 3 tiene variaciones en la medida de los reactivos los cuales se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Condiciones de prueba para la síntesis del glicopolímero.

Sustancias	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
Líquido de ete ificación	1.7 g	0.88 g	0.15 g
AIBN	15 mg	11 mg	15 mg
DMF	-	1.48 ml	0.15 ml

Finalizada la síntesis de polimerización, se adicionó acetona a los tubos de ensayo para precipitar el polímero, éste se retiró por medio de decantación, en la figura 3 se muestran los recipientes metálicos conteniendo el precipitado recuperado de cada tubo de ensayo, producto de la síntesis de polimerización. En una estufa de calentamiento se sometieron a una temperatura de 40°C.



Figura 3 Pruebas de polimerización en proceso de secado

La prueba 2 mostró mejores condiciones. Se presentan en la tabla 2, las proporciones a emplear para la síntesis del polímero a partir del éter de glucosa, la cual se planteó de la relación entre la cantidad de reactivo empleado en la prueba 2 y el éter de glucosa obtenido.

Tabla 2 Volúmen indicado en polimerización de éter de glucosa

Sustancias	Éter de glucosa de Tule
Éter de glucosa	23.73 g
DMF	39.90 ml
AIBN	296.62 mg

La reacción química que sucede durante la polimerización se muestra en la figura 4, en donde el grupo vinil del 6-O- Dimetilolpropano alil éter d-glucosa reacciona con el iniciador causando su propagación hasta obtener el poli (6- O-Dimetilolpropano alil éter d-glucosa.

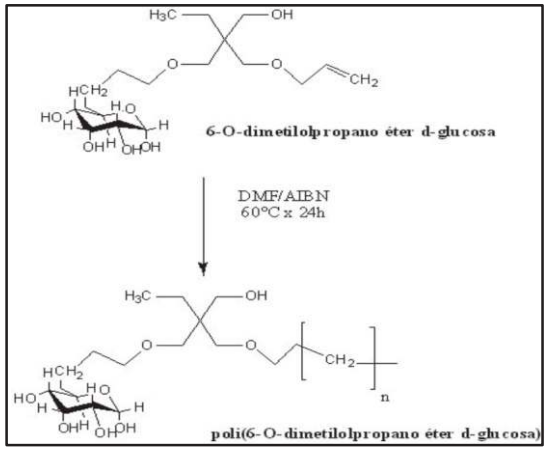


Figura 4 poli(6-O-Dimetilolpropano alil éter d-glucosa).

En la figura 5, se describe la metodología que se realizó para la prueba 2. Se muestra un matraz Erlenmeyer con el contenido de iniciador, éter de glucose y dimetilformamida, figura 5a. La polimerización se desarolló en un tiempo de 27 horas. Al terminar el tiempo de reacción y con la finalidad de precipitar el polímero, figura 5b, se agregó acetona. El sobrenadante fue retirado y el sólido se colocó en un recipiente de vidrio, figura 5c y se secó en una estufa de calentamiento a 40°C. El producto final se muestra en la figura 5d, en la que se puede observar un cambio de coloración de café claro a café obscuro.

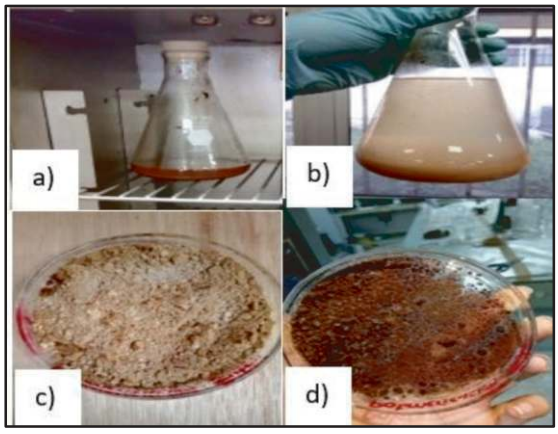


Figura 5 Obtención del polímero (glicopolímero). En matraz a) Con iniciador, éter de glucosa y dimetilformamida En Matraz b) al mezclar con acetona y en cajas Petri c) y d) Polímero (Glicopolimero) obtenido.

3. Resultados.

3.1 Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).

