CAPITULO 4

RESULTADOS

4.1 Resultados y Discusión de resultados

4.1.1 Determinación del mejor método para la extracción del principio activo

Los análisis para la determinación del mejor método de extracción del principio activo, se realizaron tomando en cuenta los siguientes datos de rendimiento de los tres métodos empleados. La tabla 3 muestra los resultados obtenidos experimentalmente.

Resultados	
Métodos:	Porcentaje de error asociado:
Destilación por arrastre de vapor	$\% \, Rendimiento = 37{,}50\%$
Hidrodestilación	$\% \, Rendimiento = 9{,}33\%$
Extracción Soxhlet	$\% \, Rendimiento = 36{,}24 \, \%$

Tabla 3. Índice obtenido en los análisis experiméntales

El procedimiento de extracción del eugenol de los clavos de olor, por arrastre de vapor se llevó a cabo con una duración de cuatro horas aproximadamente, por lo que puede decir que el rendimiento obtenido (37.5 %) en su mayoría fue de las dos primeras horas después de que el agua estuvo en ebullición, sin embargo el rendimiento fue muy bueno. No obstante, es importante resaltar que el aceite obtenido contiene en su interior partículas muy pequeñas de agua que son contabilizadas a la hora de calcular el rendimiento, también, que al agregar sustancias o sales que eliminaran el agua dispersa en el aceite ocurrieron pérdidas significativas del aceite extraído.

La extracción por Hidrodestilación, se llevó a cabo con una duración de dos horas aproximadamente, este equipo a diferencia del anterior tenía un reciclo, que recircula el agua condensada lo que permitió que el aceite se ubicara en la punta del embudo, el cual se

pudo separar de manera fácil y más óptima sin tener pérdidas significativas. Sin embargo, el rendimiento obtenido (9.33%) es bajo en comparación a los anteriores esto se debe, a que el equipo en el que se trabajó estaba mal diseñado y no permita que se completara el reciclo impidiendo un mejor rendimiento del proceso.

Ahora bien la extracción Soxhlet, se llevó a cabo en un duración de tres días aproximadamente, su rendimiento es alto (36,2468%), pero esta extracción es líquido-solido, en consecuencia arrastra partículas sólidas y pigmentos de otros compuestos indeseados para el estudio que se está realizando. Asimismo es difícil poder separar el aceite de eugenol de otros compuestos ya que poseen puntos de ebullición muy similares, del mismo modo otros procesos de separación no son satisfactorios para su obtención.

Como consecuencia de los parámetros estudiados, tales como: tiempo, pureza del aceite y rendimiento, podemos concluir que para la extracción de aceite esencial de eugenol de los clavos de olor, se pueden usar destilación por arrastre de vapor e Hidrodestilación, sin embrago para uso práctico y de tiempo el más conveniente es la Hidrodestilación ya que ésta se da en menor tiempo y se obtiene aceite relativamente puro y no hay pérdidas significativas. Sin embargo, es importante recordar que el rendimiento de la extracción puede variar por la época de cosecha de los clavitos de olor, además del modo de procesarlo y preparación de la muestra utilizada.

4.1.2 Análisis Cromatográfico

El método de la cromatografía se utilizó para verificar la presencia de eugenol en los destilados obtenidos por distintos métodos en el laboratorio. En las figuras (11, 12 y 13) se muestran los bosquejos de las tintas cromatográficas. La figura (11) corresponde al método de destilación de arrastre con vapor, en la cual se revela como el recorrido de la muestra es igual al del patrón, dando prueba de que efectivamente hay presencia de eugenol en el destilado. Lo mismo ocurre en la figura (12), donde ambos recorridos, el de la muestra y el patrón, son iguales, evidenciando la presencia de eugenol en el destilado obtenido a partir de la hidrodestilación. Sin embargo en la figura (13), correspondiente al destilado conseguido mediante la extracción Soxhlet, se muestra la aparición de una mancha oscura

en el recorrido de la muestra, dicho recorrido difiere por completo del patrón, y nos deja claro que en esta muestra no hay presencia de eugenol.

4.1.3 Análisis cualitativo preliminar de la formulación

La primera experiencia realizada para la formulación del eugenol como anestésico tópico, se llevó cabo con la emulsionación de la mezcla de surfactante tween 80 y Span 20 al 4% p/v de la solución total. Permaneciendo constante la cantidad de principio activo, eugenol, al 2% p/v. Gradualmente se le fue agregando agua destilada hasta la inversión de fase. Este experimento se realizó a una temperatura ambiente de 25^0 C con un balance hidrofílico/lipofílico de la mezcla de surfactante de 12.

