

Extracción y caracterización reológica del mucílago de *Malvaviscus penduliflorus* (San Joaquín)

Extraction and rheological characterization of *Malvaviscus penduliflorus* (sleeping hibiscus) mucilage

Dra. Cecilia Gallardo Cabrera, QF. Jhonathan David Pazmiño Arteaga, QF. Iván Santiago Enríquez Benavides

Universidad de Antioquia. Medellín, Antioquia, Colombia.

RESUMEN

Introducción: los mucílagos presentan amplias e importantes aplicaciones en la industria farmacéutica, alimenticia y cosmética, entre otras. Los atributos primordiales de estos compuestos poliméricos es que son biocompatibles, económicos y fácilmente disponibles.

Objetivos: desarrollar un método para la extracción del mucílago de hojas de San Joaquín y describir el comportamiento reológico de este.

Métodos: se emplearon 5 procedimientos para la obtención del mucílago, que corresponden a extracción por ebullición, por baño de María, por microondas, por ultrasonido y por reflujo. posteriormente, se realizó la caracterización reológica de los mucílagos a temperatura de 25 °C, el rendimiento de estos se valoró mediante la determinación de la viscosidad de las soluciones; también se verificó la concordancia con los resultados por el método reológico, aplicando un ensayo gravimétrico, en el cual se precipitó el mucílago utilizando etanol para después secarlo y pesarlo.

Resultados: se obtuvieron 5 soluciones que contenían mucílago, las cuales presentaban color café claro y aspecto viscoso; se determinó el reograma para cada solución, en los cuales se observó que la solución más viscosa era la obtenida por reflujo y que todas las curvas presentaban un comportamiento pseudoplástico. Con la técnica gravimétrica se obtuvieron 5 precipitados secos de color similar al de las soluciones.

Conclusiones: la técnica apropiada para la extracción del mucílago de San Joaquín es el reflujo, este resultado se demostró mediante reometría y gravimetría; el comportamiento reológico del hidrocoloide es no newtoniano con propiedades de flujo pseudoplástico, lo cual lo cataloga como un material potencial para la estabilización de dispersiones coloidales.

Palabras clave: biopolímeros, viscosidad, pseudoplástico, mucílago.

ABSTRACT

Introduction: mucilages have a variety of important applications in the food, pharmaceutical and cosmetic industries, among others. The main advantage of these polymeric compounds is that they are biocompatible, economical and easily available.

Objectives: develop a method to extract mucilage from sleeping hibiscus leaves and describe its rheological behavior.

Methods: five procedures were applied to obtain the mucilage: boiling, bain-marie, microwave, ultrasound and reflux. Rheological characterization of the mucilages was then conducted at a temperature of 25°C. Their yield was assessed through determination of the viscosity of solutions. Agreement with the results was verified with the rheological method, applying a gravimetric assay in which the mucilage was first precipitated with ethanol, and then dried and weighed.

Results: five light-brown, viscous solutions were obtained that contained mucilage. Determination was conducted of the rheogram for each solution, which showed that the most viscous solution was the one obtained by reflux, and that all curves presented pseudoplastic behavior. Five dry precipitates were obtained with the gravimetric technique. Their color was similar to that of solutions.

Conclusions: the appropriate technique to extract mucilage from sleeping hibiscus is refluxing. This result was demonstrated by rheometry and gravimetry. The rheological behavior of the hydrocolloid is non-Newtonian with pseudoplastic flux properties, which makes it a potential material for the stabilization of colloidal dispersions.

Key words: biopolymers, viscosity, pseudoplastic, mucilage.

