

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICA
ESCUELA DE QUÍMICA



Pasantía de investigación:

"Caracterización fisicoquímica y electroquímica del aceite esencial de la flor del clavo de olor (*Syzygium aromaticum*), obtenido con destilación por arrastre de vapor"

ELABORADO POR:

Br. Gabriela Carolina Gómez Vásquez 

ASESOR

Dr. Diego Francisco Chicas Baños 

SAN SALVADOR, 6 DE ABRIL DEL 2026

ÍNDICE DE CONTENIDO

Contenido

AGRADECIMIENTOS	6
1. INTRODUCCIÓN	7
2. OBJETIVOS	8
2.1 Objetivo general:	8
2.2 Objetivos específicos:	8
3. JUSTIFICACIÓN	9
4. MARCO TEÓRICO	10
4.1. Generalidades de la electroquímica analítica	10
4.1.2. Componentes en la electrosíntesis orgánica	11
4.2 Electrosíntesis orgánica como un proceso verde	13
4.3 Generalidades del árbol de clavo de olor	14
4.3.1 Características del árbol clavo de olor	14
4.4. Componentes del aceite esencial de clavo de olor	15
4.5. Técnicas de extracción del aceite esencial de clavo de olor	17
4.5.1. Destilación por arrastre de vapor	17
4.5.2. Hidrodestilación asistida por microondas	18
4.6. Técnicas para caracterización fisicoquímica	19
4.6.1. Cromatografía de gases	19
4.6.2. Espectroscopia infrarroja	20
4.7. Técnicas para caracterización electroquímica	21
4.7.1 Voltamperometría cíclica	21
4.8. Aplicaciones del aceite esencial de clavo de olor	22

4.8.1. Aplicaciones alimentarias	22
4.8.2. Aplicaciones en la salud	23
5. METODOLOGÍA	23
5.1 Obtención del aceite esencial de clavo de olor con destilación por arrastre de vapor	23
5.2 Caracterización fisicoquímica	24
5.3 Determinación del contenido de eugenol en el aceite esencial de clavo de olor.	25
5.4 Realización de voltamperometrías cíclicas con eugenol y aceite esencial de clavo de olor.	26
5.5 Ensayos de electrolisis	26
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	28
6.1. Extracción del aceite esencial de clavo de olor	28
6.2. Caracterización fisicoquímica	28
6.3 Determinación del contenido de eugenol en el aceite esencial	30
6.4 Voltamperometrías cíclicas con eugenol y aceite esencial de clavo de olor	32
6.5 Ensayos de electrolisis	33
7. CONCLUSIONES	37
8. BIBLIOGRAFÍA	38

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1. Oxidación de una sustancia en un electrodo.	10
Fig 2. Esquema de una celda electroquímica	11
Fig 3. Voltamperograma cíclico clásico de una reacción electroquímica reversible	11
Fig 4. Electrosíntesis orgánica y su relación con los postulados de la química orgánica verde. (7)	14
Figura 5. Estructuras químicas de productos presentes en el aceite esencial del clavo de olor.	16
Figura 6 Instrumentación para destilación por arrastre de vapor.	17
Figura 7. Instrumentación para la destilación por microondas.	18
Figura 8. Esquema de cromatógrafo de gases.	19
Figura 9. Instrumentación de la espectroscopia IR de instrumento dispersivo.	20
Fig 10. Resumen de extracción del aceite esencial de clavo de olor con destilación por arrastre de vapor.	28
Fig 11. TLC aceite esencial y eugenol.	28
Figura 12 Espectro infrarrojo del aceite esencial de clavo de olor obtenido por arrastre de vapor	30
Fig 13. Cromatograma con las áreas de los componentes representativos en el aceite esencial de clavo de olor	31
Fig 14. Voltamperograma cíclico del comportamiento electroquímico del eugenol	32
Fig 15. Voltamperograma cíclico del comportamiento electroquímico del aceite esencial de clavo de olor.	33
Fig 16. Espectro de masas del producto de electrolisis atribuido al dehidrodieugenol	36

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Componentes identificados en el aceite de clavo de olor realizado en análisis gases masas.	16
Tabla 2. Condiciones para el cromatógrafo de gases.	25
Tabla 3. Condiciones para el detector de masas.	25
Tabla 4. Análisis electroquímico del aceite esencial de clavo de olor y eugenol.	26
Tabla 5. Experimentos y condiciones utilizadas para las electrolisis.	27
Tabla 6. Descripción de grupos funcionales en el espectro IR del aceite esencial de clavo de olor.	30
Tabla 7. Resultados de ensayos de electrolisis realizadas.	34

AGRADECIMIENTOS

Esta pasantía de investigación es el resultado de mucho esfuerzo y dedicación para terminar la carrera Licenciatura en Ciencias Químicas, un logro del que me siento muy orgullosa, especialmente porque significa avanzar y abrirme camino en un área STEM.

Quiero agradecer a mis padres, Gabriel y Guadalupe, porque con su amor y apoyo estuvieron pendientes de mí en cada etapa de este proceso. También agradezco a mis hermanos, Evelin y Julio, por su compañía durante estos años y por celebrar conmigo cada logro alcanzado, a Estela, Fatima y Lourdes por ser la familia más cercana y parte de mi motivación.

A mis amigos y amigas que fueron mi apoyo incondicional en este proceso, Reyna que a pesar de la distancia estuvo presente y animándome hasta cumplir la meta.

Al Dr. Diego Chicas, por su interés, dedicación e inspiración para fomentar la investigación química en una nueva área de la electroquímica. Gracias por mostrarme una nueva perspectiva de la química orgánica y motivarme a asumir este reto. Agradezco la oportunidad y la confianza depositada en mi trabajo, así como los conocimientos transmitidos durante el desarrollo del proyecto, que hicieron posible mi participación en el congreso de electroquímica.

Al laboratorio de la Gerencia Científica en Apoyo a la Educación por brindarme la oportunidad y apertura de realizar los análisis de cromatografía de gases acoplado a masas para este proyecto de investigación.

*“Que nuestras voces, ideas y descubrimientos
abran camino para que cada vez más mujeres se
atreven a transformar la ciencia.”*

1. INTRODUCCIÓN

El clavo de olor es un producto común en el mercado mundial, que se obtiene de la flor seca del árbol *Syzygium aromaticum*, y es valorado principalmente por sus usos culinarios, aromáticos, terapéuticos, principalmente en culturas asiáticas, pero su uso es global. El presente reporte de pasantía de investigación describe la caracterización fisicoquímica y electroquímica del aceite esencial de la flor clavo de olor, obtenido por el método de destilación por arrastre de vapor, así como algunos experimentos de electrólisis preliminares.

El aceite esencial de clavo de olor es una fuente rica en eugenol, un compuesto fenólico con amplias aplicaciones en las industrias farmacéutica, alimentaria y química debido a sus propiedades antioxidantes, antimicrobianas y antiinflamatorias. Su caracterización permite determinar su composición y calidad, así como explorar su comportamiento electroquímico, lo que podría abrir nuevas posibilidades en síntesis electroquímica y otras aplicaciones tecnológicas.

Para alcanzar estos objetivos, se emplearon diversas técnicas analíticas. La cuantificación del eugenol en el aceite esencial se realizó mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS), mientras que las propiedades fisicoquímicas fueron evaluadas mediante espectroscopía infrarroja (FTIR) y otras técnicas complementarias. En el análisis electroquímico, se aplicó voltamperometría cíclica utilizando electrodo de carbón vítreo en distintos electrolitos (NaClO_4 , NaBr , KI en etanol), con el fin de establecer las señales de oxidación y reducción del aceite esencial y su correlación con su principal componente, el eugenol.

Este estudio no solo contribuye a la comprensión de las propiedades redox del aceite esencial de clavo de olor, sino que también proporciona información para su aplicación en procesos de síntesis electroquímica, potencialmente conduciendo a la obtención de nuevos derivados con propiedades mejoradas.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo general:

Determinar las propiedades fisicoquímicas y electroquímicas del aceite esencial de clavo de olor, *Syzygium aromaticum*, obtenido por destilación por arrastre de vapor.

2.2 Objetivos específicos:

- Extraer el aceite esencial de clavo de olor empleando el método de destilación por arrastre de vapor.
- Determinar las propiedades fisicoquímicas del aceite esencial obtenido, incluyendo densidad, espectro FTIR, tiempo de retención (tR) y factor de retención (Rf).
- Cuantificar el contenido de eugenol en el aceite esencial mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-MS).
- Caracterizar electroquímicamente el aceite esencial de clavo de olor y el eugenol mediante voltamperometría cíclica, empleando electrodo de carbón vítreo y utilizando NaClO₄ como electrolito soporte.

3. JUSTIFICACIÓN

El clavo de olor (*Syzygium aromaticum*) es ampliamente utilizado en la gastronomía debido a su sabor intenso, picante y ligeramente dulce. Su uso más común es en forma de flores secas, que se emplean tanto enteras como molidas en la preparación de diversos alimentos y bebidas. Sin embargo, más allá de su aplicación culinaria, el clavo de olor es una fuente importante de compuestos bioactivos con alto valor agregado en las industrias farmacéutica, cosmética y alimentaria.

Uno de los componentes más relevantes del clavo de olor es su aceite esencial, el cual se extrae principalmente de las flores secas de la planta y contiene entre un 70 % y un 90 % de eugenol, un compuesto fenólico con propiedades antimicrobianas, antioxidantes, antiinflamatorias y anestésicas. El eugenol es ampliamente estudiado por su potencial en el desarrollo de productos con aplicaciones en la salud, conservación de alimentos, perfumería y en la síntesis de materiales bioactivos.

El aceite esencial de clavo de olor se puede obtener de distintas partes de la planta, incluyendo las hojas, el tallo y las flores secas. Sin embargo, diversos estudios han demostrado que el aceite extraído de las flores secas presenta la mayor concentración de eugenol, lo que lo convierte en la fuente más rica y eficiente de este compuesto. Por esta razón, en esta investigación se emplearán las flores secas como materia prima para la obtención del aceite esencial.

Desde el punto de vista químico, el eugenol pertenece a la familia de los polifenoles naturales, junto con compuestos como el chavicol, el estragol y el osmorhizol. Su estructura le confiere propiedades reactivas que lo hacen susceptible a procesos de oxidación y reducción, lo que ha despertado el interés en su caracterización electroquímica. Además, el eugenol puede formar derivados como el dehidrodieugenol, que comparte muchas de sus propiedades biológicas y tiene aplicaciones potenciales en el desarrollo de fármacos y anticancerígenos.

Debido a su versatilidad y a la creciente demanda de compuestos naturales con aplicaciones industriales, el estudio del aceite esencial de clavo de olor y su principal componente, el eugenol, es de gran importancia. Su caracterización fisicoquímica y electroquímica permitirá no solo conocer sus propiedades fundamentales, sino también explorar su potencial en aplicaciones emergentes, como la síntesis de derivados bioactivos y su posible uso en tecnologías electroquímicas.