En primer lugar se preparó una mezcla de surfactante de Tween 80 y Span 20, que fueron colocadas en vaso de precipitado junto al principio activo y el propilparabeno. Se observó una mezcla heterogénea de aspecto amarilla clara con partículas suspendidas de propilparabeno suspendidas en el medio oleoso. Luego se instaló el vaso que contenía a dicha mezcla, en un agitador a una velocidad de 50 rpm. Manteniéndose de esta manera por un tiempo de media hora y a temperatura ambiente. Esto, con el objetivo de solubilizar las partículas de conservante en el seno de la fase aceite. Posteriormente se comenzó añadir con una pipeta, agua destilada a razón de 1 gota por segundo y una velocidad de emulsionación de 250 rpm. La mezcla comenzó lentamente a adquirir un color blanco opaco, y luego de añadir la cantidad suficiente de agua, se pudo apreciar claramente la inversión de fase por el color y la variación de viscosidad que adquirió. En ese momento, se detuvo la agitación y se comprobó la inversión de fase, colocando una muestra de dicha emulsión en agua destilada. Finalmente se le agregó la mezcla de Carboxilmetil celulosa y agua a la emulsión obtenida. De esta forma se obtuvo una crema viscosa de color blanco leche, que posteriormente se agito a 50 rpm por 10 minutos.

Cabe considerar que, los resultados preliminares fueron satisfactorios en cierta medida, puesto que la apariencia, viscosidad y propiedades en general de la crema son adecuadas (aunque perfectibles) en un anestésico tópico de uso odontológico.

4.2 Análisis cuantitativo de la formulación

Con la finalidad de conocer la influencia del contenido de fase interna (aceite) en el tamaño de gota de las emulsiones O/W (aceite-en-agua), preparadas por el método de inversión de fases, se escogió el sistema agua/Span 20-Tween 80/Aceite esencial de clavitos de olor

En la Figura 15 se representa el tamaño de gota, D[3,2] de las emulsiones obtenidas para las combinaciones de surfactantes: Span 20-Tween 80. Este sistema con un HLB 12,5 4% provee una emulsion con un tamaño de gota desde 0,5-17 micras (En anexos Gráfico 3 se puede observar la distribución de tamaño) en comparación con todos los HLB estudiados, mientras que los otros sistemas muestran tamaños superiores de 100-550 micras para HLB 11,5; 12 y 13 (Gráficos 2,4,5 y 6 en anexos). Aunque tomando en cuenta el tamaño de gota d(0,9) en la figura 16 el cual representa el diámetro por debajo del cual está el 90% de las gotas en la distribución se observa que el menor tamaño de gota se encuentra en el sistema con HLB 12,5 4% con respecto a los otros sistemas de HLB 11,5; 12 y 13.

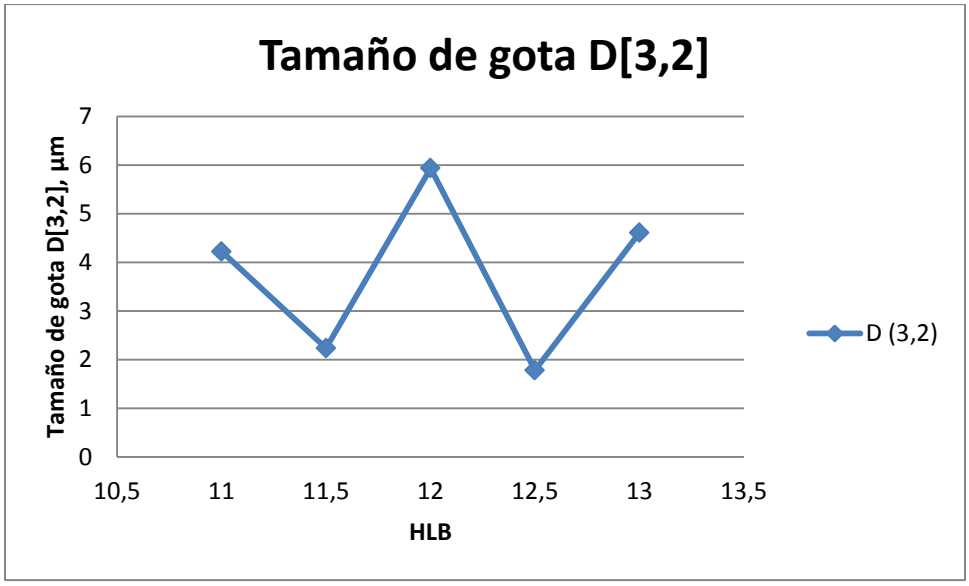

Figura 15. Tamaño de gota D[3,2] vs HLB. Sistemas fase acuosa/Span20/Tween80/aceite de clavitos de olor.