INTRODUCCIÓN

La planta *Malvaviscus arboreus* Cav. var. *penduliflorus* (DC.) Schery, familia Malvaceae, es un arbusto de común distribución en las zonas cálidas del continente, muy utilizado en el departamento de Antioquia como barrera o cerca viva en las fincas y cultivado en los jardines de las casas de manera ornamental.¹

Tradicionalmente, a partir de esta planta se obtiene un mucílago, que se lo utiliza para aplicación capilar. Los mucílagos se clasifican dentro de los hidrocoloides y son macromoléculas poliméricas complejas de naturaleza hidrocarbonada, que debido a su estructura altamente ramificada pueden modificar la reología de una solución.²⁻⁴ El estudio de estos compuestos se efectúa pensando en sus posibles aplicaciones en la industria farmacológica y alimenticia, como diluyentes, aglutinantes, desintegrantes, coloides protectores, entre otros. Algunas de las plantas, de las cuales se han obtenido mucílagos son el nopal, la mostaza y el cacao.^{2,3,5,6} En nuestra planta de interés el método adecuado para la extracción del mucílago es desconocido, por tal razón, este trabajo se enfoca en diseñar una técnica que permita obtenerlo.

MÉTODOS

Adecuación del material vegetal

La planta se recolectó en la vereda El Zarzal del municipio de Ebéjico (Antioquia), donde es cultivada como cerca viva; un ejemplar reposa en el herbario de la Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia, bajo el código HUA 125736. De esta muestra se seleccionaron las hojas en buen estado y se lavaron con agua y jabón, después se llevaron a la estufa por 48 h a una temperatura de 40 °C; el material seco se trituró en un molino de cuchillas hasta obtener un polvo fino; posteriormente, se realizó un desengrase con *Soxhlet* durante 3 h utilizando hexano. El material resultante se utilizó para desarrollar las extracciones del mucílago por diferentes procedimientos.

Métodos de extracción

El primer paso fundamental en el método de extracción es la humectación con el solvente de extracción,⁷⁻⁹ en este caso agua desionizada. La humectación se realizó guardando una relación entre la masa del material vegetal y el volumen de agua, para extraer de 1:10, la cual permitió que el material vegetal se mojara totalmente. En todos los casos, el material vegetal se pesó y se agregó lentamente sobre el agua desionizada, el recipiente se tapó y se dejó en reposo a temperatura ambiente durante 60 min;¹⁰ después se dispuso del material y se realizó el procedimiento de extracción. Con el objetivo de perfilar un método con un rendimiento apropiado en la extracción se aplicaron 5 procedimientos de extracción, en todos se utilizó calor y se mantuvieron fijos los parámetros descritos en la tabla 1, las especificaciones de cada procedimiento se describen a continuación.

Tabla 1. Parámetros de extracción fijos

Parámetro	Valor
Cantidad de muestra	30 g
Volumen de agua	300 mL
Tiempo de humectación a temperatura ambiente	60 min
Tiempo de extracción	60 min

Los métodos de extracción aplicados fueron:

- *Extracción por ebullición*: se colocó el material en un beaker y bajo agitación magnética se calentó hasta ebullición, una vez alcanzado este punto se permitió la extracción del mucílago.¹¹
- *Extracción por ultrasonido*: la muestra humectada se llevó a un erlenmeyer y se sometió a sonicación en un equipo de ultrasonido BRANSON 3510R-DTH, cuyo baño se programó a una temperatura de 60 °C.⁷
- *Extracción por microondas*: el polvo hidratado se colocó en un beaker que fue sellado con papel plástico y se dejó a temperatura ambiente por 1 h; después se llevó a un microondas SHARP Carousel R-230KW-W, en el cual se sometió el producto a irradiación por 3 min.⁸
- *Extracción por reflujo*: en un balón fondo plano se agregó la muestra humectada y se realizó el reflujo.¹⁰
- *Extracción en baño maría*: la muestra preparada fue llevada a un erlenmeyer y se montó sobre un baño María a 60 °C.³

Finalmente, luego del desarrollo de la maceración, se continuó con la separación del material vegetal residual por medio de centrifugación a 4 000 rpm por 20 min, y la posterior decantación para obtener el mucílago.