4. MARCO TEÓRICO

4.1 Generalidades de la electroquímica analítica

Las reacciones electroquímicas son procesos heterogéneos de óxido-reducción que se producen de manera forzada en la interfaz entre el electrodo y la disolución, gracias a la aplicación de una diferencia de potencial apropiada. Dichas reacciones solo ocurren cuando se impone un potencial adecuado, generando una corriente originada por la transferencia de electrones entre los electrodos y las especies presentes en la solución (1).

Los métodos electroquímicos se fundamentan en medir la corriente en función del potencial, bajo condiciones que promueven la carga o polarización del electrodo de trabajo. Para favorecer esta polarización, los electrodos de trabajo suelen tener áreas superficiales muy pequeñas, generalmente de solo unos pocos milímetros cuadrados (2).

Las reacciones químicas heterogéneas que ocurren en la interfaz electrodo-solución debido a una diferencia de potencial entre dos electrodos se denominan electrólisis (2). Para que una reacción electroquímica tenga lugar, la especie electroactiva debe primero desplazarse desde el interior de la disolución hasta la interfase electrodo-solución, donde podrá ganar o perder electrones. Luego, los productos se alejan por difusión, tal como se muestra en la figura 1.

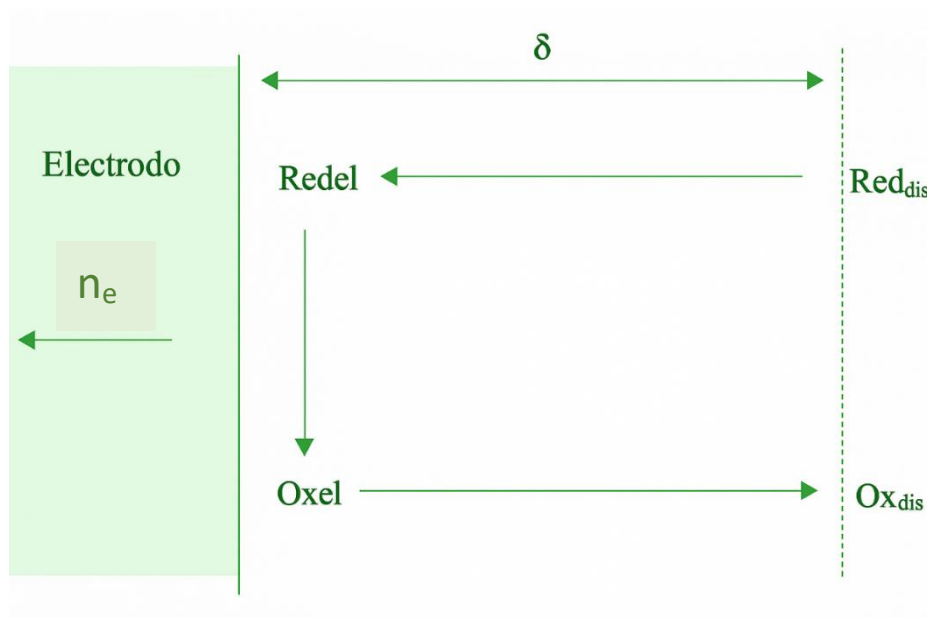


Fig. 1. Oxidación de una sustancia en un electrodo.

Celda electroquímica

En una celda electroquímica básica, como se muestra en la figura 2, la diferencia de potencial (ΔE) aplicada a la solución se controla entre el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia. Al mismo tiempo, la corriente generada durante la reacción se mide entre el electrodo de trabajo y el electrodo auxiliar. (1,3)

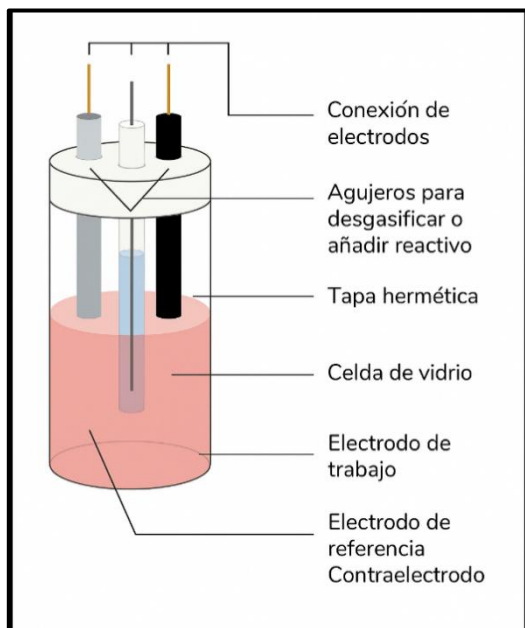


Fig 2. Esquema de una celda electroquímica

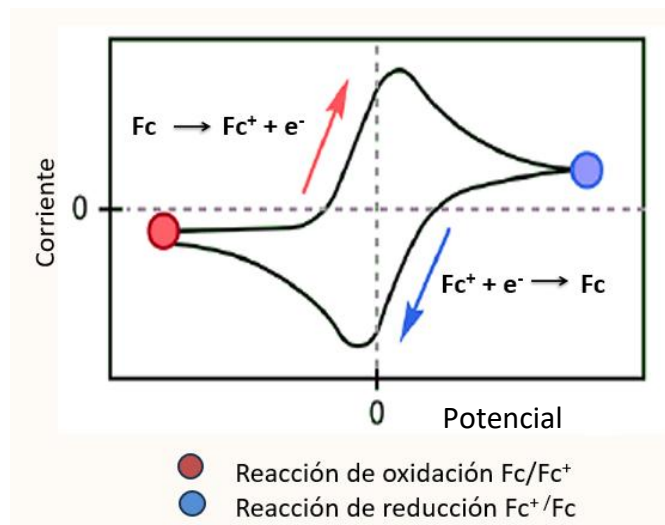


Fig 3. Voltamperograma cíclico clásico de una reacción electroquímica reversible.

4.1.2 Componentes en la electrosíntesis orgánica

El equipo básico para llevar a cabo una electrosíntesis incluye, como mínimo, una fuente de poder, un coulombímetro, un amperímetro, una celda electroquímica, electrodos y un sistema de agitación. A continuación, se presenta una breve descripción de los componentes más relevantes (4,5).

- **Fuente de poder:**

La fuente de poder es el equipo que suministra la diferencia de potencial necesaria para impulsar la reacción electroquímica. En general, la electrólisis puede efectuarse de dos modos: controlando el potencial o controlando la corriente.

En el método potencioestático (potencial controlado), se fija un voltaje determinado, lo que permite dirigir la reacción con mayor precisión, ya que solo se aplica la energía exacta para

que ocurra el proceso buscado. Sin embargo, este tipo de operación suele ser más lento y requiere fuentes más avanzadas y costosas.

Por otro lado, en el método galvanostático (corriente constante), no es necesario establecer un potencial definido. Aunque este enfoque puede ser menos selectivo, debido a que el potencial cambia durante el proceso es más rápido y se realiza con equipos más accesibles. Por ello, es el método preferido en aplicaciones industriales.

- **Electrodos**

Cuando la electrólisis se lleva a cabo bajo potencial controlado, es necesario emplear un potencióstato y un sistema de tres electrodos: cátodo, ánodo y un electrodo de referencia. En cambio, en un proceso galvanostático solo se requieren el cátodo y el ánodo. El electrodo de referencia sirve para proporcionar al potencióstato un valor estable que le permita fijar con precisión la diferencia de potencial durante el experimento.

El electrodo de trabajo, que puede actuar como cátodo o ánodo según el tipo de electrosíntesis, es especialmente importante porque en él ocurre la reacción del sustrato que se desea transformar. Para procesos de reducción, los materiales más comunes para fabricar un electrodo de trabajo son mercurio, plomo, estaño, níquel y carbono. En cambio, para oxidaciones suelen emplearse electrodos de platino, oro o carbón vitrificado.

- **Celda**

Al elegir una celda electroquímica para realizar una electrosíntesis, es fundamental considerar si esta cuenta o no con un separador entre las semiceldas (es decir, si se trata de una celda dividida o no dividida). Por lo general, dicho separador es una membrana semipermeable que evita que una misma sustancia entre en contacto con ambos electrodos, manteniendo así aisladas la semirreacción de oxidación y la de reducción. Esta separación ayuda a prevenir reacciones indeseadas; sin embargo, en ciertos casos se utilizan celdas no divididas, especialmente cuando se busca realizar síntesis apareadas, donde tanto la oxidación como la reducción contribuyen de forma útil al proceso global.

- **Disolventes y electrolitos soporte**

La mayoría de los compuestos orgánicos presentan baja solubilidad en agua, por lo que suele ser necesario emplear disolventes orgánicos poco polares o mezclas de éstos con agua para facilitar su disolución. En consecuencia, los electrolitos soporte utilizados deben ser solubles en estos medios y encontrarse en concentraciones superiores a 0.1 M, con el fin de asegurar un transporte de carga adecuado y una buena conductividad iónica. El tipo de disolvente, el electrolito soporte y, por supuesto, los electrodos seleccionados determinan

los potenciales límites alcanzables en el sistema (dominio de electroactividad), así como el potencial estándar en el que ocurre la transformación química (potencial condicional). De forma general, los electrolitos soporte más empleados son sales de amonio cuaternarias, como el tetrabutilamonio o el tetraetilamonio.

4.2 Electrosíntesis orgánica como un proceso verde

Los electrones actúan como reactivos fundamentales en las reacciones electroquímicas y se alinean con los principios de la química verde, ya que constituyen “reactivos limpios” para llevar a cabo procesos de oxidación y reducción. Esto contrasta con el uso de los agentes redox tradicionales, como LiAlH_4 , NaBH_4 , $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, H_2SO_4 o PCC, los cuales generan subproductos y residuos contaminantes. La electrosíntesis orgánica, por su parte, puede vincularse con al menos nueve de los doce principios de la química verde, como se detalla a continuación (6,7):

- Cuando se utilizan disolventes verdes como líquidos iónicos o microemulsiones, en la electrosíntesis el método se convierte en un proceso ecológicamente amigable.
- El uso de mediadores redox, brinda una opción importante de síntesis catalizadas, disminuyendo la energía utilizada y la producción de desechos químicos.
- La posibilidad de desarrollar directa o indirectamente electrólisis apareadas puede mejorar la economía atómica.
- El uso de materiales renovables como reactivos es totalmente consistente con la filosofía de la química verde.
- El monitoreo en tiempo real de las reacciones puede ser realizado gracias a la posibilidad de adaptar la celda de electrólisis para tomar pequeñas muestras y evaluar el grado de avance de la reacción, formación de productos o subproductos.
- La seguridad del operario es alta y la posibilidad de accidentes es reducida, debido a que se pueden generar in situ, reactivos que son sustancias peligrosas o tóxicas
- La producción de desechos puede ser reducida cuando los reactivos son estequiométricamente electrogenerados en la celda electroquímica.