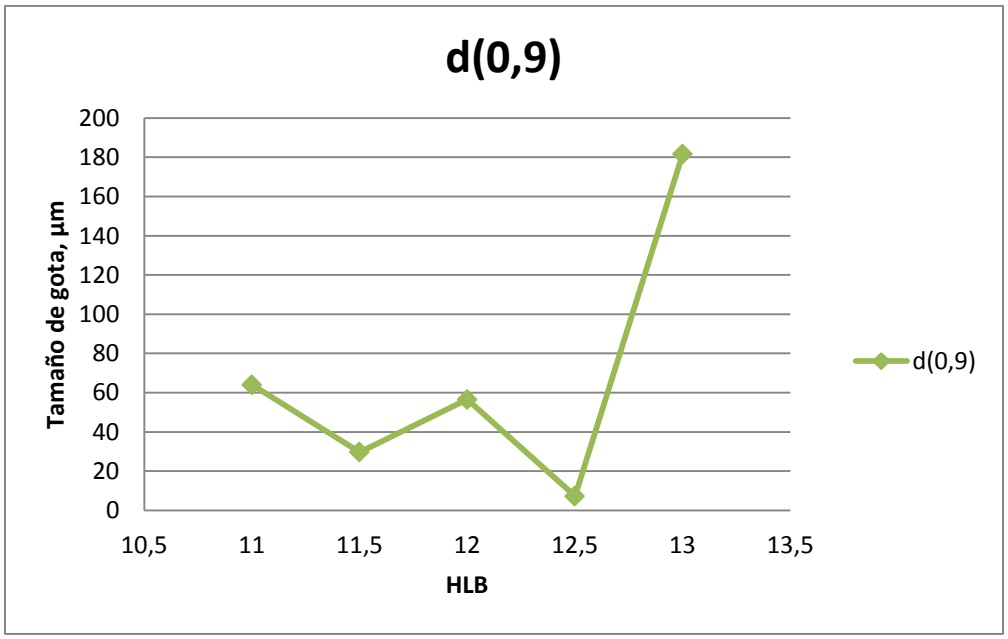

Figura 16. Tamaño de gota d(0,9) vs HLB. Sistemas fase acuosa/Tween20/Span80/aceite de clavitos de olor.

En la figura 17 se muestra que la mejor emulsion tanto en tamaño y con menor polidispersidad es la de HLB 12,5 4%. Además, puede observarse que el tamaño D[3,2] y d(0,9) son similares, esto indica que el tamaño de todas las gotas está comprendido entre 0,5-17 µm. El parámetro que indica qué tan polidispersa es la emulsion tomando en cuenta la distribución de tamaño es el Span debido a que está en una cantidad menor con respecto a los otros HLB estudiados.