Estudio reológico

La solución de mucílago obtenida en cada una de las extracciones se diluyó con agua desionizada hasta 200.0 mL, estas soluciones se utilizaron para la determinación del reograma mediante un viscosímetro *THERMO HAAKE VT550* con baño térmico *Thermo Scientific B3*, el cual fue programado de la manera siguiente:

- Ciclo de acondicionamiento de la muestra: aplicar una velocidad de cizalla de 5 s^{-1} durante 10 s (tomar 2 datos); seguir con la aplicación de una velocidad de 0 s^{-1} durante 30 s (tomar 2 datos).
- Ciclo de toma de datos: aplicar una velocidad de cizalla desde 5 s^{-1} hasta 800 s^{-1} en 30 pasos utilizando el modo de escalones.

La temperatura de las mediciones fue $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ y la aguja utilizada para aplicar el esfuerzo fue la MV-DIN, propia del equipo.

Ensayo gravimétrico

Se tomaron alícuotas de 25,0 mL de la solución de mucílago obtenida y se adicionó igual cantidad de etanol a cada una agitando vigorosamente; de esta manera se precipitó el mucílago, después se filtró al vacío y el mucílago se recogió sobre un filtro de papel previamente pesado. los filtros se llevaron a la nevera por 24 h y después por diferencia de peso se estableció la cantidad de mucílago precipitado y se determinó la concentración de las soluciones obtenidas.¹²

RESULTADOS

De cada una de las extracciones realizadas se obtuvieron soluciones de características similares, todas de tono ocre, aunque con algunas variaciones en la intensidad del color. El sólido obtenido al realizar la precipitación con etanol fue de color verde oscuro que se reconstituye con agua.

Las mediciones reológicas permitieron la construcción del reograma (Fig.), en el cual se evidencia la disminución de la viscosidad al aumentar la velocidad de cizalla y que la extracción con reflujo presenta una mayor viscosidad (en el rango de velocidad de cizalla analizado) que los otros procedimientos de extracción ensayados.

Se aplicó el modelo de la ley de potencia (modelo de Ostwald de Waele) como modelo matemático que describe el comportamiento reológico del mucílago, obteniendo las constantes reológicas K (índice de consistencia) y n (índice de comportamiento al flujo) y se resumen en la tabla 2.