Es fundamental promover la búsqueda de reacciones más ecológicas y sostenibles; en este sentido, la electroquímica ofrece un enorme potencial de aplicación dentro del campo de la síntesis orgánica. En la figura 4 se presenta un resumen que ilustra la relación entre los principios de la química verde y la electrosíntesis orgánica.



Fig 4. Electrosíntesis orgánica y su relación con los postulados de la química orgánica verde. (7)

4.3 Generalidades del árbol de clavo de olor

4.3.1 Características del árbol clavo de olor

El clavo de olor, de la especie *Syzygium aromaticum* (L.) Merrill et. Perry, pertenece a la familia Myrtaceae. La especie es autóctona de ciertas islas volcánicas de las Molucas del Norte en la parte oriental de Indonesia, donde se encuentran cultivadas (8).

El tamaño del árbol es mediano alcanza hasta 20 metros de altura y es de color verde. Este puede vivir hasta 100 años sin embargo existen registros de árboles de más de 350 años en Ternate. El diámetro del tronco puede alcanzar 50 cm en plantas productoras. Las hojas son muy aromáticas, de forma ovalada puntiaguda, dependiendo la variedad.

La flor es hermafrodita con un hipantio carnoso coronado por sépalos. El color de los cogollos sin abrir en la etapa inicial es generalmente verde, tornándose de color rosado cuando alcanzan su tamaño final, momento en el cual están listos para la cosecha, los

estambres todavía están dentro y cubiertos por los pétalos que forman la cabeza de los dientes secos.

4.4 Componentes del aceite esencial de clavo de olor

Los productos del clavo de olor son flores secas molidas y los aceites esenciales producidos, a partir de tallos, hojas o flores del clavo de olor.

El aceite de clavo es incoloro o amarillo pálido con el aroma y sabor característicos de clavo. En él hay una mezcla de diferentes compuestos, siendo los principales: Eugenol (76-89%), β -cariofileno (3-8%), α -humuleno (2.1%) y acetato de eugenilo (1-8%). La variación en los componentes y la composición depende de la variedad del árbol, condición agroecológica, pretratamientos, procesamiento y métodos de extracción. La estructura química de estos principales componentes se encuentra en la Fig. 5.

Hay tres tipos de aceites esenciales a partir del clavo de olor, cada uno tiene una composición química diferente y sabor:

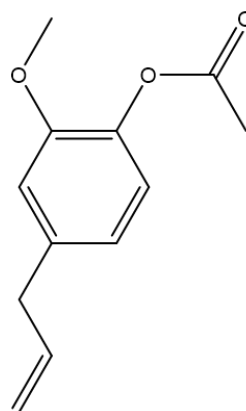
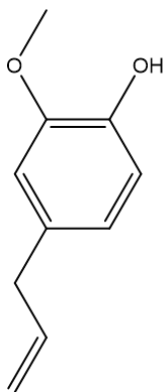
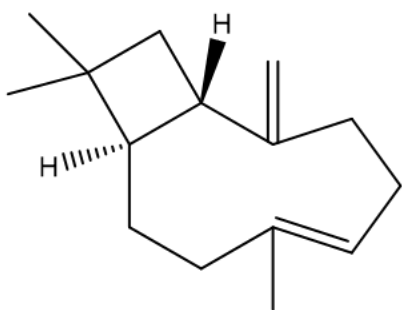
- **Aceite de la hoja de clavo** contiene eugenol (81,06% a 86,04%) y β -cariofileno (11,95% a 16,16%)
- **Aceite de flor de clavo** contiene eugenol (97,20% a 98,83%)
- **Aceite de tallo de clavo** contiene eugenol (81,13% a 84,44%) y acetato de eugenilo (11,60% a 15,02%).

Según la Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO), El principal productor de aceite de clavo de olor fue Indonesia con el 70% de producción mundial en 2005, seguido de Madagascar con la producción del 12 %, Tanzania 10 % y las Comoras 2.4 %.

La mayoría del clavo de olor producido se utiliza para kretek (un cigarrillo de clavo) fabricado en Indonesia y sólo alrededor del 10 % para otros fines como la artesanía, medicina, aromatizantes alimentarios, conservación de alimentos, fragancias y productos farmacéuticos. Esperando que el uso del clavo de olor aumente fomentando la tendencia al consumo de productos naturales. (9)

Tabla 1. Componentes identificados en el aceite de clavo de olor realizado en cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (32).

N°	Compuesto	Porcentaje (%)
1	Eugenol	88.58535
2	Acetato de eugenol	5.62086
3	β -Cariofileno	1.38830
4	2-Heptanona	0.93232
5	Hexanoato de etilo	0.66098
6	α -Humuleno	0.19985
7	Calacoreno	0.11437
8	Calameneno	0.10538
9	Humulenol	0.27527



β -Cariofileno

Eugenol

Acetato de eugenol

Figura 5. Estructuras químicas de productos más abundantes en el aceite esencial del clavo de olor

4.5. Técnicas de extracción del aceite esencial de clavo de olor

4.5.1. Destilación por arrastre de vapor

La destilación es un proceso físico de separación que usa el calentamiento de materiales líquidos hasta el punto donde uno o varios de sus componentes más volátiles pasan a la fase de vapor y, a continuación, enfriando este vapor, se pueden separar componentes líquidos a través de la condensación. Cuando se utiliza vapor saturado o sobrecalentado, producido externamente fuera del equipo principal, (caldera, autoclave de presión o un recipiente adecuado), el proceso se denomina destilación por arrastre de vapor. Procedimiento muy utilizado para extraer aceites esenciales de las flores, frutos, hojas, raíces, semillas y corteza de los vegetales, exponiendo sus desechos a la acción del vapor de agua. (10)

Instrumentación

La instrumentación básica consiste en un generador de vapor que sea capaz de interactuar con los componentes volátiles presentes en el material orgánico o muestra vaporizándolos y arrastrándolos en una corriente de vapor que se condensa cambiando de fase esta mezcla se recolecta y se le da el tratamiento adecuado para tener el componente de interés.

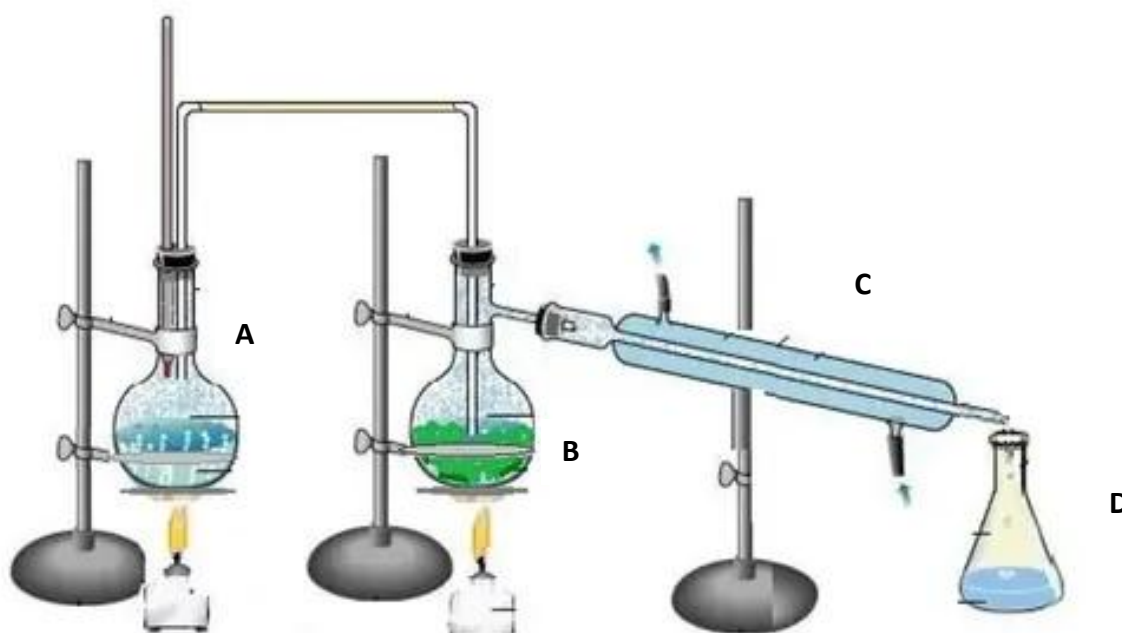


Figura 6. Instrumentación para destilación por arrastre de vapor.

- A) Fuente de vapor: Matraz con el disolvente utilizado para la extracción.
- B) Muestra: Matraz con la muestra.
- C) Condensador: Con entrada y salida de agua que permita condensar los vapores.
- D) Recipiente del producto: Contenedor donde es recibida la destilación.

4.5.2. Hidrodestilación asistida por microondas

Es un método que consiste en sumergir el material vegetal al agua y someterlo a la acción de la radiación de microondas, el agua se calienta hasta su punto de ebullición, libera los compuestos, por efecto de la presión de vapor; los compuestos volátiles en fase gaseosa son arrastrados hasta el condensador, en donde se forman dos capas, una rica en aceite y otra es acuosa, los cuales se separan por decantación.

El método de extracción asistida por la radiación de microondas presenta ventajas sobresalientes con respecto a las técnicas tradicionales de destilación, es un proceso muy rápido y relativamente económico y los productos obtenidos se encuentran libres de los productos de descomposición térmica y de contaminantes.



Figura 7. Instrumentación para la hidrodestilación por microondas.

4.6 Técnicas para caracterización fisicoquímica

4. 6.1. Cromatografía de gases

En el aceite esencial de clavo de olor se encuentra el eugenol entre otros compuestos y para determinar únicamente la cantidad de eugenol presente se puede realizar una separación mediante cromatografía de gases (CG), se inyecta y volatiliza una pequeña cantidad de muestra en una columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de un gas inerte, que constituye la fase móvil. Esta corriente de gas atraviesa la columna cromatográfica arrastrando así a los componentes de la muestra, que se van separando en función del grado en que interaccionan con la fase estacionaria. El orden de elución estará determinado por la volatilidad de los componentes. Los componentes separados emergen de la columna a intervalos discretos y pasan a través de un sistema de detección adecuado o serán dirigidos hacia un dispositivo de recogida de muestra (11).

Instrumentación

Los componentes fundamentales de un cromatógrafo de gases se muestran en la figura 8. Básicamente son la fuente de gas, el sistema de inyección, la columna cromatográfica y el horno, el detector y el sistema de registro.