El glicopolímero sintetizado, se caracterizó en un espectrofotómetro modelo Spectrum One, Marca Perkin Elmer, también se utilizó el equipo ATR con resolución de espectro 4cm^{-1}, punta de ZnSe y se realizaron 12 escaneos.

La figura 6 muestra la comparativa de los gráficos obtenidos en IR de los éteres de glucosa y de dextrosa, utilizando el gráfico de dextrosa como punto comparativo.
El éter de dextrosa a), muestra una banda y estiramiento muy fuerte correspondiente al grupo funcional OH encontrado puntualmente en el número de onda 3415 cm^{-1}. El estiramiento correspondiente al grupo funcional CH_2, se encontró en la región 2871 cm^{-1}, mientras que la flexión del grupo funcional CH_2 se encontró en el número de onda 1439 cm^{-1}. El grupo funcional C-O-C, muestra un estiramiento en la longitud de onda 1249 cm^{-1}. Una flexión CH en el plano se encuentra en el número de onda 1098 cm^{-1} y una flexión CH fuera del plano, se encuentra en el número de onda 864 cm^{-1} (García, M. T. et al., 2019).

En la misma figura 6, se muestra el espectro IR, correspondiente al éter de glucosa b) Muestra una fuerte banda correspondiente al grupo funcional OH, en la región de 3437 cm^{-1}. El estiramiento correspondiente al grupo funcional CH_2, se encontró en la región 2857 cm^{-1}, mientras que la flexión del grupo funcional CH_2 se encontró en el número de onda 1459 cm^{-1}. El grupo funcional C-O-C, muestra un estiramiento en la longitud de onda 1264 cm^{-1}. Una flexión CH en el plano se encuentra en el número de onda 1088 cm^{-1} y una flexión CH fuera del plano, se encuentra en el número de onda 777 cm^{-1}.

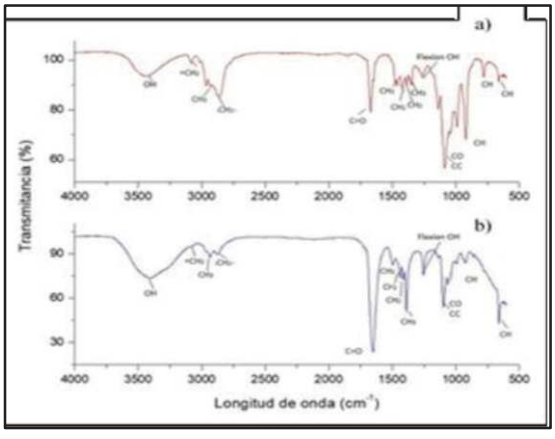


Figura 6 FTIRs, espectros comparativos, a) éter de dextrosa.

Una comparativa de gráficos IRs, obtenidos mediante la caracterización de los polímeros sintetizados a partir de a) dextrosa y b) glucosa de tule, figura 7, en los que se observa la eliminación de los grupos vinil, presentes en la figura 9). El grupo vinil que no reaccionó durante la eterificación, siendo este identificado en b) glucosa de tule, como un estiramiento $=CH_2$ a 3084 cm^{-1} y en a) poli-éter de dextrosa en 3081 cm^{-1}, así como las señales correspondientes a) poli-éter de dextrosa, un estiramiento vinilo terminal a 1653 cm^{-1} y en b) poli-éter de glucosa de tule, el mismo estiramiento vinilo terminal a 1672 cm^{-1} (Kitagawa, M., & Tokiwa, Y. 2006).

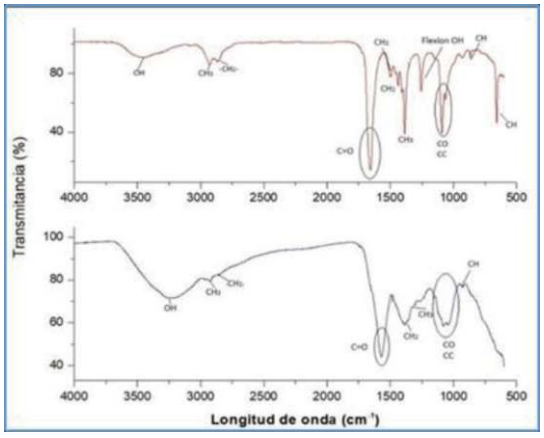


Figura 7 Comparativa de espectros FTIR: a) poli-éter de dextrosa y b) poli éter de glucosa).

