



# Sintesi, caratterizzazione e microincapsulazione del dimeticone butirrato

Paola Turtoro

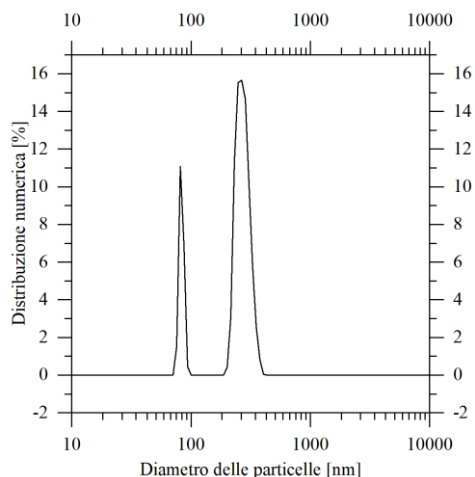
## Abstract

Il polidimetilsilossano (PDMS), noto anche come dimetilpolisilossano o dimeticone, è un polimero siliconico con una vasta gamma di utilizzi, dalla cosmetica alla lubrificazione industriale. Gli esteri del PDMS (poliesteri siliconici) sono ampiamente utilizzati quali additivi nei prodotti per la cura della persona, donando proprietà uniche ai capelli e alla cute.

L'obiettivo principale del presente lavoro è quello di sintetizzare e di caratterizzare il dimeticone butirrato (PDMS-But). Tale molecola ha il grande vantaggio di racchiudere in sé le numerose proprietà benefiche delle due molecole di partenza, tra cui quelle texturizzanti ed emollienti del PDMS e quelle antinfiammatorie dell'acido butirrico. Il dimeticone butirrato è stato sintetizzato mediante esterificazione del "Poly(dimethylsiloxane), bis(hydroxyalkyl) terminated", un derivato del PDMS, con l'acido butirrico. Per quantificare la resa di reazione, sono stati investigati diversi metodi analitici al fine di riuscire a individuare e quantificare il dimeticone, l'acido butirrico e il dimeticone butirrato. In particolare, si è dimostrato che il metodo HPLC-RID risulta adeguato alla quantificazione del PDMS e del PDMS-But, ma non ne consente la discriminazione. Tale metodo non può quindi essere utilizzato per monitorare la reazione di esterificazione, che può invece essere analizzata quantificando l'acido butirrico mediante titolazione.

Inoltre, per garantire maggiore stabilità alla molecola e veicolarla, il dimeticone butirrato è stato microincapsulato all'interno di vescicole liposomiali, ricorrendo alla tecnica simil-microfluidica. La bontà del processo di microincapsulazione è stata studiata andando a quantificare le dimensioni dei liposomi prodotti e la quantità di dimeticone butirrato inglobato al loro interno. In particolare, il metodo HPLC-RID non si è rivelato idoneo a quantificare il PDMS-But in soluzioni acqua-isopropanolo e quindi, il monitoraggio dell'efficienza di incapsulamento è stato effettuato analizzando il residuo fisso del permeato ottenuto dall'ultrafiltrazione della nanosospensione.

b.



c.

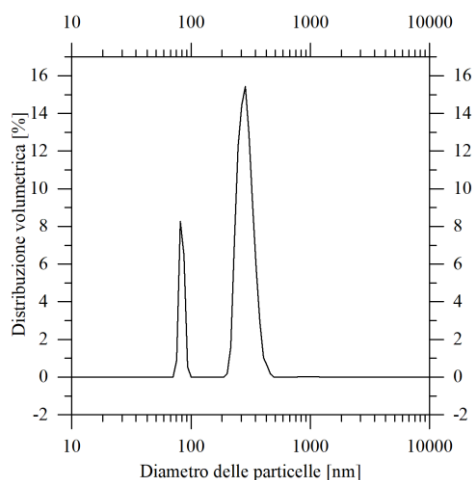


Figura 14. Risultati ottenuti con DLS: (a) distribuzione di intensità; (b) distribuzione numerica; (c) distribuzione volumetrica.

