

COMPÓSITO FLEXÍVEL À BASE DE POLIDIMETILSILOXANO/TiO₂/GO PARA APLICAÇÕES ANTIMICROBIANAS

LUIZA RIBEIRO SANTANA¹; CAMILA FERRAZ CORRÊA¹; RICARDO MARQUES E SILVA²; BRUNO DA SILVEIRA NOREMBERG²; GUILHERME KURZ MARON²; NEFTALI LENIN VILLARREAL CARREÑO³

¹*Universidade Federal de Pelotas 1 – luizasantanari@gmail.com*

¹*Universidade Federal de Pelotas 1 – camila_ferraz3@hotmail.com*

²*Universidade Federal de Pelotas s – ricardomarqueseng@globomail.com*

²*Universidade Federal de Pelotas – bnoreemberg@gmail.com*

²*Universidade Federal de Pelotas – g_maron@hotmail.com*

³*Universidade Federal de Pelotas – nlv.carreno@gmail.com*

1. INTRODUÇÃO

A utilização de nanocompósitos tem tido crescimento na área dos biomateriais, em dispositivos médicos e também em embalagens de alimentos, ajudando a prevenir a contaminação bacteriana [1,2].

O polímero polidimetilsiloxano (PDMS), que é altamente biocompatível, é destaque quando empregado como base para a incorporação de outros materiais, como o óxido de grafeno (GO), que é um material com estrutura baseada em carbono e tem um ótimo potencial para o combate bacteriano [5]; e o óxido de titânio (TiO₂), que já foi difundido devido à sua estabilidade química, atividade fotocalítica quando utilizado para a ação antibacteriana e de baixo custo.[6,7]

Com isso, este estudo traz uma avaliação da atividade antimicrobiana destes materiais incorporados ao PDMS, por meio de diferentes concentrações de carga.

2. METODOLOGIA

As soluções utilizadas contendo as partículas a serem incorporadas no PDMS foram preparadas com 8 mg (100%), 6 mg (75%), 4 mg (50%) de GO, misturados com diferentes tipos de TiO₂, preparado via MAH (TiO₂-MAH) e TiO₂ comercial (referido como TiO₂ P25, de Evonik Brasil).

As partículas foram dispersas em 10 mL de etanol absoluto (Synth) usando ultrassom (UNIQUE, 30 Hz, 1000 W) durante 5 min. A Tabela 1 mostra a composição e as concentrações de cada amostra.

As amostras foram preparadas por dois métodos, por gotejamento da solução na superfície da película e por mistura manual das soluções no PDMS não curado.

| Amostra | % GO | % TiO ₂ | % TiO ₂ (MAH) |
|---------|------|--------------------|--------------------------|
| E | 50 | - | 50 |
| H | 100 | - | - |
| I | 75 | 25 | - |
| J | - | - | - |

Tabela 1: Concentrações de GO, TiO₂ e TiO₂ (MAH) utilizados para a realização das amostras.

Preparação da matriz de PDMS

A película de PDMS (Sylgard 184, Dow Corning) foi realizada de acordo com as informações do fabricante na proporção 10:1. A solução foi misturada manualmente com um bastão de vidro, até obter um sistema homogêneo. Após a mistura, verteu-se 3 g da mistura de PDMS em diferentes placas de Petri, que foram mantidas a 24 °C para remover as bolhas de oxigênio.

Preparação de óxido de grafeno (GO)

O GO foi preparado pelo método modificado de Hummer e Offemann [8]. Foram pesados 1 g de pó de grafite (Cn) (Synth) e dissolvidos em 23 mL de ácido sulfúrico (H₂SO₄) (PA Proton Chemical) sendo agitado e arrefecido até 0°C, usando um banho de gelo. Após 10 min, foi adicionado 0,5 g de nitrato de sódio (NaNO₃) (Synth) e 3 g de permanganato de potássio (KMnO₄) (Synth).

Durante este passo, a velocidade pela qual os reagentes foram adicionados foi cuidadosamente ajustada para manter a temperatura abaixo de 20 °C. Foi então adicionado 46 mL de água deionizada e foi deixado sob agitação durante 15 min, aumentando a temperatura para 90 °C. Finalmente, foram adicionados 140 mL de água destilada e 10 mL de solução de peróxido de hidrogênio (H₂O₂) (Synth, 29% de conteúdo). O sólido foi então separado da solução por centrifugação, a uma velocidade de 6.000 rpm durante 5 min, e lavou-se várias vezes com água deionizada. Em seguida, o sólido foi seco em um forno sem circulação de ar a 50°C durante 72 h. Finalmente, o pó seco foi moído com grau e pistilo para se tornar um pó fino.

TiO₂ preparado via síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas

Para esta síntese, 0,30 g de glicolato de titânio foi disperso em 50 mL de etanol absoluto (Synth) usando ultrassom de ponta (Unique, Brasil) durante 20 min a 40 Hz. Em seguida, adicionou-se 50 mL de água destilada à solução e submeteu-se ao ultrassom durante 2 min. A dispersão final foi colocada num recipiente de politetrafluoroetileno (PTFE) e aquecida a 150°C durante 20 min. Em seguida, o precipitado branco foi recolhido e lavado três vezes com álcool etílico absoluto. O precipitado foi lavado e seco (A5SE, DeLeo, Brasil) em um forno sem fluxo de ar durante 12 h e armazenado para posterior caracterização.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Um aumento na rugosidade foi observado pela preparação de partículas gotejadas na superfície do polímero em comparação com a solução homogênea, com exceção para partículas GO. Isso pode ter ocorrido porque as nanopartículas permanecem em maiores quantidades na superfície da amostra. Os resultados para as amostras GO mostraram um menor valor de rugosidade, já o ângulo de contato diminuiu consideravelmente utilizando a solução sobre o PDMS.

| Compósito PDMS homogêneo | CA (nm) | Ângulo de contato | Solução gotejada no PDMS | Z (nm) | Ângulo contato | de |
|--------------------------------|---------|----------------------|-----------------------------------|--------|-------------------|----|
| E | 21.99 | 102.5 | E | 253.91 | 90.5 | |
| H | 55.35 | 98.5 | H | 50.87 | 87.1 | |
| I | 28.59 | 105.5 | I | 124.37 | 90.5 | |
| J | 21.54 | 99.9 | J | 21.54 | 99.9 | |

Tabela 2: Análise de rugosidade e ângulo de contato das amostras.

