

Encapsulación de Timol y Mentol en Estructuras MCM-41

Encapsulation of Thymol and Menthol in MCM-41 Structures

Presentación: 8 y 9 de Octubre de 2024

Doctorando:

Sergio MARINO

Universidad Tecnológica Nacional-Facultad Regional La Plata
smarino315@gmail.com

Directora:

Andrea M. PEREYRA

Codirector:

Maximiliano R. GONZALEZ

Resumen

El timol y el mentol son monoterpenos fenólicos que se encuentran en los aceites esenciales de diversas plantas. Estos compuestos son altamente valorados en las industrias farmacéutica, cosmética y alimentaria debido a sus propiedades antisépticas, antibacterianas y antifúngicas, además de ser económicos y seguros. Sin embargo, su alta volatilidad limita sus aplicaciones.

La MCM-41, un material mesoporoso, ofrece alta estabilidad térmica y una gran superficie específica, con un tamaño de poro adecuado para albergar y estabilizar moléculas voluminosas como las de los terpenos. No obstante, el costo elevado de los reactivos necesarios para su síntesis representa una desventaja, lo que encarece su uso en aplicaciones específicas.

Este estudio explora la encapsulación de timol y mentol en MCM-41, sintetizada utilizando una solución de silicato de sodio de calidad industrial como precursor de silicio. Las caracterizaciones realizadas antes y después de la impregnación indican que este material podría ser eficaz para dicho propósito, lo que abre nuevas posibilidades para su aplicación en recubrimientos y pinturas, además de ofrecer un potencial significativo para innovaciones en diversas industrias.

Palabras clave: Timol, Mentol, MCM-41, Encapsulación.

Abstract

Thymol and menthol are phenolic monoterpenes found in the essential oils of various plants. These compounds are highly valued in the pharmaceutical, cosmetic, and food industries due to their antiseptic, antibacterial, and antifungal properties, as well as being economical and safe. However, their high volatility limits their applications.

MCM-41, a mesoporous material, offers high thermal stability and a large specific surface area, with a pore size suitable for hosting and stabilizing bulky molecules like terpenes. Nevertheless, the high cost of the reagents required for its synthesis represents a disadvantage, making its use in specific applications more expensive.

This study explores the encapsulation of thymol and menthol in MCM-41, synthesized using an industrial-grade sodium silicate solution as a silicon precursor. Characterizations carried out before and after impregnation indicate that this material could be effective for this purpose, opening up new possibilities for its application in coatings and paints, as well as offering significant potential for innovations in various industries.

Keywords: Thymol, Menthol, MCM-41, Encapsulation.

Introducción

El timol y el mentol son monoterpenos fenólicos presentes en los aceites esenciales de diversas plantas que han desempeñado un papel relevante en la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética a lo largo del tiempo (Tariq et al., 2019). Son sustancias con comprobadas propiedades antisépticas, antibacterianas y antifúngicas, de bajo costo y de fácil manipulación debido a que no son tóxicos. No obstante, su alta volatilidad y su uso limitado por la temperatura del medio son desafíos a tener en cuenta (Sepahvand et al., 2021).

Por otro lado, la MCM-41 es uno de los materiales mesoporosos más estudiados en la actualidad debido a su alta estabilidad térmica, su alta superficie específica y volumen de poros (Rabie et al., 2019). Su estructura ofrece una capacidad de carga altamente manejable, lo que lo hace prometedor para diversas aplicaciones. Por lo cual, debido a las propiedades mencionadas se podría considerar la posibilidad de utilizar la MCM-41 como agente de encapsulación para el timol y el mentol.

En este trabajo se presenta un nuevo enfoque a partir del uso de un material mesoporoso como la MCM-41 y su empleo en la encapsulación de timol y mentol a partir del método de impregnación por humedad incipiente.