3.2 Análisis térmico simultáneo SDT (TGA-DSC).

La estabilidad térmica del poli{6-[2,2-(butilmetoxi-metoxi-1- propenil)-1-butanol]-oxano-2,3,4,5-tetrol], así como la temperatura de descomposición de poli-éter de glucosa de tule *Typha Dominguensis*, fueron medidas utilizando una balanza termogravimétrica.

Las muestras del polímero se analizaron térmicamente en el equipo modelo Q600, TA, con calentamiento gradual de 10ºC x minuto, se utilizó un flujo de 100 ml/min de gas N_2.

En la figura 8, se muestra un termograma TGA, en el que se presenta el comportamiento del polímero (poli-éter de glucosa de tule) cuando a este se le somete a una rampa de calentamiento de 0°C-600°C. El polímero presenta una perdida de 6.5% correspondiente al contenido de agua y algunos compuestos volátiles en su estructura química.

Se observaron subsecuentes perdidas en el peso de 25.2%, en el poli-éter de glucosa de tule al exponerse a rampas de temperature en ranges entre 181.5°C-350.2°C, Considerando la presencia del poliester celulósico. Otra

interpretación se obtiene en el rango de temperatura entre 0°C a 112.5°C, 112.5°C a 181.5°C en la que muestra un porcentaje del 11.6% de pérdida en peso.

Finalmente, se observa una pérdida del 19.18% a temperaturas superiores a 600°C, que es atribuido a conversión a cenizas del material inorgánico contenido en la biomasa. Puede atribuirse a material inorgánico como minerales cálcicos removidos por la planta acuática tule Typha domingensis o formados en el proceso de polimerización, así como compuestos reticulados presentes en el polímero, debido a su resistencia a temperaturas superiores a 600°C.

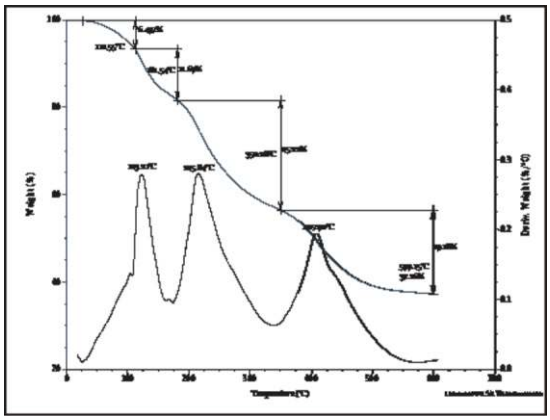


Figura 8 Comportamiento de poli-éter de glucosa de tule en pruebas TGA y DSC**.**

Un endoterma del polímero poli{6-[2,2- (butilmetoxi-metoxi-1-propenil)-1-butanol]-oxano-2,3,4,5- tetrol}, se muestra en la figura 9, en el que se observa que en el polímero, la glucosa funde a la temperature de 130, 220 y 400°C, indicado mediante endotermas asociadas y observadas a las transiciones de fase.

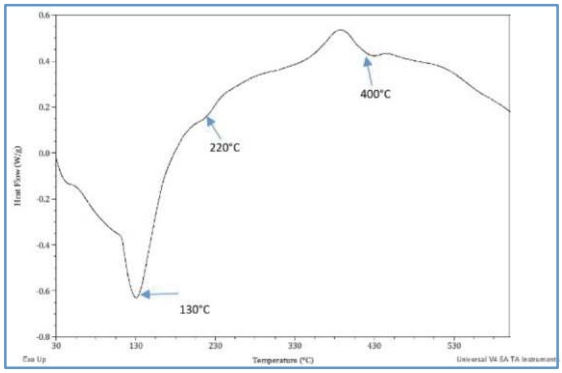


Figura 9 Endoterma de glucosa, punto de fusión 130 ºC.

3.3 Gráfico de RMN del Hidrógeno (H^1) y Carbono (C^{13}).

Las muestras de Hidrógeno (H^1) y Carbono (C^{13}), se prepararon con agua deuterada (D_2O) y 0.88 mg de polímero poli{6-[2,2- (butilmetoxi-metoxi-1-propenil)-1-butanol]-oxano-2,3,4,5- tetrol}. Para identificar la estructura química del polímero se utilizó un equipo Ascend Tm 400 mhz.