A avaliação do efeito antimicrobiano foi realizada pelo teste de contato direto modificado, que consiste na medição do crescimento microbiano, pelo contato próximo entre o microorganismo testado e o material [9], usando culturas de células de 96 poços de microplacas. Antes do teste, as amostras foram esterilizadas por luz UV (ultravioleta) dentro de uma câmara de fluxo laminar. Após a esterilização dos espécimes, eles foram colocados em placas de 96 poços, com $n = 6$ para cada grupo testado.

Escherichia coli ATCC29214, *Candida albicans* ATCC62343 e *Staphylococcus aureus* ATCC19095 foram selecionados porque são patógenos frequentemente presentes em infecções hospitalares [10, 11] e contaminação de alimentos [12].

| Amostras | <i>S. aureus</i> | <i>E. coli</i> | <i>C. albicans</i> |
|----------------------------|------------------|----------------|--------------------|
| E | 8.21 | 8.24 | 8.0 |
| H | 6.85 | 6.84 | 6.94 |
| I | 8.59 | 8.59 | 8.64 |
| J (controle) | 7.19 | 7.17 | 7.11 |
| K (controle bacteriano) | 6.91 | 7.17 | 7.11 |

Tabela 3: Avaliação da atividade antimicrobiana.

A atividade antibacteriana máxima foi observada no grupo H, com 100% de GO. Para a atividade antifúngica, o grupo H também foi bastante satisfatório, seguido do grupo E.

4. CONCLUSÕES

Ao analisarmos os métodos de incorporação das partículas, concluímos que o gotejamento da solução no polímero é mais eficaz. Com relação à atividade antimicrobiana, o óxido de grafeno apresentou-se promissor. Estes nanocompósitos demonstraram funcionalidade podendo ser aplicados em áreas como a de equipamentos hospitalares e indústria de embalagens.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]. CARMELI Y . “Strategies for managing today’s Infections”. **J Compil Eur Soc Clin Microbiol Infect Dis** 14 (Suppl. 3):22–31, (2008).
- [2]. TRAN N ET AL. “Silver doped titanium oxide–PDMS hybrid coating inhibits *Staphylococcus aureus* and *Staphylococcus epidermidis* growth on PEEK”. **Mater Sci Eng C** 49:201–209, (2015).
- [3]. ZHANG Q, LIU H, CHEN X, ZHAN X, CHE F. “Preparation, surface properties, and antibacterial activity of a poly(dimethyl siloxane) network containing a quaternary ammonium salt side chain” **J. Appl Polym Sci** 132, 41725 (1–8), (2015).
- [4]. SANKAR GG, SATHYA S, MURTHY SP, DAS A, PANDIYAN R, VENUGOPALAN VP, DOBLE M “Polydimethylsiloxane nanocomposites: their antifouling efficacy in vitro and in marine conditions”. **G Int Biodeterior Biodegrad** 104:307–314, (2015).
- [5]. ZHANG G ET AL “Enhanced flux of polydimethylsiloxane membrane for ethanol permselective pervaporation via incorporation of MIL-53 particles”. **J Membr Sci** 492:322–330, (2015).
- [6]. DUMITRIU C, POPESCU M, UNGUREANUA C, PIRVU C “Antibacterial efficiencies of TiO₂ nanostructured layers prepared in organic viscous electrolytes”. **Appl Surf Sci** 341:157–165, (2015).
- [7]. LOW W, BOONAMNUAYVITAYA V “Enhancing the photocatalytic activity of TiO₂ co-doping of graphene–Fe³ + ions for formaldehyde removal”. **J Environ Manage** 127:142–149, (2013).
- [8]. HUMMERS WS, OFFEMAN RE “Preparation of graphitic oxide”. **J Am Chem Soc** 80(6):1339, (1958).
- [9]. ZHANG H ET AL “Antibacterial activity of endodontic sealers by modified direct contact test against *Enterococcus faecalis*”. **J Endod** 35(7):1051–1055, (2009).
- [10]. TIAN Y, CAI X, WAZIR R, WANG K, LI H “Water consumption and urinary tract infections: an in vitro study”. **Int Urol Nephrol** 1:1–6, (2016).
- [11]. Yılmaz N, Agus, N, Bayram A, Samlıoglu P, Sirin M, Derici Y, Hancı Y “Antimicrobial susceptibilities of *Escherichia coli* isolates as agents of community-acquired urinary tract infection”. **Turk J Urol** 42(1):32–36, (2016).
- [12]. PUAH M, CHUA H, TAN J “Virulence factors and antibiotic susceptibility of *Staphylococcus aureus* isolates in ready-to-eat foods: detection of *S. aureus* contamination and a high prevalence of virulence genes”. **Int J Environ Res Public Health** 13(2):199, (2016).

6. AGRADECIMENTOS

Capes, Cnpq e Fapergs.