

Práctica 5. Autoensamblaje y nanotecnología con colorantes alimenticios

Trabajando en nanotecnología nos podemos preguntar cómo es posible preparar materiales nanométricos cuando son tan pequeños. Una respuesta es pensar en el proceso de autoensamblaje en el cual las moléculas, polímeros y nanopartículas se conectan formando objetos mayores con una estructura y forma concreta. En esta experimento se prepararán cápsulas en tiempo real empleando ingredientes sencillos y seguros y se estudiarán los materiales para la encapsulación y liberación de colorantes alimenticios.

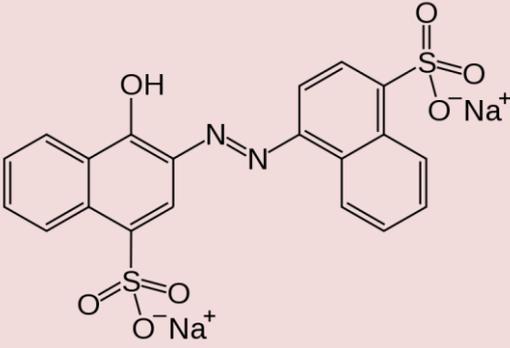
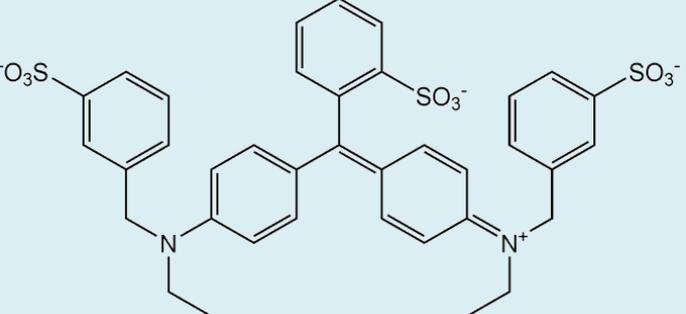
5.1 Introducción

Existen muchos descubrimientos excitantes en el campo de la nanotecnología que incluyen la obtención de nanosistemas de Au para el diagnóstico y tratamiento de enfermedades, nanohilos de C como conductores eléctricos que pueden ayudar a resolver la crisis energética y nuevos materiales que pueden emplearse en la limpieza de aguas contaminadas. En la naturaleza, el autoensamblaje ocurre cuando macromoléculas como la celulosa, el colágeno o el ADN forman espontáneamente estructuras complejas a través de enlaces intermoleculares débiles como enlaces de hidrógeno, fuerzas electrostáticas o fuerzas de Van der Waals. Este mismo proceso está siendo empleado como un nuevo intento para conseguir materiales útiles. Hasta hace relativamente poco tiempo, los investigadores encontraban difícil crear

materiales nanoestructurados con ciertos niveles de complejidad sin recurrir a procesos *top-down* como la nanolitografía o moviendo átomos mediante un microscopio de túnel. Los procesos *top-down* consisten en la ruptura de materiales para obtener componentes más pequeños, mientras que los procesos *bottom-up* parten de moléculas pequeñas o partículas que se unen para dar lugar a entes de mayor tamaño y complejidad estructural.

Una de las estructuras que se pueden construir por autoensamblaje es la microcápsula, un contenedor esférico hueco micrométrico que sirve para almacenar, proteger y liberar un material que ha sido encapsulado. Estos contenedores en miniatura ya se emplean para liberar fármacos y en la actualidad son una gran promesa con diversas potenciales aplicaciones en el campo de la medicina.

En este experimento se prepararán cápsulas de nanopartículas autoensambladas (CNAs) y se demostrará la encapsulación y posterior liberación de colorantes alimenticios. Los colorantes alimenticios que se emplearán serán los siguientes:

Rojo	E122 Azorrubina	
Máximo de absorción = 500 nm		
Amarillo	E102 Tartracina	
Máximo de absorción = 422 nm		
Azul	E133 Azul brillante FCP	
Máximo de absorción = 630 nm		

5.2 Reactivos

Poly(allylamine hydrochloride) $M_w \sim 58000$, $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2 H_2O$, HCl (1 N), NaCl, nanopartículas de SiO_2 , ácido algínico – sal de sodio, citosan, colorante alimenticio, vinagre, agua desionizada.