El gráfico de RMN del Hidrógeno (H^1), se muestra en la figura 10. En el que con apoyo bibliográfico, se determinó la posición del hidrógeno en la estructura química del polímero poli{6-[2,2- (butilmetoxi-metoxi-1-propenil)-1-butanol]-oxano-2,3,4,5- tetrol}.

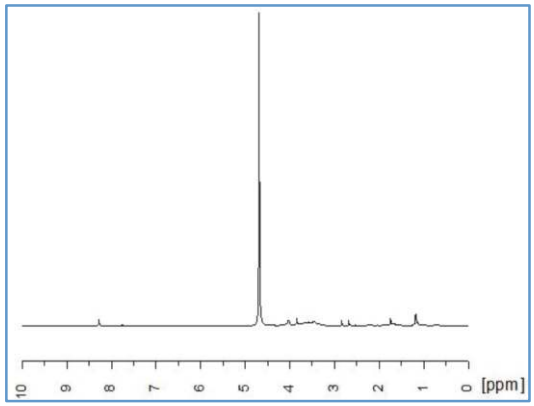


Figura 10 Gráfico RMN de la posición del Hidrógeno (H^1) en la estructura química del polímero.

El gráfico obtenido con el software Chemdraw®, del Carbono (C^{13}), se muestra en la figura 11. En el que con apoyo bibliográfico, se determinó la posición de cada Carbono de 175 a 150 mg/l, con estructura química C=C del polímero poli{6-[2,2- (butilmetoxi-metoxi-1-propenil)-1-butanol]-oxano-2,3,4,5- tetrol}.

Así mismo en área 78-66 mg/l, se observa una señal de un carbón enlazado a un grupo hidróxido (C-OH), típico en la estructura química de glucosa. Otro grupo funcional observado como señal de C13 es el (C-C).

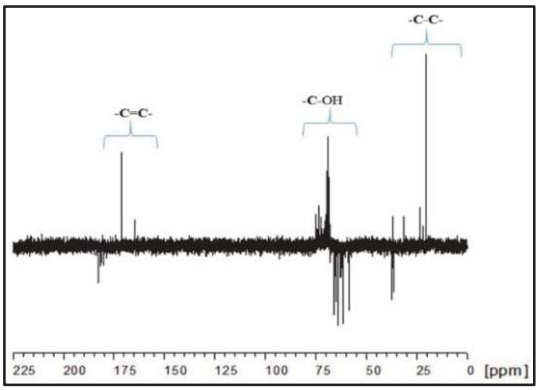


Figura 11 Espectro RMN de C^{13} componente estructural de la glucosa.

3.4 Dispersión de luz dinámica en (DLS) en el cálculo de masa molecular del polímero poli{6 -[2,2- (butilmetoxi-metoxi-1-propenil) -1-butanol]-oxano-2,3,4,5- tetrol]}.

De la relación dn/dc, se calculó el dato de la pendiente, utilizando en el equipo Abbemat 300, los datos correspondientes a las distintas diluciones, mostradas en la tabla 3 y obteniendo una señal como resultado de la dispersión de luz y tamaño de las particulas de polímero presente.

Tabla 3 Índice de refracción correspondiente a las diluciones.

Dilucione s		Agua desionizada
mg /ml	**g/ml**	**(índice de refracción)**
25	0.025	1.336
20	0.02	1.335
15	0.015	1.335
10	0.01	1.334
5.0	0.005	1.333

Se elaboró una curva de calibración, figura 12, en la que la señal es absorbancia contra concentración, de poli{6-[2,2- (butilmetoxi-metoxi-1-propenil)-1-butanol]-oxano-2,3,4,5- tetrol]} como analito, partiendo de una solución con 25 ppm, de la que se prepararon 5 diluciones estandares con: 25, 20, 15, 10 y 5 ppm., obteniendose el valor de dn/dc equivalente a la pendiente (m=0.133) obtenida de la recta de calibrado.