Da queste analisi risulta che le dimensioni dei liposomi prodotti, incapsulanti il dimeticone butirrato, sono principalmente comprese tra i 250 nm e i 300 nm.

#### 4. Conclusioni

Dai vari studi e i relativi dati raccolti è stato possibile concludere che il dimeticone butirrato (PDMS-But), estere di interesse in questo lavoro, è stato prodotto con successo ricorrendo all'esterificazione del *Poly(dimethylsiloxane), bis(hydroxyalkyl) terminated* con acido butirrico e impiegando acido solforico come catalizzatore.

La quantificazione dell'estere prodotto è stata effettuata ricorrendo a titolazione acido-base in quanto la tecnica HPLC-RID sviluppata si è dimostrata inadatta non essendo capace di discriminare tra PMDS e il suo estere. I risultati di questa analisi hanno evidenziato una elevata conversione dell'acido butirrico, il cui valore si aggira intorno al 90%, come confermato da studi più approfonditi.

La produzione dei liposomi incapsulanti il PDMS-But è

stata possibile ricorrendo alla tecnica simil-microfluidica. La caratterizzazione dei liposomi prodotti è stata effettuata ricorrendo ad analisi con Dynamic Light Scattering. Dai dati raccolti al DLS si ricava che le vescicole liposomiali inglobanti il dimeticone butirrato hanno dimensioni principalmente comprese tra i 250 nm e i 300 nm.

La nanosospensione liposomiale prodotta è stata ultrafiltrata ed il residuo fisso del permeato è stato quantificato, mediante un metodo sviluppato in questa tesi, per determinare l'efficienza di incapsulamento. I risultati hanno dimostrato che una elevata quantità di PDMS-But, superiore al 90%, è stata incapsulata nelle vescicole liposomiali.

## Bibliografia

1. O'Lenick, A.J., *Silicones for personal care*. 2008: Allured Pub. Carol Stream, IL, USA.
2. Kuah, H.X. and X.J. Loh, *Silicones: The future for beauty and everyday care*, in *Polymers for Personal Care Products and Cosmetics*. 2016. p. 135-153.
3. Somasundaran, P., S.C. Mehta, and P. Purohit, *Silicone emulsions*. *Advances in colloid and interface science*, 2006. **128**: p. 103-109.
4. O'Lenick Jr, A.J., *Silicone polyester polymers as durable humectants*. 1995, Google Patents.
5. Deyo, J., *Encyclopedia of Toxicology (Second Edition)*. 2005.
6. Bochicchio, S., G. Lamberti, and A.A. Barba, *Phenomenological and Formulation Aspects in Tailored Nanoliposome Production*. *Liposomes*; Catala, A., Ed.; IntechOpen: Croatia, Rijeka, 2017: p. 29-48.
7. Mozafari, M.R., *Nanoliposomes: preparation and analysis*. *Liposomes: Methods and Protocols, Volume 1: Pharmaceutical Nanocarriers*, 2010: p. 29-50.
8. O'Lenick Jr, A.J. and J.K. Parkinson, *A comparison of the rates of esterification of some hydroxy compounds*. *Journal of the Society of Cosmetic Chemists*, 1994. **45**(5): p. 247-256.
9. Sigma-Aldrich, *Poly(dimethylsiloxane), bis(hydroxyalkyl) terminated*. <https://www.sigmaaldrich.com/IT/it/product/aldrich/481246>.
10. Sigma-Aldrich, *Butyric acid*. <https://www.sigmaaldrich.com/IT/it/substance/butyricacid8811107926>.
11. *Advanced Catalysis for Drop-in Chemicals*. 2022.
12. Cozzi, R., P. Protti, and T. Ruaro, *Elementi di analisi chimica strumentale*. 1998: Zanichelli.
13. Bochicchio, S., et al., *Simil-microfluidic nanotechnology in manufacturing of liposomes as hydrophobic antioxidants skin release systems*. *Cosmetics*, 2020. **7**(2): p. 22.
14. Bochicchio, S., et al., *Design and production of hybrid nanoparticles with polymeric-lipid shell-core structures: Conventional and next-generation approaches*. *RSC advances*, 2018. **8**(60): p. 34614-34624.