5.3 Materiales

2 vasos de precipitados de 50 ml, 6 vasos de precipitados de 100 ml, 2 vasos de precipitados de 250 ml, tubo de centrifuga de 50 ml, 3 tubos de ensayo.

5.4 Procedimiento

Preparación de disoluciones:

Disolución 1: Disolver 0.1 g de PAH (polyallylamine hydrochloride) en 20 ml de agua desionizada con agitación vigorosa.

Disolución 2: Disolver 0.21 g de citrato sódico dihidratado en 50 ml de agua desionizada.

Disolución 3: Añadir una gota de colorante alimenticio concentrado rosa o púrpura en 100 ml de agua desionizada.

Disolución 4: Ajustar el pH de 45 ml de agua desionizada a 3.5 mediante una solución de HCl (1 N) y combinarlo con 3 ml de NPs de SiO_2 obteniendo una solución de 1.3% en peso de NPs.

Disolución 5: Disolver 2.5 g de NaCl en 10 ml de agua desionizada.

Apartado A Encapsulación de colorante alimenticio en cápsulas de nanopartículas autoensambladas (CNAs)

- _1. Añadir 12.5 ml de la **disolución 2** (citrato sódico) sobre 5 ml de **disolución 1** (PAH) en un vaso de precipitados de 50 ml y mezclar con agitación durante 10 segundos.
- _2. Se dejan reposar la mezcla durante 5 min. A continuación, se le añaden 12.5 ml de la **disolución 3** (colorante) y, de nuevo, se agita vigorosamente durante 10 segundos. Inmediatamente después, se le añaden 12.5 ml de la **disolución 4** (NPs de SiO₂) y se vuelve a agitar la nueva mezcla otros 10 segundos a fin de formar las cápsulas de NPs autoensambladas de colorante (CNAs).
- _3. Se dejan reposar las CNAs durante al menos 10 minutos y después se separan por centrifugación.
- _4. Se desecha el sobrenadante y se redispersan las CNAs añadiendo 10 ml de agua desionizada, seguida por una dispersión en el baño de ultrasonidos.

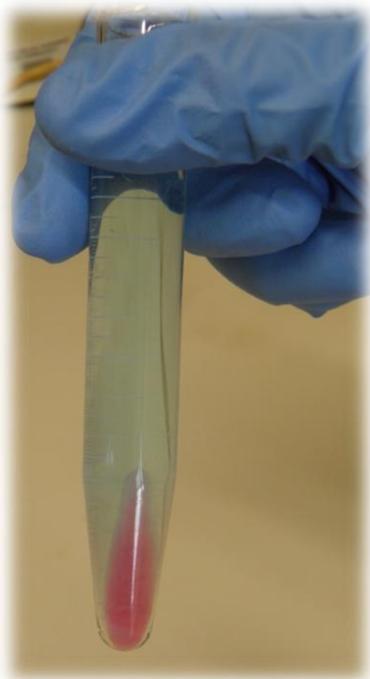
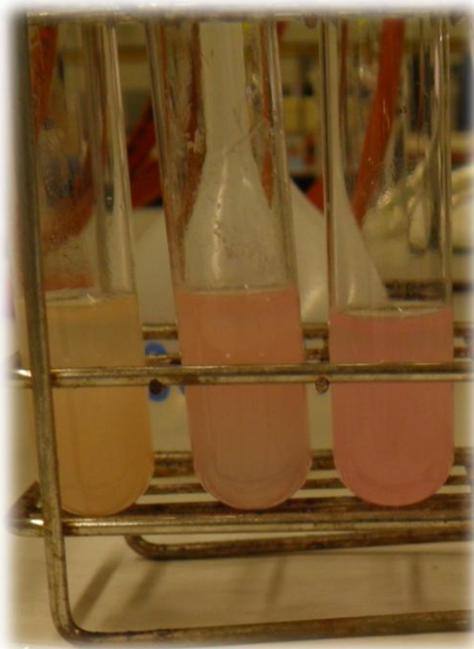


Figura 5.1 Imagen de las cápsulas de nanopartículas autoensambladas (CNAs) obtenida tras la separación por centrifugación.

Apartado B Liberación del colorante alimenticio de las CNAs

- _1. La solución de CNAs preparada en el apartado A se mezcla a conciencia y se pipetea 3 porciones de 2 ml en sendos tubos de ensayo.
- _2. En uno de los tubos se añaden 2 ml de vinagre (tubo 1).
- _3. En otro tubo se añaden 2 ml de **disolución 5** de NaCl (tubo 2).
- _4. El tercer tubo sirve como sistema control y se le añaden 2 ml de agua desionizada (tubo 3).