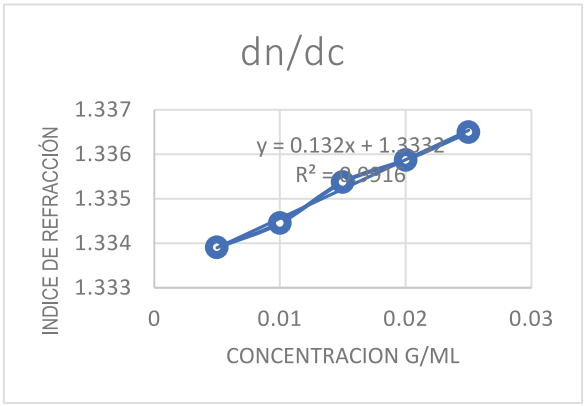


Figura 12. Curva de calibrado para concentración de poli{6-[2,2- (butilmetoxi-metoxi-1-propenil)-1-butanol]- oxano-2,3,4,5-tetrol]}.

Discusión.

La especie vegetal acuática tule *Typha Domingensis*, contiene como componentes estructurales diferentes azúcares y varía la concentración de los mismos, resultando ser un material lignocelulósico de interés en temas de investigación. Se sintetizó un éter de azúcar de vinilo a partir de un éter de vinilo (éter dialil trimetiol propano) y un carbohidrato (d- glucosa) extraído de la biomasa de tule *Typha Dominguensis*, en medios orgánicos (DMF) y micro acuosos (agua), utilizando una enzima PAL 660 de *Bacillus licheniformis* como catalizador para la obtención de un glicopolimero con D-glucosa (Kitagawa, M., & Tokiwa, Y. 1998).

Se consideró muy interesante la propuesta de Orietta Rosa Leon Alvarez en 2011 la obtención de glicopolímeros que pueden llevarse a cabo mediante modificación química, por lo tanto, por este método también pueden obtenerse basado en HEMA o HEA y aminosacáridos, de cuyos procesos no existen antecedentes bibliográficos en la literatura especializada. Finalmente, la metodología propuesta en la presente investigación, en la que se sintetizó un éter de azúcar de vinilo a partir de un éter de vinilo (éter dialil trimetiol propano) y un carbohidrato (d- glucosa) extraído de la biomasa de tule *Typha Dominguensis*, en medios orgánicos (DMF) y micro acuosos (agua), utilizando una enzima PAL 660 de *Bacillus licheniformis* como catalizador, se obtuvo un glicopolimero en forma de gel.

La reacción química durante la polimerización, figura 4, en donde el grupo vinil del 6-O- Dimetilolpropano alil éter d-glucosa reacciona con el iniciador causando su propagación hasta obtener el poli (6- O-Dimetilolpropano alil éter dglucosa). Con el uso del equipo de Dispersión de luz dinámica en (DLS) en el cálculo de peso molecular de polímero poli{6-[2,2-(butilmetoxi-metoxi-1-propenil)-1- butanol]-oxano-2,3,4,5- tetrol]}, el dato fue de 3.29 x10^6 Da., donde se corrobora que el material obtenido es un polimero.

Trabajos smilares donde se han utilizado metodologías en obtención de esteres de glucosa polimerizable catalizado, se obtiene un polímero ramificado poli(6-0-vinilsebacil-Dglucosa), reportan un peso molecular de 11 000 Da. (Kitagawa, M., & Tokiwa, Y. 1998).

La finalidad del análisis IR por transformada de Furier, fue identificar la presencia de los grupos funcionales de d-glucosa y éter. En la interpretación de los espectros, Figura 6, se observó la presencia de ambos grupos, corroborando con la investigación realizada por Diana Stephanie Ocegueda Vega en 2021.

Conclusiones.

El implementar un tratamiento alcalino con el tule *Typha Dominguensis* como materia prima, en un tamaño de partícula de malla #20, ayudó a fracturar la estructura química de esta especie vegetal dando lugar a la separación de sus componentes estructurales: lignina, Glucosa y Hemicelulosa.