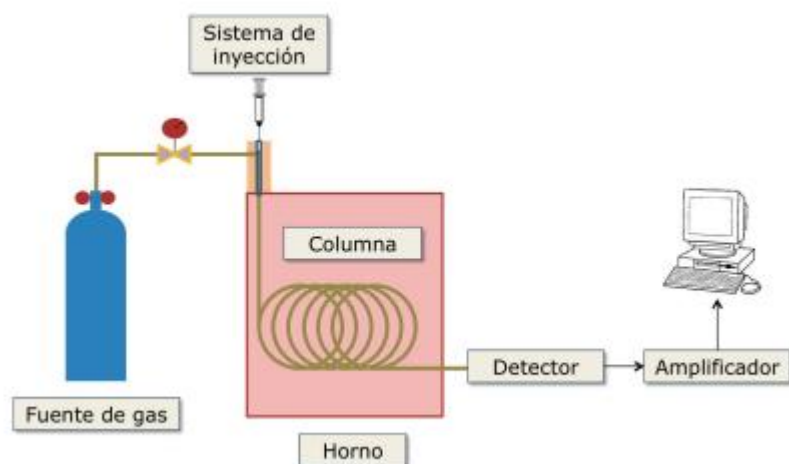


Figura 8. Esquema de cromatógrafo de gases.

La cromatografía de gases es una técnica analítica común usada en laboratorios, debido a su alta resolución, sensibilidad y selectividad. Esta ofrece mayor poder de resolución para compuestos orgánicos volátiles.

Se pueden medir tanto componentes mayoritarios como ultratrazas y el tiempo de análisis puede oscilar entre varios minutos, cuando las muestras poseen pocos componentes, a más de una hora cuando se analizan muestras muy complejas.

4.6.2. Espectroscopia infrarroja

La espectroscopía infrarroja (IR) se basa en la absorción por parte de la materia, de la radiación electromagnética de la región correspondiente a longitudes de onda de entre 780 nm (donde limita con la región visible) y 1 mm. Los fotones de la radiación IR son menos energéticos que los correspondientes a la región visible, y su absorción por parte de una especie química origina transiciones a estados vibracionales de mayor energía, dentro del estado electrónico en el que se encuentre dicha especie. Estos estados energéticos vibracionales engloban a su vez varios estados rotacionales, por lo que la absorción de IR origina bandas de cierta anchura (11).

La absorción de radiación IR se ve condicionada por la existencia de enlaces químicos covalentes que pueden oscilar con respecto a una posición de equilibrio, es decir, únicamente absorberán radiación IR especies moleculares, con la excepción de moléculas diatómicas homonucleares (por ejemplo, O₂, N₂, etc.). Cada grupo funcional absorberá a una o varias longitudes de onda características, correspondientes cada una de ellas a un modo de vibración diferente.

Instrumentación

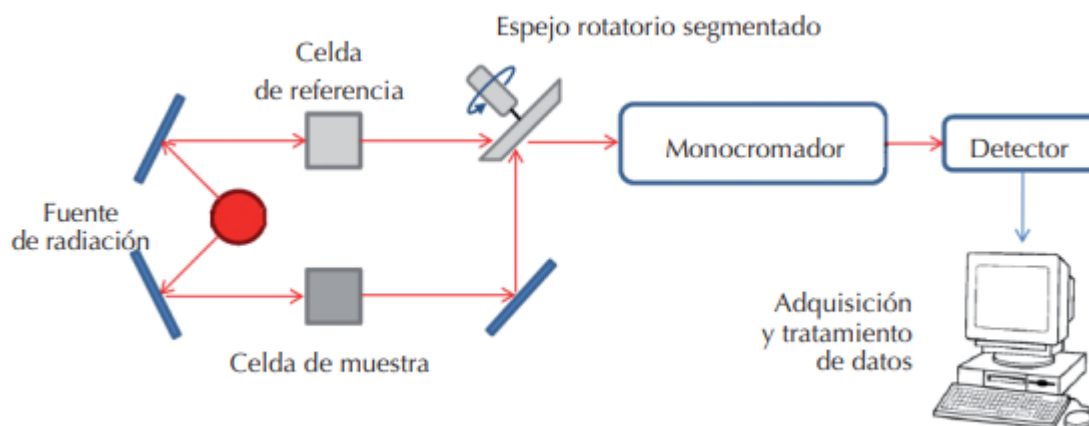


Figura 9. Instrumentación de la espectroscopia IR de instrumento dispersivo.

Los principales componentes de un espectrofotómetro de infrarrojo dispersivo son:

Fuente de radiación: Emisión de luz infrarroja.

Sistema dispersivo: es la parte del instrumento donde la luz policromática emitida por la fuente es convertida en haces monocromáticos y esta función se lleva a cabo por medio de un monocromador auxiliada por una o más rejillas de dispersión la cual es una superficie

uniformemente rayada para poder efectuar la separación esta será más selectiva mientras mayor sea el rayo de la misma.

Detector: Los detectores que comúnmente se utilizan convierten una señal incidente en una señal eléctrica proporcional dicha radiación es una señal alterna que es amplificada y medida.

Antecedentes sobre el comportamiento electroquímico del eugenol

Se ha demostrado que el eugenol al someterlo a síntesis electroquímica con electrodo de platino con un electrolito de NaClO_4 y en un medio de etanol puede formar un dimero llamado dehidrodieugenol, este dimero presenta características similares a las del eugenol con propiedades antioxidantes, antiinflamatorias, aunque sus aplicaciones no están tan investigadas como el eugenol.

4.7 Técnicas para caracterización electroquímica

4.7.1 Voltamperometría cíclica

Este método también es conocido como "espectroscopía electroquímica" debido a que los voltamperogramas que se obtienen son característicos y dan información inequívoca de las propiedades electroquímicas individuales de los sistemas redox.

Algunas técnicas electroanalíticas funcionan aplicando un potencial que cambia de forma continua en la interfase electrodo-disolución, mientras se registra la corriente generada en una solución que permanece en reposo. Bajo estas condiciones, durante la microelectrólisis el transporte de las especies electroactivas hacia el electrodo ocurre principalmente por difusión. Esto sucede porque, una vez que comienza la electrólisis, la concentración de la especie reactiva disminuye cerca de la superficie del electrodo, creando un gradiente de concentración que aumenta con el tiempo y que impulsa su movimiento por difusión. Este tipo de transporte de masa se conoce como régimen de difusión pura y es el que se emplea en el análisis de compuestos mediante voltamperometría cíclica (VC).

Un voltamperograma es una gráfica que muestra cómo varía la corriente generada en un sistema electroquímico (eje Y) cuando se aplica un barrido de potencial eléctrico (eje X). La dirección del barrido depende del tipo de reacción electroquímica que se quiera estudiar. Según la convención establecida por la IUPAC, las corrientes positivas indican que ocurre un proceso de oxidación, mientras que las corrientes negativas señalan una reacción de reducción (Fig. 3).

Instrumentación

- Celda de trabajo

La mayoría de los equipos usan una celda con tres electrodos:

- El de trabajo: que es donde tiene lugar las reacciones de interés y está construido de un material inerte, generalmente de platino, aunque también se puede utilizar de oro o carbón vitrificado.
- El electrodo de referencia: que tiene un potencial conocido, los más usados son el de calomel saturado (SCE) o de Ag/AgCl.
- El contraelectrodo o electrodo auxiliar: que generalmente es de platino u otro material inerte.

Este sistema permite minimizar errores de voltaje debido a caídas óhmicas a través de la solución. La celda presenta cinco orificios, tres de ellos para colocar los electrodos, uno por donde se puede introducir gas inerte si se requiere y el otro por donde se coloca el electrólito y la muestra que se va a analizar.

- Potenciostato

Los terminales de los tres electrodos utilizados son conectados a un potenciostato que es un instrumento que controla el potencial del electrodo de trabajo y mide la corriente resultante.

- Electrolito

Es una solución que se añade para evitar corrientes de migración debido al movimiento de las partículas cargadas en el campo eléctrico, y asegurar la conductividad.

Los electrólitos más usados en electroquímica son las sales de tetraalquilamonios debido a su conveniente solubilidad en solventes orgánicos, para soluciones acuosas hay mayor variedad de soluciones usadas, por ejemplo, soluciones tampón obtenidas a partir de un ácido débil y su base conjugada que nos permitan tener un *pH* fijo.

4.8 Aplicaciones del aceite esencial de clavo de olor

4.8.1. Aplicaciones alimentarias

Recientemente, los consumidores han aumentado su demanda de alimentos con alternativas naturales a los conservadores sintéticos, convirtiendo a los aceites esenciales en un sustituto ideal; sin embargo, el principal desafío de los aceites esenciales como conservantes de alimentos es cumplir con su actividad biológica sin ser percibidos por los consumidores.

En la industria de alimentos horneados se utiliza el aceite esencial de clavo para prevenir el deterioro y crecimiento de microorganismos patógenos como *Penicillium* spp., *Aspergillus* spp., *E. coli* y *S. aureus*. Su adición prolonga la vida útil sin afectar el aroma, sabor, la textura, apariencia o aceptabilidad de los consumidores. Asimismo, se ha reportado su uso en alimentos procesados listos para comer. Su actividad antioxidante proporciona protección contra la oxidación.

4.8.2 Aplicaciones en la salud

El aceite esencial de clavo de olor presenta actividad patógena como *E. coli*, *Salmonella*, *Klebsiella pneumoniae*, *Erwinia carotovora*, *Agrobacterium*, *Pseudomonas*, *S. aureus*, *Streptococcus*, *L. monocytogenes*, *Aspergillus*, *Penicillium*, *C. albicans* y levaduras; afecta la integridad de la membrana celular, lo que lleva a la muerte de los microorganismos; como antioxidante, promueve la protección contra radicales libres, los cuales están relacionados con enfermedades como el cáncer, la arteriosclerosis, la enfermedad de Alzheimer y Parkinson.

El aceite esencial de clavo ha demostrado altos niveles de repelencia y toxicidad en pulgas, pulgones, ácaros, hormigas, moscos y cucarachas. De igual modo, tiene efecto sobre sus huevos y larvas, mostrando una baja toxicidad en mamíferos, por lo que su aplicación es segura fuera y dentro del hogar (12,22).

5. METODOLOGÍA

5.1 Obtención del aceite esencial de clavo de olor con destilación por arrastre de vapor

Destilación por arrastre de vapor

Para la extracción del aceite esencial se empleó un sistema de destilación por arrastre de vapor compuesto por un matraz de fondo redondo (250 mL), Erlenmeyer (500 mL) como generador de vapor, condensador, conexiones de vidrio, manguera de hule, balón receptor y dos placas de calentamiento como fuente térmica.

Se procesaron 208.43 g de flor de clavo de olor, adquiridos en el mercado municipal del distrito de Aguilares, departamento de San Salvador. La muestra se sometió a un proceso de trituración con un mortero de ágata hasta un tamaño de partícula pequeño (fig. 8), se agregó en un matraz de 250 mL de fondo redondo donde se pusieron porciones de aproximadamente 40 g. El vapor se generaba por agua hirviendo usando una placa de calefacción. Este entraba en contacto con el material vegetal por medio de una manguera de hule. El aceite esencial y los vapores de agua fueron enfriados por medio de un

condensador convirtiéndolos en gotas líquidas que fueron colectadas en un balón de fondo redondo.

