



Síntese e caracterização de nanocápsulas de quitosana carregadas com ácido salicílico para defesa vegetal

Débora Maitê Amorozo | deboramaiteamorozo@gmail.com¹

Jheniffer Rodolfi Bianchini | jhenifferrodolfi@gmail.com²

Natália Cristina Ramos | nati.ramps@gmail.com³

Fulvio Batista Lemos Filho | fulvioinv@gmail.com⁴

Giselle Camargo Mendes | giselle.mendes@ifsc.edu.br⁵

Jaqueline Suave | jaqueline.suave@ifsc.edu.br⁶

Edital n° 03/2025/ PROPPI - PIBITI

Trabalho de Pesquisa

DT 2 - Meio Ambiente, Agroindústrias, Territórios e Sustentabilidade Socioambiental

Resumo:

O setor agrícola tem sido amplamente beneficiado pela nanotecnologia, visto que nanopartículas têm capacidade de interagir e elevar a eficiência produtiva. Dentre os compostos utilizados em sistemas nanoestruturados, destacam-se o ácido salicílico (AS), um fitormônio com ação sinalizadora de defesa contra patógenos e estresses ambientais, e a quitosana (QS), amplamente utilizada em sistemas de liberação controlada. Assim, este trabalho teve como objetivo sintetizar e caracterizar nanocápsulas de QS carregadas com AS pelo método de gelificação iônica. A eficiência de encapsulação foi avaliada por cromatografia líquida, enquanto a caracterização físico-química incluiu tamanho de partícula, índice de polidispersão (PDI) e potencial zeta. Possíveis interações químicas foram investigadas por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). Os resultados indicaram tamanhos de partícula entre 265,73 e 315,15 nm, PDI entre 0,47 e 0,53 e potencial zeta entre 20,62 e 27,53 mV. O aumento do teor teórico de AS de 0,025 para 0,1 mg·mL⁻¹ promoveu redução da eficiência de encapsulação, enquanto a capacidade de carga aumentou, o que pode intensificar e prolongar a proteção vegetal.

Palavras-chave: ácido salicílico; quitosana; nanoencapsulação; setor agrícola.

Introdução

O aumento da demanda por sistemas agrícolas mais eficientes tem impulsionado a busca por estratégias inovadoras capazes de fortalecer a resistência das plantas a patógenos e reduzir a dependência de insumos químicos convencionais. Nesse contexto,

¹ Estudante do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages.

² Estudante do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages.

³ Estudante do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages.

⁴ Egresso do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages.

⁵ Docente do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages.

⁶ Docente do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages.

o ácido salicílico (AS) destaca-se como um importante indutor de respostas de defesa vegetal, atuando na ativação de mecanismos de defesa que contribuem para a tolerância a estresses bióticos e abióticos. Entretanto, sua aplicação direta ainda apresenta desafios, como a necessidade de reaplicação frequente e o evitamento de superdosagens.

Diante desse cenário, a nanoencapsulação surge como uma abordagem promissora, ao possibilitar o desenvolvimento de sistemas de liberação controlada capazes de proteger compostos bioativos, promover sua liberação gradual e potencializar sua ação biológica.

Assim, este trabalho tem como objetivo o preparo e a caracterização de nanocápsulas de quitosana (QS) contendo ácido salicílico, visando ao desenvolvimento de um sistema nanoestruturado com potencial aplicação no setor agrícola.

Fundamentação teórica

A nanotecnologia é uma área da ciência dedicada ao estudo e à manipulação da matéria em escala nanométrica. Nessa escala, os materiais podem apresentar propriedades físicas, químicas e biológicas incomuns, que proporcionam um vasto campo de possibilidades para a inovação tecnológica (Talebian *et al.*, 2021). Frente a essa realidade, materiais como a quitosana e o ácido salicílico têm despertado grande interesse para aplicações nanotecnológicas no setor agrícola.

O AS é um fitormônio de natureza fenólica que atua como molécula sinalizadora na imunidade vegetal, exercendo papel essencial na ativação da resistência sistêmica adquirida (SAR) e na indução de proteínas envolvidas nos mecanismos de defesa das plantas contra estresses bióticos e abióticos (Liu *et al.*, 2022; Polyakov *et al.*, 2023). Entretanto, o uso exógeno de AS em diferentes concentrações pode causar variações no crescimento e na produtividade das plantas. Em concentrações altas, o AS pode até inibir o crescimento vegetal devido aos seus efeitos antagônicos (Polyakov *et al.*, 2023). Desse modo, a liberação controlada e sustentada do AS é essencial para aumentar sua eficiência e prolongar seus efeitos benéficos.