(a)



(b)

Figura 5.2 Efecto de la adición de vinagre y cloruro sódico sobre las CNAs. (a) de izquierda a derecha: vinagre, NaCl y control. Debido a que el vinagre ya aporta una coloración a la disolución, se añaden dos mililitros de HCl concentrado a la muestra control, a fin de apreciar más claramente el efecto de la adición de un ácido sobre las cápsulas.

Apartado C Encapsulación y liberación de los colorantes alimenticios de las microcápsulas

1. Se añade una gota de colorante concentrado en 5 ml de una disolución de ácido algínico – sal de sodio (1 % en peso).

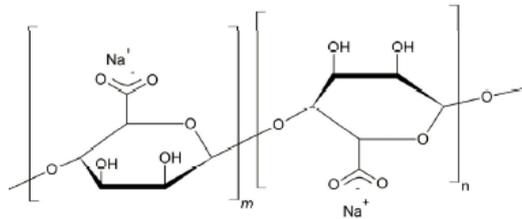


Figura 5.3 Estructura del ácido algínico – sal de sodio

2. Esta disolución se vierte gota a gota en un baño de cloruro cálcico (100 ml de CaCl₂ a 0.5 % en peso) con una pipeta de plástico hasta hacer aproximadamente 50 cápsulas. Las cápsulas formadas se separan en 2 porciones (P₁ y P₂).

3. Se prepara la disolución 6 disolviendo 1 g de citosan en 50 ml de agua que contiene 2 g de ácido cítrico.

4. A P₁ se le añaden 5 ml de la **disolución 6**. Tras 5 minutos se retira la disolución de citosan y se añaden 5 ml de agua desionizada.

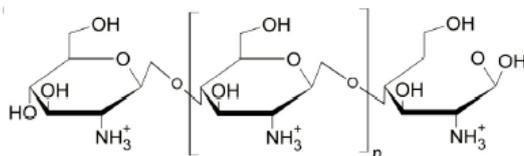


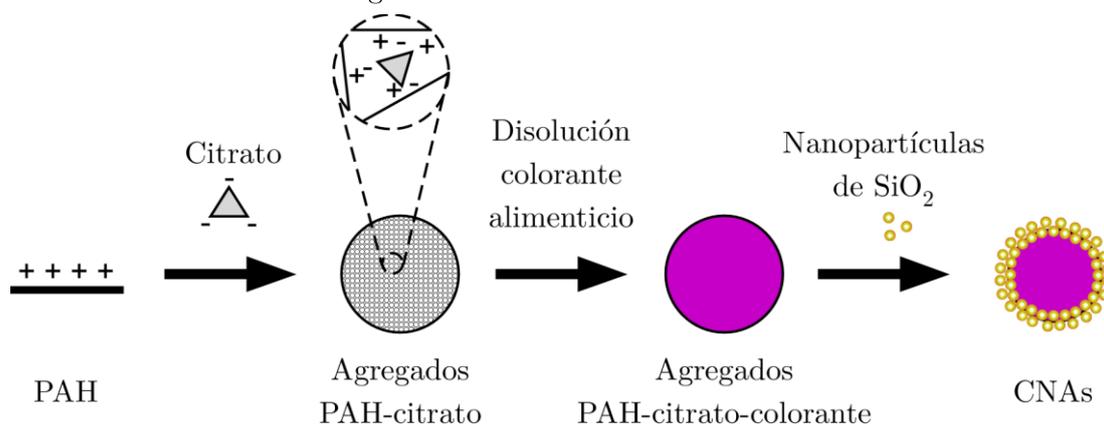
Figura 5.4 Estructura del citosan

5. Comparar P₁ y P₂.



5.5 Cuestiones

1. Dibuja las estructuras moleculares de los siguientes compuestos: (a) PAH, (b) citrato de sodio y (c) nanopartículas de SiO₂.
2. Explica el proceso de formación de las CNAs y la encapsulación del colorante alimenticio haciendo uso del siguiente mecanismo:



3. Explica el efecto de la adición de vinagre y NaCl en el proceso de liberación del colorante (Apartado B).
4. ¿Qué conclusiones puedes extraer de la comparación de P₁ y P₂ en el Apartado C?

