



NOTE DE RECHERCHE

FÉVRIER 2015 • V.2, N°2.

ÉLABORATION D'UN BIO-NANOCOMPOSITE ANTIBACTÉRIEN À PARTIR DE POLYPYRROLE

Une approche simple consistant à polymériser des chaînes de polypyrrole en présence de cellulose oxydée par le système TEMPO a été étudiée, dans une optique d'élaborer un matériau antibactérien. La présence de nombreux groupements carboxyliques à la surface des chaînes de cellulose permet l'adsorption des chaînes du polymère et joue le rôle de renfort en augmentant la tenue mécanique du polypyrrole. Des résultats intéressants concernant les propriétés antibactériennes du composite envers des bactéries gram positives (*B. Subtilis*) et gram négatives (*E. Coli*) ont été obtenus.

INTRODUCTION

De plus en plus de matériaux, dits matériaux actifs, se développent afin de répondre à des cahiers de charges toujours plus pointus. Le but est d'apporter aux matériaux de base (dans notre cas, la cellulose) de nouvelles caractéristiques telles que détecter, capturer, détruire ou encore inhiber la croissance d'agents pathogènes. La confection de ces matériaux actifs est de plus en plus recherchée par les industriels, notamment dans le domaine alimentaire afin de limiter les pertes importantes d'aliments lors de leur stockage et d'éviter par ailleurs le développement de bactéries pouvant être à l'origine d'intoxications alimentaires. Le polypyrrole vient de démontrer récemment¹ qu'il ne possédait pas uniquement des propriétés électriques. D'après une étude plus poussée, l'activité antibactérienne serait attribuée aux interactions des charges positives de la chaîne avec la paroi cellulaire des bactéries et entraînerait ainsi sa destruction². Il est toutefois nécessaire de l'incorporer au sein d'une matrice qui jouera le rôle de support puisque celui-ci ne possède pas une tenue mécanique suffisante. Dans ce contexte, les nanofibrilles de cellulose s'avèrent être un choix judicieux de par leurs propriétés mécaniques, barrières et leurs attributs recyclables et renouvelables. L'objectif général de ce travail de recherche consistait à apporter des caractéristiques à plus forte valeur ajoutée à la cellulose et notamment conférer des propriétés antibactériennes par l'ajout de polypyrrole.

I. MATÉRIEL ET MÉTHODE

Les travaux ont été menés à partir de nanofibrilles de cellulose (NFC) oxydées TEMPO obtenues au laboratoire du Centre de recherche sur les matériaux lignocellulosiques (CRML). Deux voies d'obtention du composite ont été testées.

Une première méthode, composite NFC/PPy, consiste à partir d'une solution de NFC à 0,5% à laquelle est incorporée le réactif de pyrrole. Après une bonne homogénéisation du mélange, une solution de chlorure de fer à 0,3M est ajoutée afin d'initier la réaction de polymérisation radicalaire³. Une fois la réaction terminée, la solution est filtrée sur büchner et rincée

abondamment afin d'éliminer les résidus. Les composites sont ensuite séchés quelques minutes entre 2 plaques chauffantes à 80°C.

La deuxième méthode, composite NFC/PVA-PPy, consiste à incorporer un petit volume d'une solution d'Alcool PolyVinyle (PVA) à 4% à la solution de NFC. Dans ce cas, le film à base de cellulose est séché avant la polymérisation du polypyrrole, car le pyrrole a tendance à dégrader le PVA. Une fois le film obtenu (35g/m²), il est trempé dans une solution de chlorure de fer, puis dans une solution de pyrrole. La polymérisation s'effectue alors essentiellement à la surface du film. Le composite est également séché à 80°C.

Afin d'évaluer les propriétés antimicrobiennes des deux composites, des tests qualitatifs et quantitatifs ont été réalisés selon les méthodes AFNOR NF EN 1104 et AATCC-100-1998. Chacun de ces tests nécessite entre 3 et 5 jours de manipulation. Ils ont été réalisés à partir de deux souches bactériennes couramment utilisées pour ce type de test, *E. Coli* et *B. Subtilis*.

Le premier test consiste à déposer notre composite sur une gélose ensemencée avec des bactéries et de laisser croître celles-ci plusieurs jours à 35°C. Le deuxième test (Figure 1), qui est lui quantitatif, consiste à préparer un inoculum (à 5.10⁵ Colony-Forming Unit) de bactérie qui sera mis en contact avec le composite entre 16 et 24h. Les bactéries sont ensuite extraites par une solution neutralisante et une dilution de la série est réalisée pour chaque échantillon. Ces dilutions sont incubées 24h sur une gélose à 35°C afin de déterminer le nombre de colonies des dilutions en série.

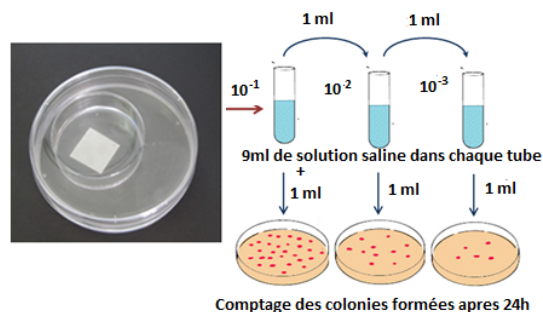


Figure 1. Test AATCC-100-1998

II. RÉSULTATS ET DISCUSSION

Comme les images le montrent sur la Figure 2a au centre, 2b et 2c sur le pourtour, les bactéries se sont parfaitement développées sur la gélose nutritive. Il est possible de constater que les films de NFC n'ont aucun caractère antibactérien comme en atteste la figure 2a. En effet, les colonies se sont développées de manière uniforme sur la totalité de la gélose en contact avec le film. Pour ce qui est des deux composites NFC/PPy (Figure 2b) et NFC/PVA-PPy (Figure 2c), il n'y a eu aucun développement de bactérie sur la zone en contact avec celui-ci. Ces premiers résultats qualitatifs démontrent bien l'effet antimicrobien que confère le polypyrrole au composite.