Se utilizó un factor experimental de composición central 2n, en el diseño de experimentos; diseño que permitió establecer valores para las variables independientes (temperatura, tiempo y concentración de químicos). Las variables independientes (glucosa, hemicelulosa, % de rendimiento de celulosa) fueron normalizado usando la siguiente ecuación:

$$X_n = \frac{X - \overline{X}}{(X_{max} - X_{min})/2}$$

Las condiciones óptimas en la obtención de fibras celulósicas, fueron asignadas en la aplicación del diseño experimental de composición central 2n. Se aplicaron los valores de temperatura 160°C, concentración de Sosa 35 g/l en un tiempo de 1 hora.

El gráfico obtenido en el equipo de transformada de furrier (FTIR), se observan las regiones en (cm^{-1}) donde oscilan los grupos funcionales que pertenecen a la glucosa de tule *Typha domingensis.* [(C-O=1056); (C=O=1680); (OH=3416-3420)].

Otro monómero de los azúcares contenidos en las fibras de tule *Typha Domingensis*, pero en menor concentración es la Xilosa. Mediante hidrólisis ácida con ácido sulfúrico (H_2SO_4) diluido. Fue extraída e identificada en un análisis por cromatografía líquida de alta resolución.

Los valores de las variables independientes: temperatura 180°C, tiempo de 10 min y una concentración de 10% de ácido sulfurico (H_2SO_4) con una preparación de 7.20 ppm, favorecieron la extracción del 17.0 % de glucosa de tule *Typha domingensis*. Los datos experimentales obtenidos de la hidrólisis ácida, hacen atractivo el proceso para extraer otros azúcares como Celobiosa y Arabinosa contenidos en la especie vegetal tule, que pueden ser utilizados en la obtención de diferentes edulcorantes o elaboración de biopolímeros.

En la cinética de la reacción de hidrólisis ácida se forman ácidos carboxílicos llamados compuestos de degradación, entre los que se encuentran el ácido acético y el furfural. Para la reducción y concentración de los mismos, se recomienda realizar una detoxiicación agregando óxido de calcio (CaO) a los licores obtenidos y corroborar la reducción del 5-hidroximetilfurfural, así como del ácido acético y del furfural.

Haciendo uso de material bibliográfico respecto al tema de eterificación, se realizó una adaptación al tule *Typha domingensis* como la materia prima, reactivos y mecanismos de reacción adaptados al cumplimiento de los objetivos planteados en la presente investigación. El polímero formado durante la eterificación de glucosa de tule y el [2,2- Bis(aliloximetil)-1- butanol], se le realizaron pruebas en el equipo de IR de Transformada de Furier. El gráfico emitido como resultado del análisis, muestra grupos funcionales OH osciando en la región de 3084 cm^{-1}, así mismo estiramientos C-O-C oscilando en la región de 1264 cm^{-1}.

Finalmente, en la interpretación y análisis de los datos experimentales obtenidos en la presente investigación, en la síntesis del polímero poli{6-[2,2- (butilmetoxi-metoxi-1-propenil)-1-butanol]-oxano-2,3,4,5- tetrol]}, se concluye que los resultados indican el cumplimiento de los objetivos y la hipótesis planteados, al mejorar las espectativas esperadas, en la aplicación y seguimiento de la metodología utilizada. Por lo tanto, se considera un proyecto innovador en la producción de un polímero biodegradable, amigable con el medio ambiente por tratarse de un producto obtenido bajo un esquema de investigación sustentable, derivado del aprovechamiento de una especie vegetal acuática, invasora de cuerpos de agua.

Bibliografía.

[1] Alvarez, O. R. L. (2011). Glicopolímeros de bloque sintetizados mediante polimerización radical controlada (ATRP) (Doctoral dissertation, Universidad Complutense de Madrid).

[2] Bjerre, A. B., Olesen, A. B., Fernqvist, T., Plöger, A., Schimidt, A. S. (1996). Pretreatment of wheat straw using combined wet oxidation and alkaline hydrolysis resulting in convertible cellulose and hemicellulose. Biotechnol. 49, p.568-577.

[3] Bonilla Barbosa Jaime R., Santamaría Araúz Betz (2012). Flora del bajío y de regiones adyacentes, Fascículo 176, p. 978-981.

[4] Botrel, M.A., Gomide, J.A. (1981). Importancia do teor dos carboidratos dos meristemas apicais para a rebrota do

capim Jaragua (Hyparrhenia rufa (Nees)Stapf). Revista da Sociedade Brasileira de Zootecnia 10(3), p. 426-441.