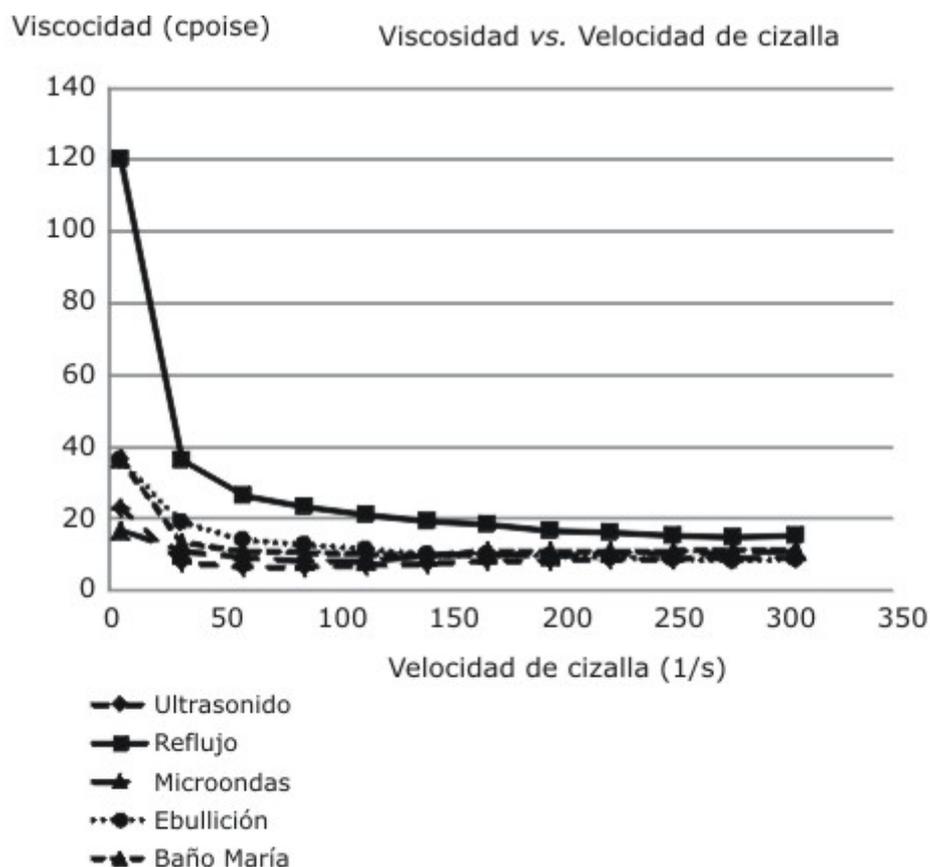


Fig. Representación de viscosidad vs. velocidad de cizalla de las soluciones de mucílago extraídas por diferentes métodos.

Tabla 2. Constantes reológicas

Método de extracción	Índice de consistencia K (cP)	Índice de comportamiento al flujo n
Reflujo	111,7	0,6815
Ebullición	28,6	0,8372
Baño María	20,1	0,9141
Microondas	9,8	1,0245
Ultrasonido	9,7	0,9976

Los ensayos gravimétricos permitieron calcular el rendimiento en la extracción, mediante el cálculo de la concentración (mg/mL) de las soluciones acuosas finalmente obtenidas. Esos valores se resumen en la tabla 3.

Tabla 3. Concentración de las soluciones

Método de extracción	Concentración de mucílago (mg/mL)
Reflujo	8,0
Ebullición	3,6
Baño María	3,1
Ultrasonido	2,2
Microondas	1,8

DISCUSIÓN

En estudios realizados sobre métodos de extracción de mucílagos se ha encontrado que el tiempo para lograr un proceso de humectación es importante, porque permite que el material vegetal absorba agua y facilite la posterior solubilización del mucílago en esta; este tiempo oscila entre 1 y 6 h. En los ensayos realizados se humectó el material por 60 min, intentando así hacer el proceso lo más eficiente posible.

El tono oscuro del mucílago precipitado fue atribuido a la presencia de clorofila proveniente del materia vegetal, lo cual sugiere que el uso de hexano en el proceso de desengrase no fue eficiente para remover impurezas. Partiendo de la afirmación de *Kraemer*,¹³ quien dice que el mucílago se puede encontrar tanto en el interior como en el exterior de las células vegetales, se decidió cambiar el solvente del desengrase por metanol, el cual rompe la pared celular y permite un intercambio tejido vegetal-solvente de manera efectiva. El material de ese desengrase se utilizó para extraer el mucílago y se encontró que la solución obtenida, así como el precipitado, conservan la misma apariencia que lo obtenido en el proceso con hexano. Esto indica que las impurezas no se deben a la clorofila, podría ser material particulado del tejido vegetal que el mucílago aglutina o como resultado de procesos de oxidación ocurridos durante la extracción.

Interpretando el reograma se identificó que a las concentraciones analizadas el material posee un comportamiento reológico no newtoniano,¹⁴ con propiedades de flujo pseudoplástico, porque se observa que con el aumento de la velocidad de cizalla la viscosidad disminuye. Existe una diferencia marcada entre la viscosidad que presentó el mucílago obtenido por reflujo y el de los otros 4 métodos; los últimos no mostraron variación significativa entre sí.

Se determinó que el modelo reológico de las soluciones de mucílago en el rango de estudio de los factores de interés, es el modelo tipo Ostwald de Waele, conocido como ley de potencia. La magnitud menor que 1, la cual muestra el índice de comportamiento al flujo (n) permite confirmar que la solución de mucílago en las condiciones que se encuentra es pseudoplástica. La variación en el índice de consistencia (K) permite hacer comparaciones entre los diferentes procedimientos de extracción utilizados, y teniendo en cuenta que el estudio reológico se hizo llevando a un mismo volumen exacto todos los extractos obtenidos y partiendo de la misma cantidad material vegetal, es posible concluir que el método de extracción que presenta mayor interés en términos de la viscosidad del mucílago obtenido es el reflujo. Esto indica, también, que hay una mayor eficiencia de extracción, por cuanto, se presenta una relación directa entre el índice de consistencia y la concentración de

sólidos solubles; esa relación se espera porque al aumentar la concentración de soluto hay mayor interacción soluto-agua y esto provoca restricción al flujo.