Extracción líquido-líquido

Se realizó el montaje para la extracción líquido-líquido con una ampolla de separación sostenida en un aro metálico y dos Beaker para colectar las fases separadas.

Teniendo el extracto o la fase orgánica de interés se agregó a la ampolla de separación dejando reposar, se le agregó NaCl diluido para mejorar la separación de las fases, extrayendo cuidadosamente la fase orgánica donde se encontraba el aceite esencial y depositándolo en un recipiente.

Al aceite esencial se le agregó sulfato de sodio como desecante, agregando este en una pipeta Pasteur con algodón y se colectó en un vial limpio y seco.

5.2 Caracterización fisicoquímica

-Densidad:

La medición de densidad con picnómetro es un método preciso y clásico para determinar la densidad de líquidos, como el aceite esencial de clavo de olor.

El picnómetro seco y limpio se pesó en una balanza analítica, luego se llenó con aceite esencial a temperatura ambiente asegurando que el nivel del líquido llegara al orificio de llenado y se pesó tomando en cuenta que el picnómetro tenía una capacidad para 2.184 mL.

-Espectroscopía Infrarroja

Con el espectrofotómetro infrarrojo, inicialmente se hizo un barrido y con el aceite esencial obtenido se agregaron entre 1 y 2 gotas sobre las placas de bromuro de potasio, colocándolas en el porta muestras y este en el espectrómetro donde se visualizó el espectro infrarrojo del aceite esencial con sus bandas características.

-Rendimiento

Partiendo de los gramos de clavo de olor seco triturados utilizados en la destilación y el volumen de aceite esencial obtenido por arrastre de vapor, con la densidad del aceite esencial se convierte a masa de aceite esencial obtenido.

5.3 Determinación del contenido de eugenol en el aceite esencial de clavo de olor.

Para este se realizó una estimación por medio de cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas con detector de impacto electrónico.

Haciendo dos inyecciones, una para el eugenol (utilizado como estándar) y la segunda para el aceite esencial de clavo de olor, las condiciones se detallan en la tabla 2 y 3.

Tabla 2. Condiciones para el cromatógrafo de gases:

Nombre	T° del horno	Volumen de inyección μL	Tiempo programado(min)
Eugenol	Programa de temperatura inicial: 80 °C por 5 min Rampa 1: 10 °C /min a 150 °C durante 5 min Rampa 2: 10 °C/min a 250 °C durante 10 min	4.5	37
Aceite esencial	Programa de temperatura inicial: 80 °C por 5 min Rampa 1: 10 °C /min a 150 °C durante 5 min Rampa 2: 10 °C/min a 250 °C durante 7 min	2.5	37

Tabla 3. Condiciones para el detector de masas

Código	Rango de masas (masa/carga)	Retraso del solvente	Tiempo (minutos)
Eugenol	41 – 250	0.00 – 2.5	2.5 – 41
Aceite esencial	15 – 250	0.00 – 2.5	2.5 - 41

Cuando se ha procesado cada inyección el sistema computacional del equipo da como respuesta los cromatogramas con los picos cromatográficos de cada componente presente en el eugenol y el aceite esencial.

Al tener los picos cromatográficos del aceite esencial de clavo de olor, en el mismo sistema computacional del equipo se generan las áreas de cada uno de ellos, siendo el del eugenol el pico cromatográfico más pronunciado el área de esto será A_1 y la suma de las áreas de todos los picos cromatográficos presentes será A_T y el eugenol presente en el aceite esencial estará dado por la siguiente relación:

$$Eugenol = \frac{A_1}{A_T} \times 100$$

5.4 Realización de voltamperometrías cíclicas con eugenol y aceite esencial de clavo de olor.

En una celda electroquímica se realizaron voltamperometrías cíclicas del eugenol y el aceite esencial de clavo de olor, utilizando perclorato de sodio (NaClO_4) 0.1 M, yoduro de potasio (KI) 0.1 M, bromuro de sodio (NaBr) como electrólitos soporte, agregando hidróxido de sodio (NaOH) 0.5 M como catalizador de la reacción. Los electrodos utilizados fueron: Ag/Ag^+ como referencia, electrodo de platino como contraelectrodo, y electrodo de carbón vítreo como electrodo de trabajo.

Los ensayos que se llevaron a cabo fueron los siguientes:

Tabla 4. Análisis electroquímico del aceite esencial de clavo de olor y eugenol.

Exp.	Etanol	NaOH	Electrolito soporte			Aceite esencial μL			Eugenol μL		
			NaClO_4	KI	KBr						
1	X	X	X						20	40	60
2	X		X			20	40	60			
3	X		X			20	40	60			
4	X	X		X		20	60	-			
5	X	X			X				100	200	300

Para la realización de cada uno de los experimentos anteriores se realizó el siguiente procedimiento:

1. Se burbujeó la celda con nitrógeno gaseoso durante 5 minutos y se trazó inmediatamente el voltamperograma.
2. Se agregó los μL de aceite esencial o eugenol y se burbujeó nuevamente la celda con nitrógeno durante 5 minutos y se trazó inmediatamente el voltamperograma.

Luego, se analizaron las curvas corriente-potencial obtenidas de los voltamperogramas para inferir sobre la viabilidad de seleccionar un electrolito soporte para la realización de los ensayos de electrosíntesis.

5.5 Ensayos de electrólisis

Los ensayos preliminares para la obtención del producto de dimerización dehidrodieugenol, fueron realizados en el equipo ElectraSyn 2.0 con las siguientes condiciones:

Tabla 5. experimentos y condiciones utilizadas para las electrolisis.

Exp.	Condiciones
1	10 mL Etanol, 0.1 M NaClO ₄ , 0.1 M de NaOH, 10 mA, 1 F/mol, electrodo carbón vitreo.
2	Experimento 1 variando: 20 mA, 1.5 F/mol.
3	Experimento 1 variando: 0.1M NaBr 20 mA, 1.5 F/mol.
4	Experimento 1 variando: 0.1 M KI, 20 mA, 1.5 F/mol.
5	Experimento 1 con aceite esencial, 20 mA, 1.5 F/mol.

Al tener la electrolisis finalizada se realizó una cromatografía de capa fina con una fase de hexano:acetato (70:30), comparando el eugenol, electrolisis y dehidrodieugenol sintetizado tradicionalmente y utilizado como estándar para verificar la formación de este en la electrolisis.

El producto de electrólisis fue tratado en dos etapas detalladas de la siguiente manera.

Etapla 1 Obtención del producto de reacción sólido:

- ✓ Se evaporó el etanol presente
- ✓ Al semisólido obtenido se le agregaron 20 mL de agua y se mezcló hasta disolver por completo y se pasó a una ampolla de separación.
- ✓ A la mezcla acuosa se le agregó 10 mL de acetato de etilo y se mezcló hasta obtener dos fases muy bien separadas.
- ✓ Se realizó la primera extracción obteniendo la fase orgánica y volviéndola a la ampolla de separación.
- ✓ Se agregó 10 mL de acetato de etilo mezclando muy bien hasta obtener dos fases y extraer la fase orgánica. Este paso se realizó 3 veces.
- ✓ Después de las extracciones se rotavaporó y se dejó secar hasta obtener el sólido.

Etapla 2 separación del dímero por columna

- ✓ Una bureta de 10 mL fue empaquetada con silica gel tamaño 70:230 con fase hexano: acetato de etilo (20:80).
- ✓ A la columna empaquetada se le agregó el compuesto seco, agregando fase y sacando fracciones.
- ✓ Realizando cromatografía en capa fina de cada extracción, hasta obtener únicamente el dehidrodieugenol.
- ✓ Se juntaron todas extracciones donde se encontraba únicamente el dehidrodieugenol, se rotavaporaron y se dejaron secar hasta formar un precipitado sólido.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Extracción del aceite esencial de clavo de olor

Con la figura 8 se ilustran los montajes de cómo se realizó la destilación por arrastre de vapor hasta la obtención del aceite esencial de clavo de olor.

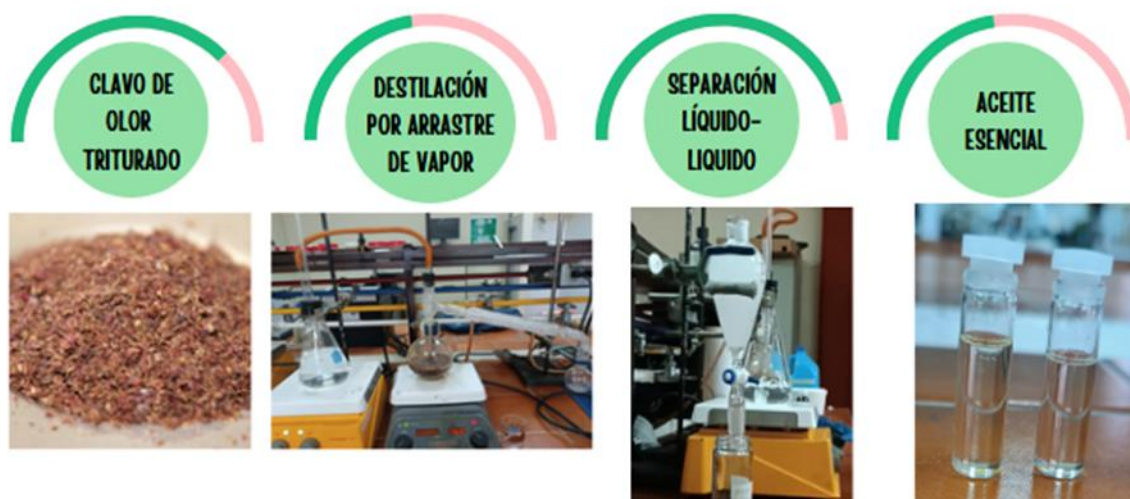


Fig 10. Resumen de extracción del aceite esencial de clavo de olor con destilación por arrastre de vapor.

De los 208.43 g de flor de clavo de olor seca y triturada se obtuvieron 8.3 mL de aceite esencial ya purificado.

Como comprobación que en el aceite esencial de clavo de olor entre sus componentes el mayoritario es el eugenol, se muestra en la (Fig 11) una cromatografía en capa fina del aceite esencial de clavo de olor obtenido (AC) y el estándar de eugenol (E), donde se puede visualizar que el eugenol se encuentra en mayor proporción.

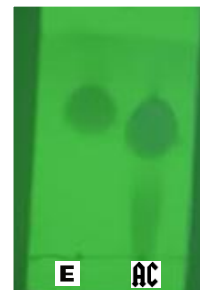


Fig 11. TLC aceite esencial y eugenol.

6.2 Caracterización fisicoquímica

- Densidad

Para el cálculo de la densidad medida con un picnómetro, se utilizó la siguiente fórmula:

$$\rho = \frac{m_{\text{lleno}} - m_{\text{vacío}}}{V}$$

Obteniendo los siguientes datos experimentales:

$$\rho = \frac{2.2981g}{2.184 mL} = 1.0522 g/mL$$

El aceite esencial de clavo de olor presentó una densidad mayor que la densidad del agua lo que hacía que el aceite esencial se fuera al fondo de la ampolla de separación.