Desarrollo

Síntesis de MCM-41: Se llevó a cabo la síntesis de MCM-41 utilizando el método sol-gel seguido de una etapa hidrotermal, comenzando con la disolución de Bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB, 96%, Sigma-Aldrich), como plantilla, en agua destilada bajo agitación. Posteriormente, se añadió gota a gota silicato de sodio comercial a la solución, como fuente de silicio, manteniendo la agitación. El pH de la mezcla se ajustó a aproximadamente 9,5 con H₂SO₄ al 10% (p/p). La solución de gel resultante se transfirió a un reactor de acero inoxidable revestido con politetrafluoroetileno y se mantuvo en una estufa a 100°C durante 4 días. Luego, la solución se filtró por succión, se lavó con agua destilada hasta ausencia de espuma, y se secó al aire antes de ser secada a 100°C durante 12 horas en estufa. Finalmente, el material se calcinó en una mufla a 510°C con una rampa de calentamiento de 5°C/min durante 2 horas con el fin de eliminar el agente director de la estructura.

Impregnación con timol/mentol: Se realizó la impregnación con timol o mentol con el fin de evaluar su encapsulación en matrices silíceas. Se utilizó el método de impregnación por humedad incipiente empleando 0,25g de MCM-41 y 5 mL de una solución de timol, la cual contiene 1g de timol o de mentol utilizando como solvente etanol absoluto (99%, Anedra) durante 24 horas, asegurando una completa saturación. Posteriormente, se retiraron y se secaron al aire en condiciones controladas de temperatura y humedad durante 7 días.

Caracterización fisicoquímica: La MCM-41 fue caracterizada por HRTEM TEM en un microscopio Tecnai F20 G2 operado a 200 kV. Los materiales antes y después de la impregnación fueron caracterizados por Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier - Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR) en un equipo Shimadzu modelo IRAffinity-1.

Resultados

En la Fig. 1 se muestra la imagen de TEM de la MCM-41 y su correspondiente transformada de Fourier (FFT).

El material presentó partículas de morfología irregular con canales largos, curvados y orientados en diferentes direcciones. La estructura hexagonal 2D presentó defectos o discontinuidades. La distancia entre poros medida fue de 4,6 nm.

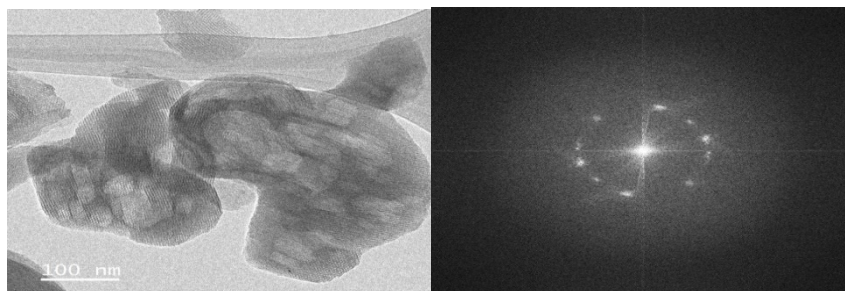


Figura 1. Imagen de HRTEM (izquierda) y FFT (derecha).