La prueba gravimétrica realizada permitió confirmar que efectivamente el método de extracción que mejor rendimiento genera es el reflujo, obteniendo una solución de concentración 8,0 mg/mL. también se observó que ordenados de manera decreciente los 3 primeros métodos coinciden con el resultado según el cálculo de los parámetros reológicos.

El tipo de flujo que presenta el mucílago de *Malvaviscus penduliflorus* (San Joaquín) resulta interesante para aplicaciones en la industria farmacéutica, porque fluidos pseudoplásticos se utilizan como vehículos estructurados para impartir propiedades de estabilidad.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Osorio G. Buenas prácticas agrícolas (BPA) y buenas prácticas de manufactura (BPM) en la producción de caña y panela. Manual técnico. Medellín: FAO- gobernación de Antioquia; 2007. p. 139-40.
2. Pérez P. Mucílago pulverizado obtenido a partir de la cáscara de cacao. Una alternativa en la clarificación de los jugos en la industria de la panela. Manizales, Colombia; 2004. p. 15. Disponible en: <http://www.bdigital.unal.edu.co/1168/>
3. Sepúlveda E, Sáenz C, Aliaga E, Aceituno C. Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *J Arid Environments*. 2007;68:534-45.
4. BDN. Hidrocoloides; 2008.[citado Sep 2012]. [3 pantallas]. Disponible en: <http://es.scribd.com/doc/24062099/Hidrocoloides>
5. Balke D, Diosady L. Rapid aqueous extraction of mucilage from whole white mustard seed. *Food Research International*. 2000;33:347-56.
6. Malviya R, Srivastava P, Kulkarni GT. Applications of Mucilages in Drug Delivery-A Review. *Advances Biological Research*. 2011;5(1):1-7.
7. Marín M, Acevedo J, Tamez M, Nevero J. Proceso de obtención del mucílago de *Salvia hispánica* L. México: Instituto tecnológico de estudios superiores de Monterrey, Nuevo León. WO 2008/044908 A2; 2008.
8. Shah BN, Seth AK, Nayak BS. Microwave Assisted Isolation of Mucilage from the Fruits of *Richosanthes dioica*, *FABAD J Pharm Sci*. 2010;33:131-4.
9. Hindustan A A, Sreeramulu J, Sreenivasulu R, Suma Padmaja B, Narasimha Reddy M. Fabrication of glimepiride *Hibiscus esculentus* fruit mucilage and povidone sustained release matrix tablets: *In vitro* evaluation. *Der Pharmacia Sinica*. 2011;2(2):91-100.
10. Pareek V, Singh M, Bhat ZA, Singh P, Kumar D, Sheela S. Studies on mucilage of *Basella alba* Linn, *J Pharmacy Research*. 2010;3(8):1892-4.

11. Espino Díaz M, Ornelas Paz JJ, Martínez Téllez MA, Santillán C, Barbosa Cánovas G, Zamudio Flores P, et al. Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus indica* (L.). J Food Science. 2010;75(6):347-52.
12. Lih-Shiuh L, Hui-Yuan L. Chemical compositions and some physical properties of the water and alkali-extracted mucilage from the young fronds of *Asplenium australasicum* (J. Sm.) Hook. Food Hydrocolloids. 2012;26:344-9.
13. Kraemer H. Origin and detection of mucilage in plants. Am J Pharmacy. 1898;70(6):1-9.
14. Barreda Flores LF, Zanardi M, Cárdenas Málaga M. Carácter no newtoniano de soluciones de goma de tara. Alimentación, Equipos y Tecnología. 2005;24(198):78-83.

Recibido: 9 de agosto de 2012.

Aprobado: 10 de mayo de 2013.

Cecilia Gallardo Cabrera. Calle 67 No. 53-108, Medellín-Colombia. Teléf.: +574-2195468, Fax+574-2195457. Correo electrónico: cgallardo@farmacia.udea.edu.co, gallardoqf@gmail.com