[5] Camarena, Medrano O., Aguilar, J.A.Z. (2012), EL IMTA y el control biológico de maleza acuática en distritos de riesgo del país (experiencias desde 1990). Instituto Mexicano de Tecnología del Agua, México, p. 63.

[6] Castells, X. E. (2012). Biomasa y bioenergia. Diaz de Santos. p. 1-150.

[7] Conabio, Ficha informativa de Typha Domingensis (2018). Recuperado el 24 de septiembre de 2018, de http://www.conabio.gob.mx/malezasdemexico/typhaceae/typha-domingensis/fichas/ficha.htm

[8] Dussán, K. J., Silva, D. D. V, Moraes, E. J. C., Priscila, V., & Felipe, M. G. A. (2014). Dilute-acid Hydrolysis of Cellulose to Glucose from Sugarcane Bagasse, 38, p. 433–438.

[9] Enma M. Manals-Cutiño, Penedo-Medina, M., & Salas-Tort, D. (2015). Caracterización del bagazo de caña como biomasa vegetal. Tecnología Química, 35(2), 244-255.

[10] Fan, L. Gharpuray, M. M., & Lee, Y.-H. (1987). Cellulose Hydrolysis (1st ed.). Springer-Verlag Berlin Heidelberg.

[11] García F., Martín F y Rodríguez J.J. (1984) Posibilidades de aprovechamiento de la lignina en la industria química. Ingeniería Química. 10, p. 249-254.

[12] García, M. T., Zamudio, M. A. M., Loaiza, J. M., Morales, A. B., Alfaro, A., Lopez, F., & García, J. C. (2019). Characterization and use of southern cattail for biorefining-based production of furfural. Biomass Conversion and Biorefinery, 9, 333-339.

[13] Gonzalez, M. (2011). La guía química. Recuperado el 24 de Septiembre de 2018, de https://quimica.laguia2000.com/elementos-quimicos/lignina-la-quimica-de-la-madera.

[14] Hernández Delgado, F. L. (2018). Extracción y cuantificación por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) de los componentes estructurales celulosa y hemicelulosa en tule (Typha dominguensis).

[15] Kitagawa, M., & Tokiwa, Y. (1998). Synthesis of polymerizable sugar ester possessing long spacer catalyzed by lipase from Alcaligenes sp. and its chemical polymerization. Biotechnology Letters, 20(7), p. 627–630.

[16] Kitagawa, M., & Tokiwa, Y. (2006). Polymerization of vinyl sugar ester using ascorbic acid and hydrogen peroxide as a redox reagent. Carbohydrate Polymers, 64(2), p. 218–223.

[17] Krzysztof Babiuch, Martina H. Stenzel (2014). Synthesis and Application of Glycopolymers. Encyclopedia of Polymer Science and Technology, (1), p. 1–58.

[18] Mckee T. & Mckee J. R. (2003). Bioquímica: La Base Molecular De La Vida. p. 219-225.

[19] Mendoza-Alfaro RE y P Koleff-Osorio (2014). Especies acuáticas invasoras en México. Comisión Nacional para el Conocimiento y Uso de la Biodiversidad, México. p. 555.

[20] Ocegueda Vega, Diana Stephanie, Flores Ramírez, Nelly Vásquez García, Salomón Ramiro, 2021, Bioplástico por biodesarrollo micelial de Pleurotus ostreatus en sustratos de residuos lignocelulósicos de encino (Quercuscastanea neé) y olote de maíz (Zea mayz), tesis Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidallgo, p 42-47.

[21] Saha, B.C. (2003). Hemicellulose bioconversion, J.Ind. Microbiol. Biot., 30, p. 219-291.

[22] Sun, R. C., Tomkinson, J., Sun, X. F., Wang, N. J. (2000). Fractional isolation and physico- chemical characterization of alkali-soluble lignins from fast-growing poplar wood. Polymer, 41, p. 8409–8417.

[23] V. Horejsi, P. Smolek, J. Kocourek, Biochimica Et Biophysica Acta 538 (1978) 298.

[24] Voet Donald, Voet Judith G., Pratt W. Charlotte, Fundamentos de bioquímica, "Polisacáridos estructurales", Editorial Artmed, Cuarta edición, p. 275.