Los espectros FT-IR de la muestra MCM-41 antes y después de 7 días de la impregnación con timol y mentol, junto con los espectros de timol y mentol, se presentan en la figura 2 y figura 3. En el espectro de MCM-41, las bandas en 1066, 794 y 454 cm^{-1} corresponden a los estiramientos asimétrico, simétrico y vibración por flexión de los enlaces Si-O-Si, respectivamente (Mathew et al. 2016). La banda en 961 cm^{-1} se asocia con Si-O-OH o Si-OH, y la banda en 584 cm^{-1} se atribuye a la flexión tetraédrica del enlace Si-O (Pradhan y Parida, 2012). Con relación a la muestra de timol, la banda a aproximadamente 3200 cm^{-1} corresponde al estiramiento fenólico O-H en enlaces de hidrógeno, mientras que el estiramiento C-H se encuentra en el rango de 3000-2850 cm^{-1} . El estiramiento C=C se observa a 1622 cm^{-1} , la vibración -OH a 1360 cm^{-1} , y el estiramiento C-O a 1242 cm^{-1} , todos típicos de los grupos fenólicos del timol (Rukmani y Mahalingam, 2012). Además, las vibraciones fuera del plano del C-H aromático del timol se localizan en 805 cm^{-1} (Markovik et al., 2015) y las bandas en 3395 cm^{-1} (estiramiento -OH) y 1644 cm^{-1} (vibraciones -OH) podrían atribuirse al agua adsorbida (Su et al., 2016). Respecto a la muestra de mentol, se observan picos fuertes y agudos, los cuales pueden asignarse a los grupos funcionales característicos del mentol. El enlace -CH₂ asignado a los picos 2927, 2845 y 1447 cm^{-1} , el enlace -CH₃ correspondiente a los picos 2954, 2869 cm^{-1} y enlaces C-O asignado a 1044, 1025 cm^{-1} (Al-Bayati, 2009).

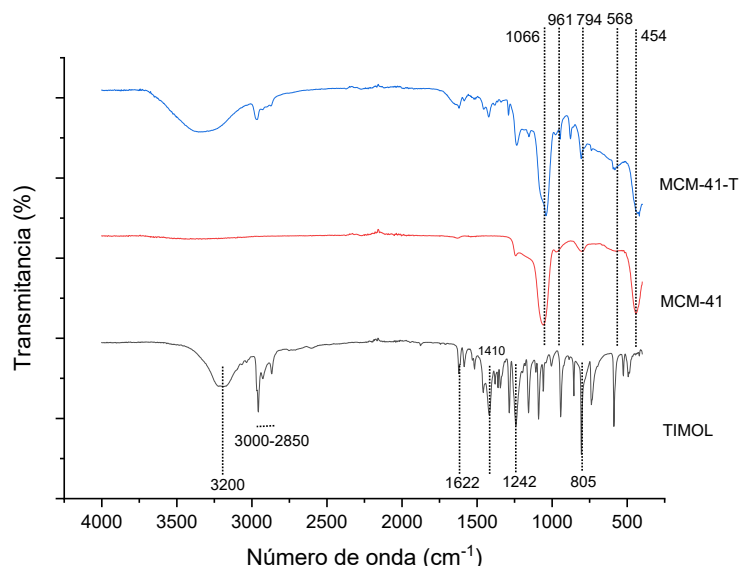


Figura 2: Espectros de FT-IR de TIMOL, MCM-41 y MCM-41-T.

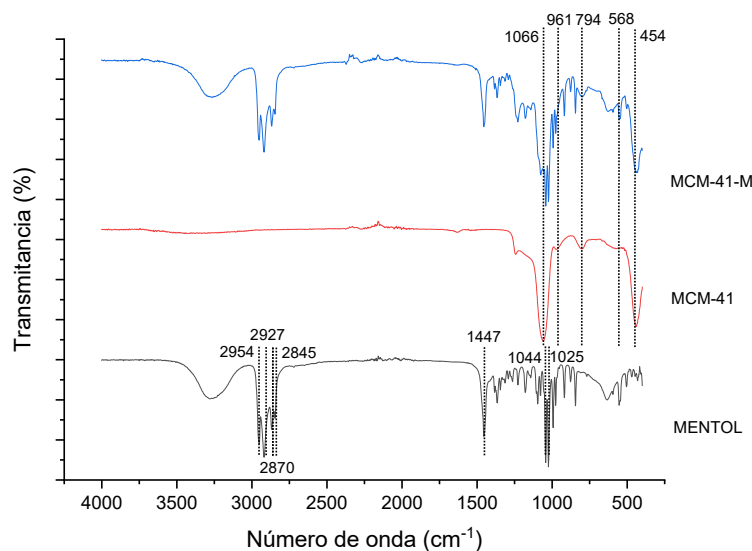


Figura 3: Espectros de FT-IR de MENTOL, MCM-41 y MCM-41-M.