- Rendimiento

El rendimiento de extracción de aceite esencial de clavo de olor depende de varios factores, como el método de extracción, el tipo y estado del material vegetal, el tiempo y la temperatura del proceso, y la calidad de la materia prima.

A continuación, se detalla el rendimiento obtenido para la extracción con arrastre de vapor:

Al medir se obtuvieron 8.3 mL de aceite esencial extraído, con la relación de densidad se obtuvieron 8.7332 gramos de aceite esencial extraído y se hizo el siguiente cálculo:

$$Rendimiento = \frac{g \text{ aceite esencial}}{g \text{ clavo seco}} \times 100\%$$

$$\frac{8.7332 g}{208.43 g} \times 100 = 4.18\%$$

-Espectroscopia infrarroja

El espectro infrarrojo (IR) del aceite esencial de clavo de olor (principalmente constituido por eugenol) muestra bandas características que permiten identificar sus grupos funcionales principales.

A continuación, tenemos sus bandas más importantes:

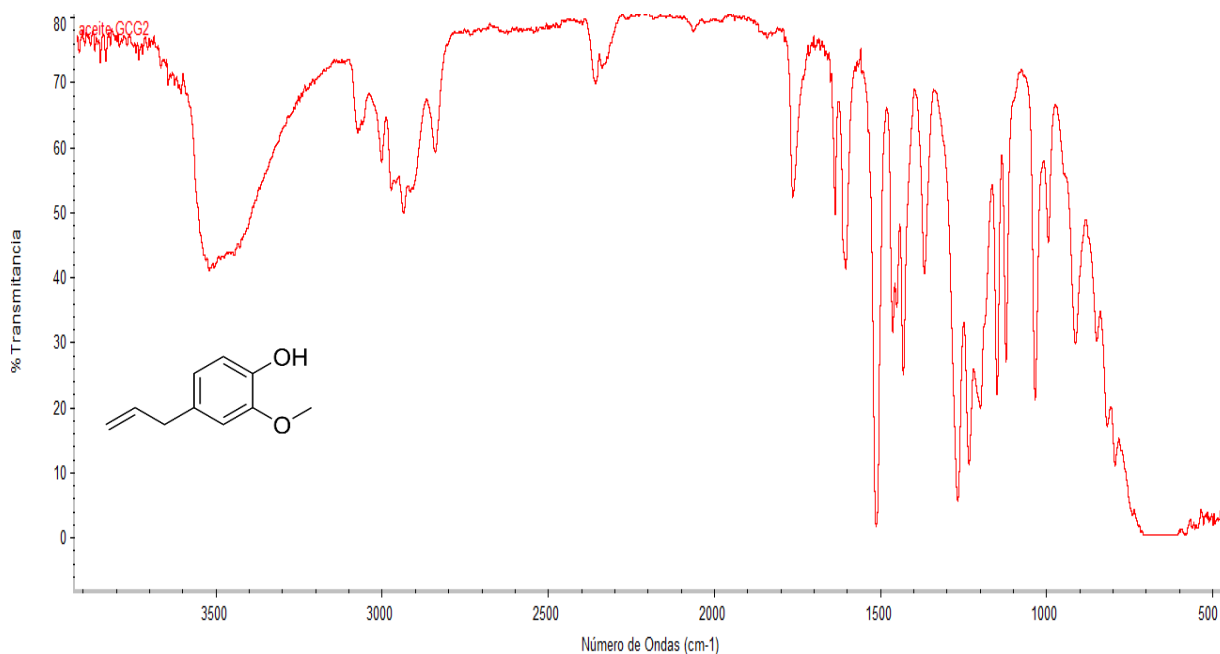


Figura 12 Espectro infrarrojo del aceite esencial de clavo de olor obtenido por arrastre de vapor.

La molécula eugenol presenta:

- Un anillo aromático
- Un grupo hidroxilo fenólico
- Un grupo éter
- Una cadena alílica

Tabla 6. Descripción de grupos funcionales en el espectro IR del aceite esencial de clavo de olor.

Región cm^{-1}	Vibración	Grupo funcional
3400 – 3200	OH (fenol)	Banda ancha e intensa por los puentes de hidrógeno.
1640 – 1630	Doble enlace alílico	Banda media
1230 – 1260	O-CH ₃ (éter)	Banda fuerte
1500 – 1600	Anillo aromático	Banda fuerte

6.3 Determinación del contenido de eugenol en el aceite esencial

Con el análisis realizado por cromatografía de gases con detector de masas se obtuvieron las señales cromatográficas en primer lugar del eugenol (Fig 13 A) donde se identificó el tR en 16.86 y de los componentes presentes en el aceite esencial (Fig 13 B), dando como resultado que el principal componente es el eugenol comprobado con la señal cromatográfica del eugenol.

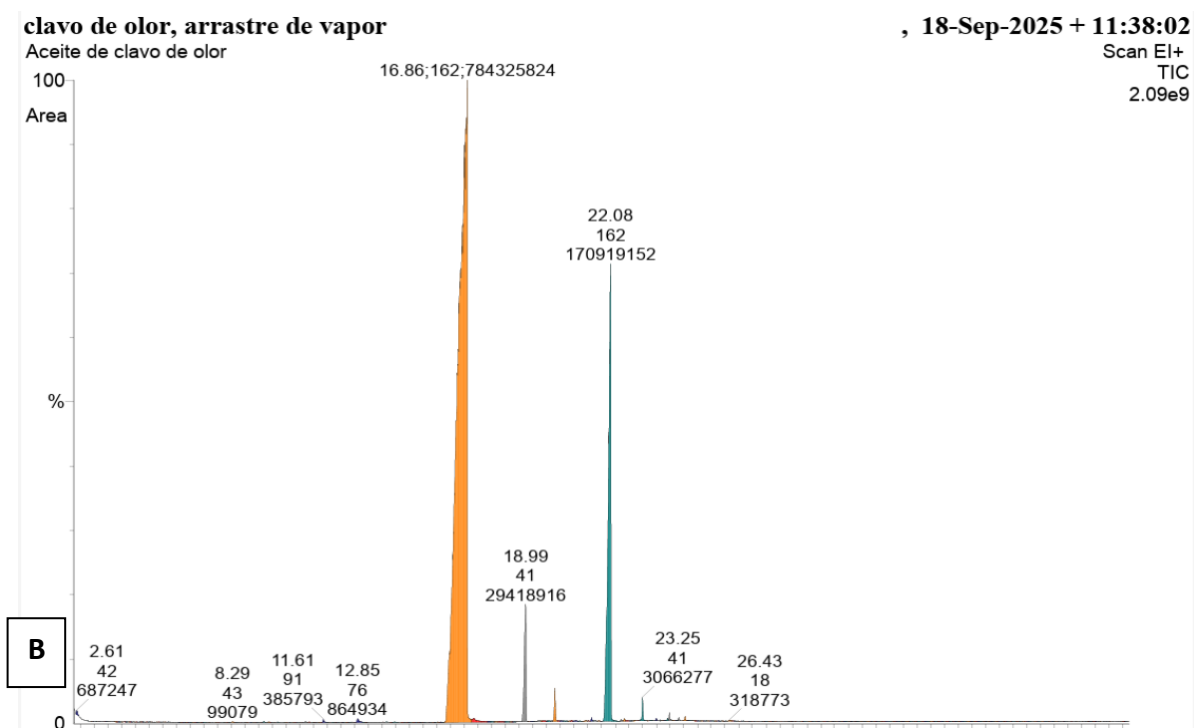
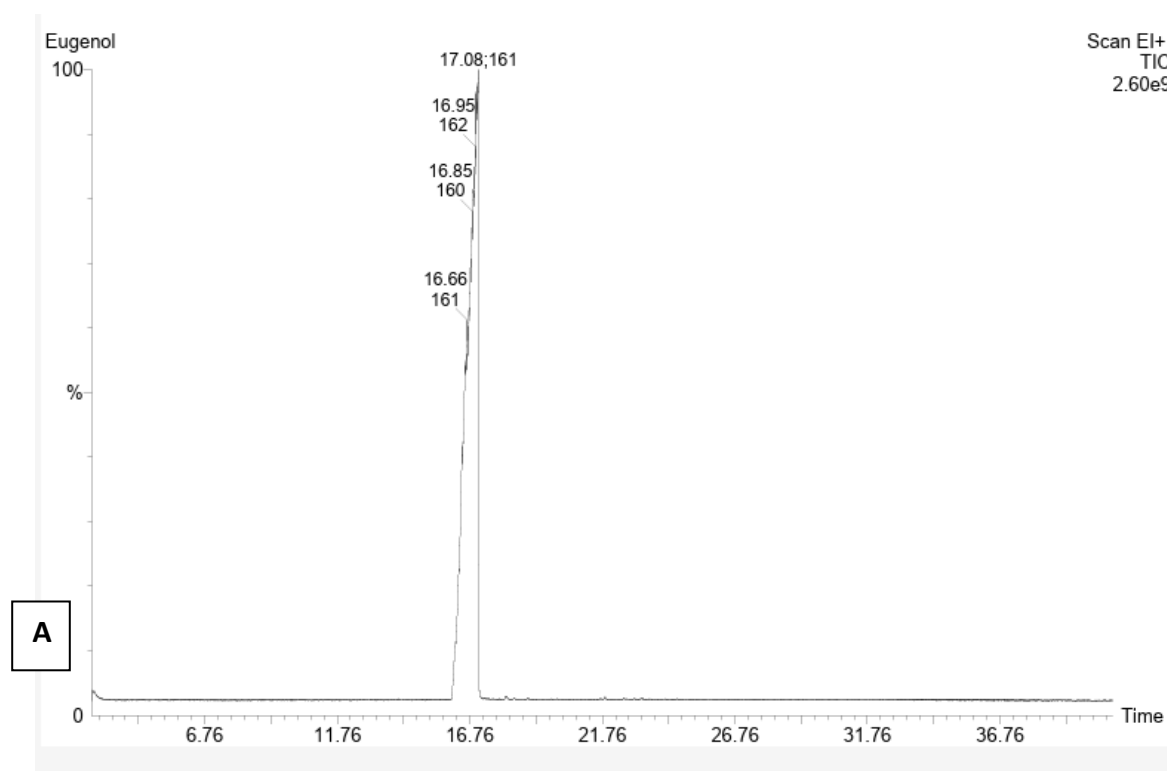


Figura 13. A: Cromatograma del eugenol pico con tR 16.86. B: Cromatograma con las áreas de los componentes representativos en el aceite esencial de clavo de olor.