A quitosana é um biopolímero amplamente utilizado como matriz em sistemas de liberação controlada. Além de atuar como agente carreador, a QS também exerce função elicitadora, estimulando mecanismos de defesa vegetal (Hoang *et al.*, 2022). Assim, a associação entre quitosana e AS em um sistema nanoestruturado representa uma

estratégia promissora, na qual a QS ativa respostas iniciais de defesa, enquanto o AS intensifica e dissemina sistemicamente os sinais imunológicos nas plantas.

Procedimentos metodológicos

As nanocápsulas foram produzidas pelo método de gelificação iônica. Inicialmente, o AS, em diferentes concentrações (0; 0,025; 0,05; ou 0,1 mg·mL⁻¹), foi dissolvido em 50 mL de solução de QS a 1 mg·mL⁻¹, contendo 1% de ácido acético e pH ajustado para 4,7. Em seguida, 10 mL de tripolifosfato de sódio (TPP) a 1 mg·mL⁻¹ foram gotejados na solução de QS, sob agitação de 10.000 rpm em ultra-Turrax, mantendo-se a agitação por 10 min após a adição do TPP. Todas as formulações foram sintetizadas e analisadas em triplicata.

O tamanho de partícula, o índice de polidispersão (PDI) e o potencial zeta das nanocápsulas foram determinados por meio da técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS), utilizando um equipamento Zetasizer Pro (Malvern Instruments).

Para a determinação da eficiência de encapsulação, as nanocápsulas contendo AS foram separadas por centrifugação a 14.000 rpm por 15 min em dispositivos de ultrafiltração Amicon (30 kDa de limite de corte de massa molecular). A quantidade de AS não encapsulado, presente no sobrenadante, foi determinada em um cromatógrafo líquido de alta eficiência (LC-40D XR, Shimadzu). A análise foi realizada utilizando uma coluna C18 e fase móvel composta por metanol e água ultrapura na proporção 70:30 (v/v), com pH ajustado para 2,6. O sistema operou com fluxo de 0,5 mL·min⁻¹, detecção UV a 237 nm e volume de injeção de 20 µL. Previamente às análises, uma curva de calibração foi construída. Por fim, a eficiência de encapsulação (EE%) foi calculada com base na diferença entre a massa de AS na solução inicial ($m_{inicial}$), antes da formação das nanocápsulas, e a massa de AS livre (m_{livre}) detectada no sobrenadante. O cálculo foi realizado de acordo com a Equação 1:

$$EE(\%) = \frac{m_{inicial} - m_{livre}}{m_{inicial}} \times 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

As formulações de nanocápsulas também foram caracterizadas por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier, no modo de reflectância total atenuada

(FTIR-ATR), usando um espectrômetro IRSpirit (Shimadzu), na faixa de 400 a 4000 cm^{-1} , com 32 varreduras e resolução de 4 cm^{-1} . Para a análise, as amostras foram previamente secas em liofilizador (Solab Científica).

Resultados e discussões

Na Tabela 1, nota-se que as diferentes formulações apresentam tamanho de partícula, PDI e potencial zeta semelhantes, indicando que a incorporação de AS não promove alterações significativas na integridade das nanocápsulas. No entanto, o elevado índice de polidispersão ($\text{PDI} > 0,4$) sugere alta heterogeneidade do sistema, mesmo para as nanocápsulas de QS não carregadas.

Tabela 1 – Caracterização das nanocápsulas por DLS

Teor de AS ($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)	Tamanho de partícula (nm)	Índice de polidispersão	Potencial zeta (mV)
0	$287,22 \pm 16,11$	$0,47 \pm 0,02$	$22,70 \pm 1,24$
0,025	$286,63 \pm 65,24$	$0,48 \pm 0,06$	$20,62 \pm 1,64$
0,05	$315,15 \pm 27,63$	$0,51 \pm 0,02$	$27,53 \pm 2,37$
0,1	$265,73 \pm 70,37$	$0,53 \pm 0,08$	$23,94 \pm 2,16$

Fonte: elaborada pelos autores.

Por outro lado, os valores de potencial zeta indicam superfícies positivamente carregadas em todas as formulações, conforme esperado para sistemas à base de quitosana devido à presença de grupos amina protonados (Jaferník *et al.*, 2023). Essa característica pode conferir boa bioadesividade, uma vez que as cutículas vegetais apresentam carga superficial negativa (Fernández; Eichert, 2009).

Conforme a Tabela 2, o aumento do teor teórico de AS de 0,025 para 0,1 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ promove redução da eficiência de encapsulação, enquanto a capacidade de carga (CC) aumenta. Esses resultados sugerem a existência de um limite de incorporação de AS por massa de quitosana, de modo que concentrações mais elevadas do composto favorecem a quantidade encapsulada, mas reduzem a eficiência do processo.

