

Hydrogels dynamiques : Matériel et Méthodes

Mathieu BARD, Arnaud DELPLANQUE, Thomas GOMES

Les réactifs sont achetés chez Sigma-Aldrich, et testés avant utilisation par RMN ^1H .

Les analyses RMN sont réalisées sur un appareil RMN Bruker Avance I 400 MHz. Les échantillons sont préparés dans le chloroforme deutéré CDCl_3 avec 0.03% de TMS pour référence de déplacement chimique.

Les mesures d'absorbance sont réalisées dans des cuves de spectrophotométrie en plastique Eppendorf UVette[®] 220 nm – 1 600 nm avec un appareil Jenway 7205.

Synthèse du PolyEthylène Glycol difonctionnalisé (DF-PEG). On met en suspension du PEG-2000 (3.26 g ; 1.6 mmol), puis on dissout de l'acide 4-formylbenzoïque (0.98 g ; 6.5 mmol) et de la DMAP (0.05 g ; 0.42 mmol) dans 100 mL de THF sec par tranche de 20 mL, sous atmosphère d'argon, sous agitation magnétique. On ajoute ensuite du DCC (1.68 g ; 8.14 mmol). Le milieu est laissé sous agitation à température ambiante pendant 1 semaine. On obtient une solution trouble avec un solide blanc en suspension. Elle est ensuite filtrée deux fois, le filtrat reste trouble. On en prélève 10 mL, on y ajoute 60 mL de Et_2O , après avoir placé le ballon dans un bain d'eau glacée et sous agitation magnétique pendant 1h30. Un solide blanc se forme. On filtre la solution, et on récupère une pâte blanche. Elle est ensuite redissoute dans du THF. On réitère le processus afin d'obtenir le produit. Une masse totale de 4.02 g est obtenue, qui est envoyée en RMN.

RMN ^1H (400 MHz, CDCl_3 , δ) : 10,11 (s, 2H, CHO), 8,22 (d, 4H, Ar-CHO), 7,96 (d, 4H, Ar- CH_2), 4,52 (d, 4H, COOCH_2), 3,86 (d, 4H, $\text{COOCH}_2\text{CH}_2$), 3,75-3,64 (d, >100H, $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$)

Gélification. On ajoute dans un flacon une solution de DF-PEG (100 mL à 20% en masse dans l'eau), une solution de chitosane (0.35 g, 2.5% en masse dans l'acide acétique). On ajoute à la solution de la soude (60 μL , $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$). On observe ainsi une gélification totale après un passage de quelques minutes par agitation sur vortex.

Encapsulation de molécules. On ajoute dans un flacon une solution de molécule à encapsuler (5 μL , $1.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$), une solution de DF-PEG (100 mL à 20% en masse dans l'eau), une solution de chitosane (0.35 g, 2.5% en masse dans l'acide acétique) et 20 gouttes d'une solution de NaHCO_3 ($0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$). Le tout ensuite agité sur vortex pendant quelques minutes. On obtient un gel de la couleur du colorant après une incubation d'environ 24h à température ambiante.

Étude du relargage. On ajoute au gel coloré en flacon 1 mL d'eau en surface. Toutes les 30 minutes : on prélève 50 μL du surnageant dont on mesure ensuite l'absorbance à la longueur d'onde d'absorption maximale du colorant. Le prélèvement est ensuite réintroduit dans le flacon, et on homogénéise le surnageant au vortex. On réitère pendant 4h puis une dernière mesure plusieurs jours plus tard.