Figure 2. Test qualitatif selon la méthode AFNOR NF EN 1104 sur a) NFC, b) NFC/PPy, c) NFC/PVA-PPy

L'aspect quantitatif a été évalué selon la méthode AATCC-100-1998, les résultats sont présentés aux Figures 3 et 4. Il est possible de constater qu'en présence de notre témoin (NFC), les bactéries ont continué de se développer passant de 6,5 CFU à 8,9 CFU pour *E. Coli* et de 5,2 CFU à 8,3 CFU pour *B. Subtilis*, après 24h d'incubation. En présence des composites NFC/PPy et NFC/PVA-PPy, la croissance des bactéries a été totalement inhibée. Les composites possèdent plus qu'un effet bactériostatique, ils ont des propriétés bactéricides, car le nombre de bactéries a diminué par rapport à l'inoculum de base. Dans le cas du composite NFC/PPy, on passe par exemple de 6,5 à 5,5 pour *E. Coli* et de 5,2 à 4,2 pour *B. Subtilis*.

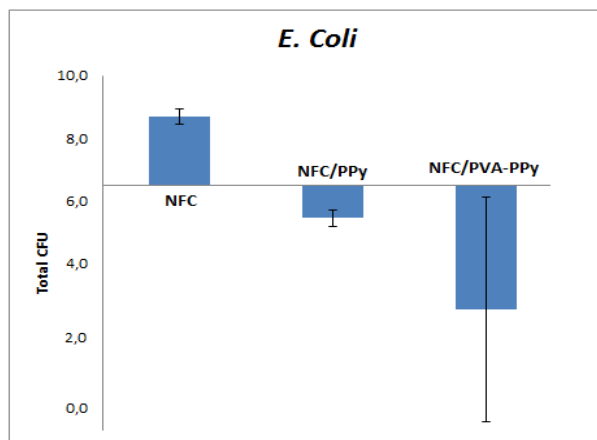


Figure 3. Propriétés antimicrobiennes des composites vis-à-vis d'*E. Coli*

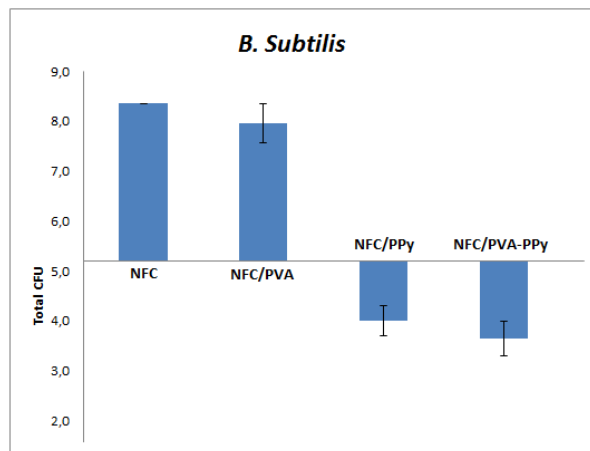


Figure 4. Propriétés antimicrobiennes des composites vis-à-vis de *B. Subtilis*

Il est possible de constater également que l'incorporation de PVA n'a pas d'effet réel sur les propriétés antibactériennes puisqu'un témoin NFC/PVA a permis le développement des bactéries de façon normale (Figure 4). Toutefois il semblerait y avoir un effet synergique du PVA en présence du polypyrrole, envers les bactéries et notamment *E. Coli*. Une étude complémentaire sera menée afin d'évaluer son réel impact.

En somme, que ce soit contre des grams positives ou négatives, les composites développés ont un effet similaire avec une décroissance d'une unité CFU en moyenne (environ 17%) par rapport à l'inoculum.

III. CONCLUSIONS

L'incorporation de chaînes de polypyrrole à des nanofibrilles de cellulose démontre ainsi un réel intérêt puisque celles-ci leur confèrent une forte valeur ajoutée. Les résultats obtenus sont très positifs puisqu'ils démontrent bien un effet bactéricide de nos composites envers les grams positives et négatives. Dans un futur proche, des études complémentaires afin d'améliorer ces propriétés, notamment avec l'utilisation d'un oxydant à base d'argent, seront entreprises dans l'optique de développer un emballage bioactif.

¹ Zarea, E.N., Lakouraja, M.M., Mohsenib, M. 2014, «Biodegradable polypyrrole/dextrin conductive nanocomposite», *Synthetic Metals* 187: 9-16.

² Varesano, A., Vineis, C., Aluigi, A., Rombaldoni, F., Tonetti, C., Mazzuchetti, G., 2013, «Antibacterial efficacy of polypyrrole in textile applications», *Fibers Polymers* 14: 36-42.

³ Jradi, K., Bideau, B., Chabot, B., Daneault, C. 2012, «Characterization of conductive composite films based on TEMPO-oxidized cellulose nanofibers and polypyrrole», *Journal of Materials Science* 47(8): 3752-3762.

Auteurs: Benoit Bideau, Seema Saini, Eric Loranger, Julien Bras, Claude Daneault.

Pour plus d'informations: Eric Loranger, professeur adjoint
Eric.loranger1@uqtr.ca ; (819) 376-5011, poste 4518

Centre de recherche sur les matériaux lignocellulosiques, Université du Québec à Trois-Rivières,
3351 boul. des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières Canada G9A 5H7

www.uqtr.ca/CRML
www.materiauxrenouvelables.ca