Se puede observar que las muestras impregnadas con timol y mentol (muestras MCM-41-T y MCM-41-M, respectivamente) conservan luego de una semana las bandas características. Esto demostraría una elevada estabilización de los terpenos fenólicos en los poros de la MCM-41.

Conclusiones

Los resultados preliminares indican que los sólidos obtenidos podrían ser adecuados para la estabilización de timol y mentol. Este enfoque no solo podría ampliar las aplicaciones de los materiales mesoporosos, sino que también podría ofrecer soluciones innovadoras para su potencial aplicación en el aumento de la resistencia bacteriana en recubrimientos y pinturas. En definitiva, este estudio podría tener un impacto significativo en el desarrollo de nuevas tecnologías y productos en diversas industrias.

Referencias

- Al-Bayati F. A. (2009). Isolation and identification of antimicrobial compound from mentha longifolia L. leaves grown wild in Iraq. *Annals of Clinical Microbiology and Antimicrobials*, 8, 20–20. [10.1186/1476-0711-8-20](https://doi.org/10.1186/1476-0711-8-20).
- Markovik D., Milovanovic S., Radetic M., Jokic B. y Zizovic I. (2015). Impregnation of corona modified polypropylene non-woven material with thymol in supercritical carbon dioxide for antimicrobial application, *The Journal of Supercritical Fluids*, 101, 215-221. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2015.03.022>.
- Mathew, A., Parambadath, S., Barnabas, M. J., Song, H. J., Kim, J. S., Park, S. S., y Ha, C. S. (2016). Rhodamine 6G assisted adsorption of metanil yellow over succinamic acid functionalized MCM-41. *Dyes & Pigments*, 131, 177–185. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2016.04.007>.
- Pradhan, A. C., y Parida, K. M. (2012). Facile synthesis of mesoporous composite Fe/Al₂O₃-MCM-41: an efficient adsorbent/catalyst for swift removal of methylene blue and mixed dyes. *Journal of Materials Chemistry*, 22(15), 7567–7579. <https://doi.org/10.1039/C2JM30451A>.
- Rabie, A. M., Shaban, M., Abukhadra, M. R., Hosny, R., Ahmed, S. A. y Negm, N. A. (2019). Diatomite supported by CaO/MgO nanocomposite as heterogeneous catalyst for biodiesel production from waste cooking oil. *Journal of Molecular Liquids*, 279, 224–231. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.01.096>.
- Rukmani A. y Mahalingam S. (2012). Inclusion of antibacterial agent thymol on β -cyclodextrin-grafted organic cotton, *Journal of Industrial Textiles*, 42, 132-144. <https://doi.org/10.1177/1528083711430244>.
- Sepahvand, S., Amiri, S., Radi, M. y Akhavan, H. (2021). Antimicrobial activity of thymol and thymol-nanoemulsion against three food-borne pathogens inoculated in a sausage model. *Food and Bioprocess Technology*, 14, 1936–1945. <https://doi.org/10.1007/s11947-021-02689-w>.

Su S., Ma H. y Chuan X. (2016). Hydrothermal synthesis of zeolite A from K-feldspar and its crystallization mechanism. *Advanced Powder Technology*, 27, 139-144. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2015.11.011>.

Tariq S., Wani S., Rasool W., Shafi K., Bhat M. A., Prabhakar A., Shalla A. H. y Rather M.A. (2019). A comprehensive review of the antibacterial, antifungal and antiviral potential of essential oils and their chemical constituents against drug-resistant microbial pathogens. *Microbial Pathogenesis* 134, 103580. [10.1016/j.micpath.2019.103580](https://doi.org/10.1016/j.micpath.2019.103580).