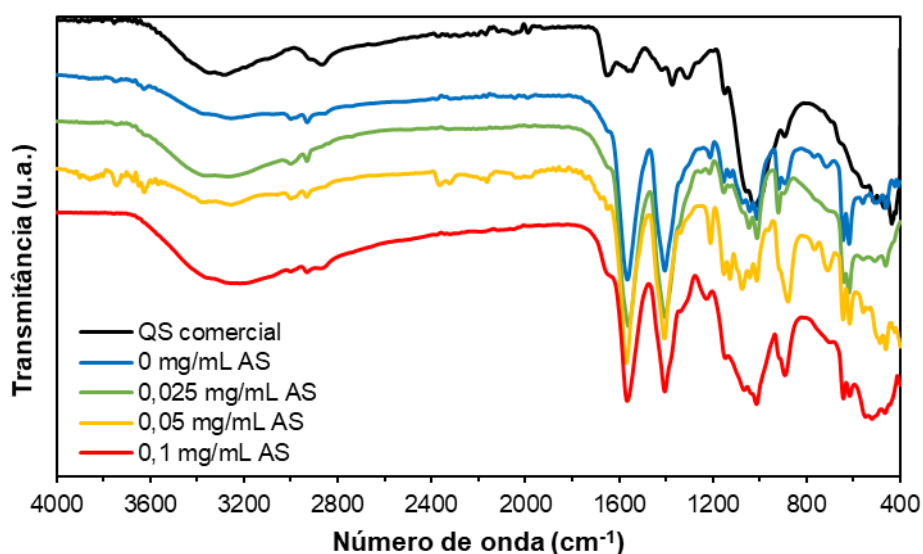
Tabela 2 – Eficiência de encapsulação e capacidade de carga das diferentes formulações

Teor de AS (mg·mL ⁻¹)	EE (%)	CC (mg·g ⁻¹)
0,025	61,68 ± 1,77	15,42 ± 0,44
0,05	50,08 ± 0,58	25,04 ± 0,29
0,1	48,67 ± 0,44	48,67 ± 0,44

Fonte: elaborada pelos autores.

Na Figura 1, são apresentados os espectros de FTIR da quitosana comercial e das nanocápsulas de quitosana, tanto puras quanto carregadas com diferentes teores de AS.

Figura 1 – Espectros de FTIR das diferentes formulações



Fonte: elaborada pelos autores.

A banda larga em 3600-3000 cm⁻¹, presente em todas as amostras, é atribuída ao estiramento dos grupos O–H e N–H da quitosana, podendo também estar associada à absorção de umidade. Para a QS comercial, nota-se a presença das bandas características de amida I, II e III, em 1639, 1550 e 1373 cm⁻¹, respectivamente. Nas nanocápsulas, o leve deslocamento e a intensificação das bandas de amida II e III sugerem a ocorrência de interações entre os grupos funcionais da quitosana e o TPP, evidenciando a formação de ligações iônicas responsáveis pela reticulação do sistema.

Por outro lado, não são observadas bandas características bem definidas do ácido salicílico. Isso pode ser atribuído à sua baixa concentração em relação à quitosana ou ao fato de o AS estar predominantemente encapsulado no interior das nanocápsulas.

Considerações finais

As nanocápsulas produzidas demonstram potencial como sistemas de liberação controlada, associando as propriedades bioativas da quitosana e do ácido salicílico para indução de respostas de defesa vegetal. O aumento da capacidade de carga em formulações com maiores concentrações de AS pode potencializar a intensidade e a duração da proteção vegetal, reduzindo a necessidade de reaplicação frequente. Além disso, as cargas superficiais positivas das nanocápsulas sugerem boa bioadesividade às superfícies vegetais. Entretanto, a alta heterogeneidade das formulações, evidenciada pelos elevados valores de PDI, compromete a uniformidade de liberação do AS.

Referência ao fomento recebido

Os autores agradecem o apoio financeiro do IFSC e da FAPESC (TO nº 2024TR001588), bem como a bolsa de iniciação científica do CNPq.

Referências

FERNÁNDEZ, V.; EICHERT, T. Uptake of hydrophilic solutes through plant leaves: Current state of knowledge and perspectives of foliar fertilization. **Critical Reviews in Plant Science**, v. 28, p. 36-68, 2009.

HOANG, N. H. *et al.* Efficacy of chitosan nanoparticle loaded-salicylic acid and -silver on management of cassava leaf spot disease. **Polymers**, v. 14, p. 660, 2022.

JAFERNIK, K. *et al.* Chitosan-based nanoparticles as effective drug delivery systems: A review. **Molecules**, v. 28, p. 1963, 2023.

LIU, J. *et al.* Salicylic acid, a multifaceted hormone, combats abiotic stresses in plants. **Life**, v. 12, p. 886, 2022.

POLYAKOV, V. *et al.* Nanoparticles-based delivery systems for salicylic acid as plant growth stimulator and stress alleviation. **Plants**, v. 12, p. 1637, 2023.

TALEBIAN, S. *et al.* Facts and figures on materials science and nanotechnology progress and investment. **ACS Nano**, v. 15, p. 15940-15952, 2021.