Teniendo:

$$Eugenol = \frac{784325824}{990085995} \times 100 = 79.21\%$$

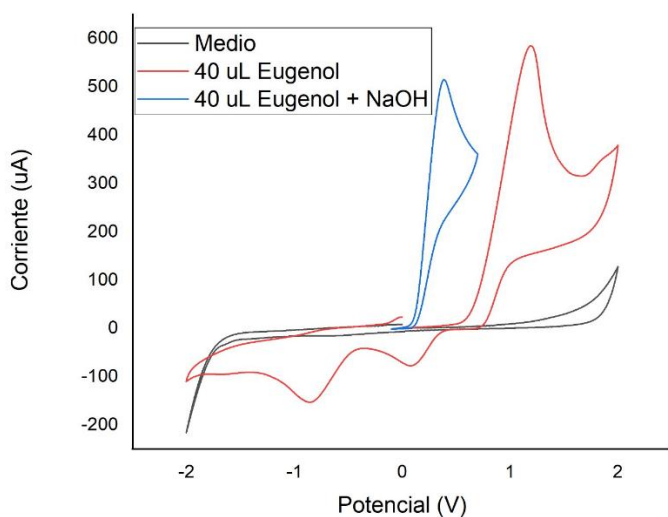
El contenido de eugenol presente en el aceite esencial es el principal dentro de todos los componentes presentes.

6.4 Voltamperometrías cíclicas con eugenol y aceite esencial de clavo de olor.

En una celda electroquímica se realizaron voltamperometrías cíclicas, empleando las condiciones generales que se detallan en la metodología. Los voltamperogramas que se obtuvieron se muestran a continuación:

En primer lugar, se realizó un estudio de voltamperometría cíclica del eugenol con NaClO_4 en medio neutro y en medio básico, para estudiar la influencia de un medio básico en el proceso de oxidación del fenol. Al realizar la voltamperometría en medio neutro (figura 14, línea roja) se observa que la señal de oxidación se sitúa en un potencial cercano a los 1.50 V.

En contraste, al utilizar en equivalente de NaOH con eugenol la reacción de oxidación del eugenol es desplazada a los potenciales cercanos a cero. Esto se puede explicar, debido a



que esta base logra convertir al fenol en fenoxido, que es una especie más rica en electrones, y por lo tanto, es más fácil de oxidar. La disminución del potencial de oxidación, al utilizar la base como catalizador permite llevar a cabo la reacción deseada con una menor inversión de energía.

Fig 14. Voltamperograma cíclico del comportamiento electroquímico del eugenol.

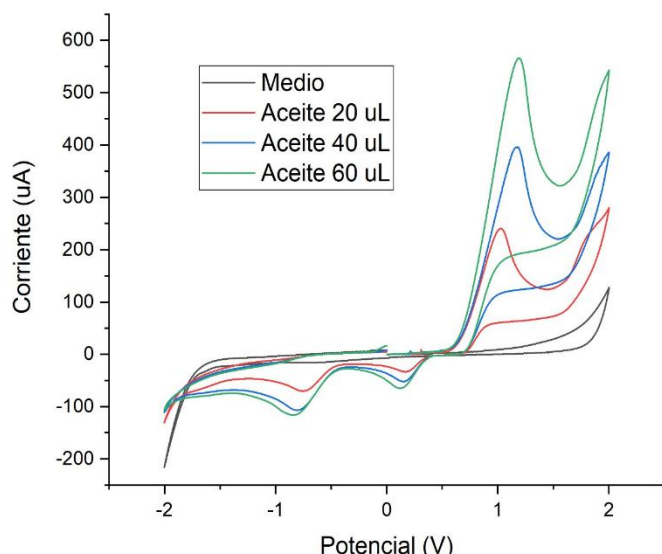


Fig 15. Voltamperograma cíclico del comportamiento electroquímico del aceite esencial de clavo de olor.

Al realizar los voltamperogramas con medio NaClO_4 correspondientes al aceite esencial de clavo de olor, permiten observar una señal oxidación irreversible a un valor de potencial cercano a 1.50 V, que se puede asignar a la oxidación del eugenol. Al agregar aceite esencial se evidencia un aumento

en la intensidad de la corriente a medida se aumenta la concentración del mismo. La barrera de oxidación del medio permite observar el comportamiento anódico sin problemas. Se observan dos señales de reducción aproximadamente a un potencial de 0.30 V y -1.5V aproximadamente. Se considera que estas condiciones son adecuadas para observar sin interferencias la oxidación del eugenol. (irreversible)

Se realizaron voltamperogramas con KBr y KI, sin embargo, este formó un depósito en el electrodo lo cual no permitía la visualización de la oxidación del eugenol, por lo cual no se presentan estos ensayos.

6.5 Ensayos de electrólisis

Se realizaron distintos experimentos de electrólisis del aceite esencial de clavo de olor y el eugenol en las condiciones generales que se detallaron en la metodología, cambiando en cada uno la corriente aplicada, la carga. El proceso fue monitoreado por Cromatografía en Capa Fina durante cada reacción, utilizando como eluyente una mezcla de hexano: acetato en proporción 70:30; las placas cromatográficas fueron reveladas con lámpara UV. Dicho seguimiento permitió identificar la desaparición gradual del eugenol que se identificó con un $R_f=0.5$, y la formación del producto dehidrodieugenol.

En las electrólisis realizadas siempre hubo un remanente de eugenol que no se consumió en la reacción, por lo que se realizó una separación por columna, monitoreada por Cromatografía en Capa Fina colectando únicamente las fracciones donde se encontraba el producto de dimerización.

En la tabla 7 se detalla cada ensayo de electrólisis obtenido y el rendimiento del producto dehidrodieugenol.

Tabla 7. Resultados de ensayos de electrólisis realizadas

Ensayos de electrólisis preparativa del eugenol y aceite esencial		
 <chem>COc1ccc(C=C)cc1O</chem> 1 $\xrightarrow[-2e^-, -2H^+]{\text{Etanol, NaOH (0.1M)}}$ <chem>COc1ccc(C=C)cc1O-c2ccc(C=C)cc2O</chem> 2 (Dimero)		
Exp.	Condiciones	% 2
1	10 mL Etanol, 0.1 M NaClO ₄ , 0.1 M de NaOH, 10 mA, 1 F/mol.	6.0%
2	Experimento 1 variando: 20 mA, 1.5 F/mol.	6.8%
3	Experimento 1 variando: 0.1M NaBr 20 mA, 1.5 F/mol.	-
4	Experimento 1 variando: 0.1 M KI, 20 mA, 1.5 F/mol.	-
5	Experimento 1 con aceite esencial, 20 mA, 1.5 F/mol.	12%

Con los resultados obtenidos de los ensayos, el experimento 1 y 2 tuvieron mayor formación del dímero dehidrodieugenol, los ensayos realizados con NaBr y KI se observó la formación de muchos productos de electrólisis lo cual se tomó como una mezcla compleja difícil de separar por columna.

Partiendo que el experimento 2 tuvo mejor rendimiento de dehidrodieugenol, se tomaron estas condiciones para realizar el ensayo con el aceite esencial de clavo de olor, teniendo un rendimiento mayor que los ensayos realizados con el eugenol, es decir hubo mayor formación de dehidrodieugenol.

A partir de estos ensayos se aisló un sólido mediante separación en columna. A dicho compuesto se le realizó un análisis por espectrometría de masas, obteniéndose el siguiente espectro detallado en la figura 16.

El espectro de masas obtenido para el sólido aislado muestra un pico intenso en m/z 326, el cual se asigna al ion molecular del analito. Esta señal confirma un peso molecular aproximado de 326 g/mol, consistente con la estructura propuesta para el dehidrodieugenol, producto dimérico derivado del eugenol tras el proceso de electrólisis.

Además del ion molecular, el espectro presenta una serie de fragmentos de menor intensidad que reflejan patrones de fragmentación característicos de compuestos fenólicos con cadenas alquílicas. Entre los fragmentos de mayor relevancia se identifican señales en m/z 297, 253, 244 y 221, las cuales pueden atribuirse a pérdidas sucesivas de grupos funcionales presentes en el dimero, tales como fragmentaciones en la cadena propílica y rupturas en el enlace que une las dos unidades aromáticas. Estos iones son coherentes con procesos de deshidrogenación, escisión del enlace C–C central y reordenamientos internos típicos en la ionización por impacto electrónico de fenoles sustituidos.

En la zona de bajo peso molecular aparecen fragmentos comunes en espectros de compuestos aromáticos, destacando m/z 91, 77, 55 y 41, correspondientes a cationes estabilizados como el ion tropilio y fragmentos alquílicos simples. Estos iones aportan evidencia adicional de la presencia de núcleos aromáticos sustituidos en la estructura del compuesto.

La presencia de un ion molecular bien definido, acompañada de un patrón de fragmentación de la ruptura progresiva de un fenol dimérico, respalda la identificación del compuesto aislado como dehidrodieugenol. Esta interpretación basada con la masa molecular esperada y con los mecanismos de fragmentación reportados para compuestos derivados del eugenol.

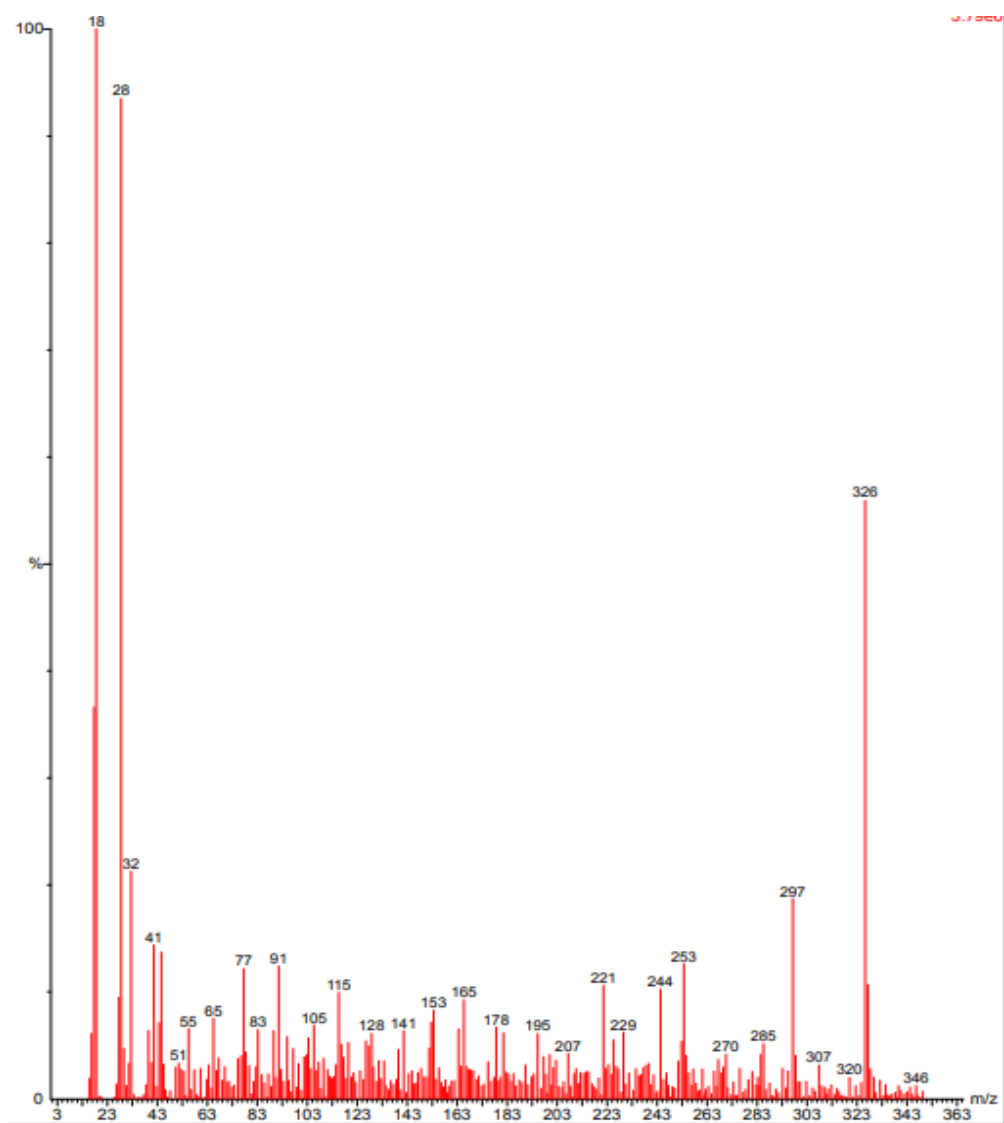


Fig 16. Espectro de masas del producto de electrólisis atribuido al dehidrodieugenol.