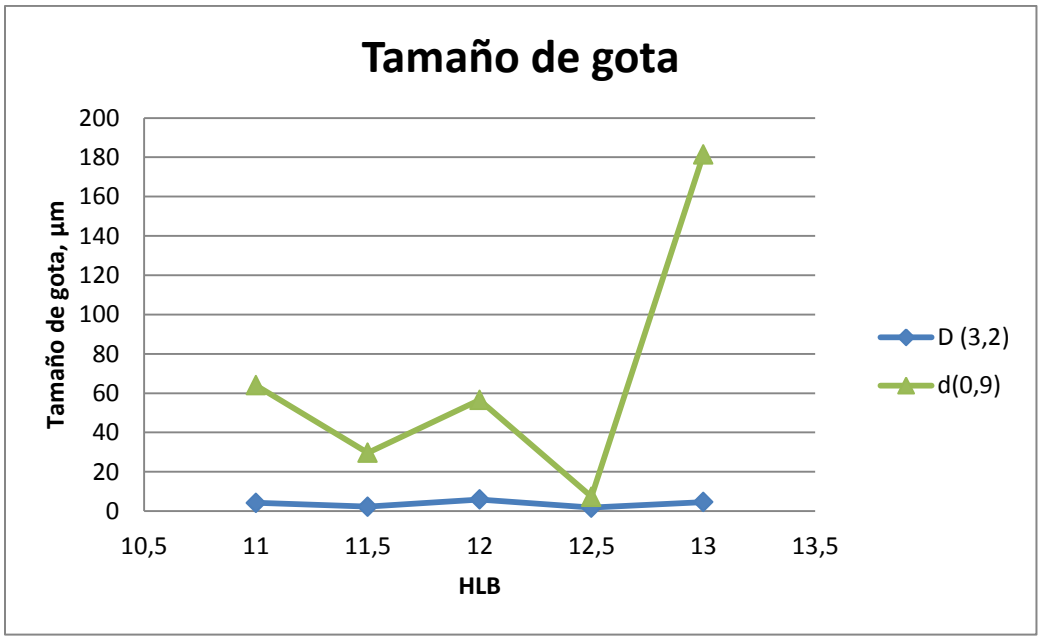

Figura 16. Tamaño de gota D[3,2] y d(0,9) vs HLB. Sistemas fase acuosa/Span20/Tween80/aceite de clavitos de olor.

En la figura 18 representa la reología que comprende la relación existente entre el esfuerzo de corte y tasa de corte o viscosidad aparente que permite hacer un estudio a los fluidos respecto a su comportamiento reologico, es decir, a sus características de deformación de flujo. Los sistemas involucrados para dicho estudio fueron los HLB 12; 12,5 y 13 y se observó que para los HLB 12 y 13 según el tipo de fluidos independientes del tiempo son reofluidizante ó pseudoplastico. Como se observa en la figura 18 la curva comienza con mucha pendiente, lo cual indica una viscosidad aparente elevada. Después, la pendiente disminuye con el incremento del gradiente de velocidad [39]. Con respecto al comportamiento en la figura 18 del HLB 12,5 se podría decir que es un fluido newtoniano pero ésta no cumple con la Ley de Newton de viscosidad. Para los fluidos newtonianos la viscosidad es constante, en este caso la viscosidad es casi constante, por lo tanto es un comportamiento que tiende a newtoniano.

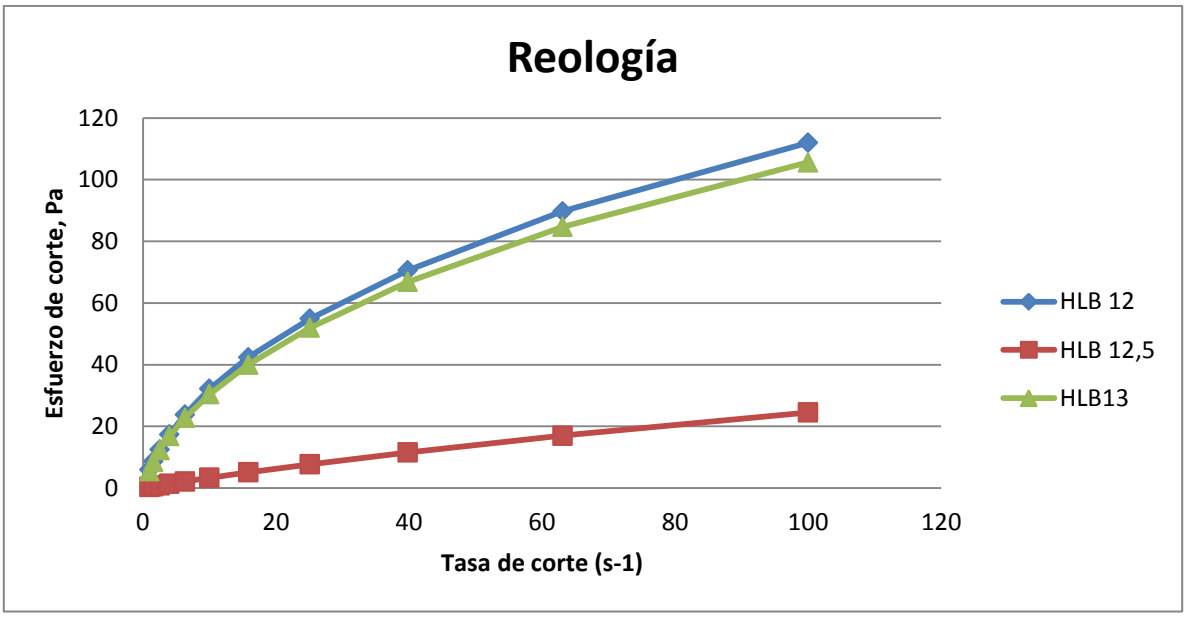

Figura 18. Reología. Relacion de Esfuerzo de corte vs Tasa de corte