7. CONCLUSIONES

- El método de extracción por arrastre de vapor utilizado para obtener el aceite esencial de clavo de olor demostró ser eficiente y de fácil implementación en el laboratorio, obteniendo un rendimiento de 0.041 g de aceite esencial/ g de flor de olor.
- Se comprobó la identidad del aceite esencial del clavo de olor mediante el dato de densidad medido experimentalmente de 1,0522 g/ml, las bandas características de absorción en el infrarrojo y el porcentaje de eugenol en el aceite esencial del clavo de olor con un valor de 79,21% por GC/MS.
- Haciendo uso de voltamperometrías cíclicas se identificaron las señales características de oxidación (1.5 V) y de reducción del eugenol y del aceite esencial. Se evidenció que la presencia de base (NaOH), convierte el fenol en fenoxido esta siendo una especie más fácil de oxidar por lo cual involucra menos inversión de energía.
- El análisis electroquímico preliminar, permitió identificar la viabilidad el uso de electrolitos soporte para los ensayos de electrólisis, demostrando que el KBr y el KI, podrían presentar problemas de depósito en el electrodo, siendo el medio con NaClO₄ el más adecuado para la electrosíntesis con aceite esencial de clavo de olor y así obtener de manera eficiente el dímero dehidrodieugenol.
- El producto de electrolisis aislado, fue caracterizado por cromatografía de gases acoplado a masas, resultando un espectro de masas con las características del dímero dehidrodieugenol.
- Los rendimientos del dímero obtenidos fueron moderados, este presenta actividades biológicas muy importantes, así como propiedades anticancerígenas muy demandadas en la actualidad, optimizando las variables de este método sería una ruta viable de síntesis, teniendo en cuenta que la electroquímica promueve los principios de la química verde, permitiendo realizar síntesis de compuestos de manera más sostenible y con menor impacto ambiental.

8. BIBLIOGRAFIA

- 1 Sanchez Botanero, P.; *Química Electroanalítica. Fundamentos y Aplicaciones*. Editorial Síntesis: España; 2003.
2. Skoog, DA.; Holler, FJ.; Crouch, SR. *Principles of instrumental analysis*. Sexta Edición.; Belmont, CA: Thomson Brooks/Cole; 2007.
3. Elgrishi, N.; Rountree, KJ.; McCarthy, BD.; Rountree, ES.; Eisenhart, TT.; Dempsey, JL. *A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry*. Journal of Chemical Education. 2018; 95(2):197–206.
4. Scholz, F.; Bond, AM. *Electroanalytical methods: guide to experiments and applications*. Segunda Revisión. Heidelberg; New York: Springer; 2010.
5. Frontana-Uribe, BA. *Síntesis orgánica electrolizando moléculas*. Química Central. 2010; 3(2): 33-42.
6. Anastas, PT.; Bartlett, LB.; Kirchhoff, MM.; Williamson, TC. *The role of catalysis in the design, development, and implementation of green chemistry*. Catalysis Today. 2000; 55(1–2):11–22.
7. Frontana-Uribe, BA.; Little, RD.; Ibanez, JG.; Palma, A.; Vasquez-Medrano, R. *Organic electrosynthesis: a promising green methodology in organic chemistry*. Green Chemistry. 2010;12(12):2099 - 2119.
8. Rahal El Kahkahi, M., Moustaine, M., & Zouhair, R. (2025). *Syzygium aromaticum: A Comprehensive Review of Its Phytochemical Composition and Pharmacological Properties*. *Journal of Biochemistry International*, 12(1), 146–158.
9. Hanoch Julianus Sohila. (2015). *Chemical Composition of the Essential Oils in Eugenia caryophyllata, Thunb from Amboina Island*. *Science Journal of Chemistry*, 3(6), 95-99.
10. Sosa, S., Petrović, S., & Lazić, M. (2022). *Steam distillation for essential oil extraction: An evaluation of technological advances based on an analysis of patent documents*. *Sustainability*, 14(12), 7119.
11. Bermejo Moreno, R., & Moreno Ramírez, A. (2014). *Análisis instrumental*. Madrid.
12. Maggini, V., Semenzato, G., Gallo, E., Nunziata, A., Fani, R., & Firenzuoli, F. (2024). *Antimicrobial Activity of Syzygium aromaticum Essential Oil in Human Health Treatment*. *Molecules*, 29(5), 999.
13. Aguilar-González A, López-Malo A. Extractos y aceite esencial del clavo de olor (*Syzygium aromaticum*) y su potencial aplicación como agentes antimicrobianos en alimentos. *Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos*. 2013;7(2):35-41.

14. Bora PK, Kemprai P, Samia BR, Bharali P, Mondal A, Haldar S. Mushroom based biocatalyst for the synthesis of dehydrodieugenol from clove oil: A potent cytotoxic agent. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*.
15. Haro-González JN, Castillo-Herrera GA, Martínez-Velázquez M, Espinosa-Andrews H. Clove Essential Oil (*Syzygium aromaticum* L. Myrtaceae): Extraction, Chemical Composition, Food Applications, and Essential Bioactivity for Human Health. *Molecules*. 2021 Oct;26(21):6387. doi: 10.3390/molecules26216387.
16. Shahbazi Antioxidant, antibacterial, and antifungal properties of nanoemulsion of clove essential oil. *Nanomedicine Research Journal*. 2019;4(4):204–208. doi: 10.22034/nmrj.2019.04.001.
17. Skoog DA, Holler FJ, Crouch SR. Principios de análisis instrumental. 6ª ed. México: Cengage Learning; 2007.
18. Universidad de Pamplona. Laboratorio de Productos Naturales: Hidrodestilación de Aceites Esenciales [Internet]. Pamplona: Universidad de Pamplona; 2020 [citado 2025 Feb 27]. Disponible en: https://www.unipamplona.edu.co/unipamplona/portallG/home_154/recursos/general/11092020/labproductosnaturaleshidrodis2.pdf.
19. Vargas RR, Pardini VL, Viertler H. Electrosynthesis of γ -asarone. *Tetrahedron Letters*.
20. Vazquez A. Clavo de olor y su aceite esencial: aplicaciones en alimentación y salud - INVDES. INVDES. 2023 Jun 23.
21. Vargas, R. R., Pardini, V. L., & Viertler, H. (1989). *Electrosynthesis of γ -asarone. Tetrahedron Letters*, 30(31), 4037–4040.
22. Myint, S., Wan Daud, W. R. W., Abu Bakar Mohamad, A., & Kadhum, A. A. H. (1996). Gas chromatographic determination of eugenol in ethanol extract of cloves. *Journal of Chromatography B: Biomedical Applications*, 679(1), 193–195.
23. Sohilaith, H. J., Kainama, H., & Kaihena, M. (2023). *Chemical composition and antioxidant activities of the essential oils of Eugenia caryophyllata from Northern Buru Island, Moluccas. BioResources*, 18(4), 7551–7565.
- 24 Schäfer, H. J. (2011). *Contributions of organic electrosynthesis to green chemistry. Comptes Rendus. Chimie*, 14(7-8), 745–765
25. Yan, M., Kawamata, Y., & Baran, P. S. (2017). *Synthetic organic electrochemical methods since 2000: On the verge of a renaissance. Chemical Reviews*, 117(21), 13230–13319.
26. Wiebe, A., Gieshoff, T., Möhle, S., Rodrigo, E., Zirbes, M., & Waldvogel, S. R. (2018). *Electrifying organic synthesis. Angewandte Chemie International Edition*, 57(35), 5594–5619.

27. Sandford, C., Edwards, M. A., Klunder, K. J., Hickey, D. P., Li, M., Barman, K., Sigman, M. S., White, H. S., & Minter, S. D. (2019). *A synthetic chemist's guide to electroanalytical tools for studying reaction mechanisms*. *Chemical Science*, 10(26), 6404–6422.
28. Kingston, C., Palkowitz, M. D., Takahira, Y., Vantourout, J. C., Peters, B. K., Kawamata, Y., & Baran, P. S. (2020). *A survival guide for the "electro-curious"*. *Accounts of Chemical Research*, 53(3), 72–83.
29. Schotten, C., Nicholls, T. P., Bourne, R. A., Kapur, N., Nguyen, B. N., & Willans, C. E. (2020). *Making electrochemistry easily accessible to the synthetic chemist*. *Green Chemistry*, 22(11), 3358–3375.
30. Asano, A., & Gisvold, O. (1954). *The synthesis of some effective antioxidants and antiseptics*. *Journal of the American Pharmaceutical Association*, 43(1), 15–19.
31. Núñez, M. J., Martínez, M. L., López-Arencibia, A., Bethencourt-Estrella, C. J., San Nicolás-Hernández, D., Jiménez, I. A., Lorenzo-Morales, J., Piñero, J. E., & Bazzocchi, I. L. (2021). *In vitro susceptibility of kinetoplastids to celastrols from Maytenus chiapensis*. *Antimicrobial Agents and Chemotherapy*, 65(6), e02236–20.
32. Wiebe A, Gieshoff T, Möhle S, Rodrigo E, Zirbes M, Waldvogel SR. Electrifying Organic Synthesis. *Angew Chemie - Int Ed*. 2018;57(20):5594–619.
33. The chemical composition and biological activity of clove essential oil — Chaieb K., Hajlaoui H., Zmantar T. et al. (2007), *Phytotherapy Research* 21: 501–506.