

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCAPSULAS DE QUITOSANA/TRIPOLIFOSFATO CARREGADAS COM ÁCIDO SALICÍLICO: POTENCIAL INDUTOR DE RESPOSTAS DEFENSIVAS EM PLANTAS

Jheniffer Rodolfi Bianchini¹

Giselle Camargo Mendes²

Jaqueline Suave³

Resumo: A nanotecnologia destaca-se como uma estratégia promissora na agricultura, oferecendo soluções assertivas e sustentáveis por meio do desenvolvimento de nanoproductos. Entre as diversas possibilidades de síntese de sistemas nanoestruturados, destacam-se compostos como o ácido salicílico (AS), que atua como fitohormônio essencial na defesa das plantas contra estresses bióticos, e a quitosana (QS), um polímero natural com propriedades bioativas e excelente capacidade de encapsulação. Considerando o potencial desses materiais, este trabalho teve como objetivo desenvolver e caracterizar nanocápsulas de quitosana/tripolifosfato (QS/TPP) contendo AS como sistema encapsulante, com foco em aplicações agronômicas sustentáveis. As nanocápsulas foram obtidas por gelificação iônica, com adição gradual de TPP à mistura de QS e AS, sob agitação controlada. A eficiência de encapsulamento (EE%) foi avaliada por espectrofotometria, enquanto a caracterização físico-química incluiu análise do diâmetro médio, índice de polidispersão (PDI) e potencial zeta. A morfologia foi observada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), e as interações químicas investigadas por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). Os resultados indicaram tamanhos entre 237 e 2773 nm, PDI entre 0,38 e 0,55 e potencial zeta de 15,6 a 30,5 mV. De modo geral, todas as formulações apresentaram alta EE%, com valores superiores a 94%, refletindo a capacidade do sistema QS/TPP em reter o AS. A análise FTIR confirmou interações entre os grupos amino da quitosana e grupos fosfato do TPP, evidenciando a formação das nanopartículas e a incorporação do fármaco. A nanoencapsulação de AS em QS/TPP mostrou-se promissora para uso agrícola, unindo eficiência e sustentabilidade.

Palavras-Chave: Ácido Salicílico. Quitosana. Nanocápsulas. Defesa Vegetal.

1 INTRODUÇÃO

No século XXI, a nanotecnologia é uma das tecnologias mais promissoras globalmente. Diversos países ao redor do mundo têm priorizado a nanotecnologia em suas pesquisas, reconhecendo seu potencial para impulsionar o crescimento econômico (TALEBIAN *et al.*, 2021). Ela compreende e controla a matéria em nanoescala, permitindo converter os princípios da nanociência em aplicações úteis e únicas, a partir do momento que, propriedades físicas, químicas e biológicas incomuns

¹ Acadêmica do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages; jhenifferodolfi@gmail.com

² Docente do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages; giselle.mendes@ifsc.edu.br (orientadora)

³ Docente do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages; jaqueline.suave@ifsc.edu.br (coorientadora)

se manifestam, proporcionando características significativamente diferentes daquelas encontradas em materiais a granel ou em átomos isolados (BAYDA *et al.*, 2019; NNI, 2025).

Essa abordagem multidisciplinar, tem impulsionado diversos setores, sendo cada vez mais explorada em diversas frentes científicas e industriais. Essa versatilidade tem permitido avanços significativos em áreas como medicina, eletrônica, energia, meio ambiente, agricultura e produção de materiais avançados (MALIK *et al.*, 2023).

A agricultura é uma das áreas que mais têm se beneficiado com os avanços da nanotecnologia, oferecendo soluções mais eficientes e sustentáveis. Diante da limitação das tecnologias agrícolas convencionais em aumentar a produção de forma equilibrada com o meio ambiente, pesquisadores passaram a explorar o uso de nanomateriais no campo. Estudos mostram que os nanomateriais podem melhorar o crescimento das plantas, favorecer a germinação das sementes, ajudar na identificação de pragas e contaminantes, além de contribuir para a nutrição das plantas e protegê-las contra diferentes tipos de estresse, como pragas, doenças ou condições climáticas adversas. A nanotecnologia também permite o desenvolvimento de produtos específicos, como nanofertilizantes, nanoherbicidas, nanofungicidas e nanosensores, que aumentam a precisão e a eficiência das atividades agrícolas (HU *et al.*, 2021; PARAMO *et al.*, 2020). Nesse cenário, materiais como a quitosana e o ácido salicílico têm despertado grande interesse no desenvolvimento de tecnologias aplicadas à agricultura.

O ácido salicílico (AS) é amplamente reconhecido por seu uso em formulações cosméticas e dermatológicas em produtos tópicos para acne, melasma e fotodano (LABIB *et al.*, 2018; ARIF *et al.*, 2015). Entretanto, embora existam evidências relevantes em saúde humana, a maior parte dos estudos envolvendo o AS está voltada para o campo vegetal, onde ele atua como um importante fitohormônio, de origem fenólica, fundamental na mediação das respostas da planta contra patógenos microbianos, sendo um regulador-chave na sinalização de resposta imune. Avanços recentes revelaram redes de defesa complexas e interligadas, envolvendo múltiplos genes responsáveis pela biossíntese, acúmulo e transdução de sinal do AS. A interação do AS com outras vias de sinalização amplia sua atuação na adaptação das plantas a diferentes desafios ambientais (KUMAR *et al.*, 2014; KOO *et al.*, 2020; LU *et al.*, 2009). Seu uso em sementes, soluções hidropônicas e pulverizações foliares mostrou-se eficaz na proteção contra estresses ambientais (LIU *et al.*, 2022). Dessa forma, embora seu uso em saúde humana seja consolidado, seu papel como bioestimulante vegetal representa uma área crescente de pesquisa e aplicação.

A quitosana (QS), por sua vez, é um polissacarídeo natural obtido por desacetilação parcial da quitina, processo que lhe confere solubilidade em meio ácido e comportamento catiônico, com sua estrutura química versátil, permite-se diferentes modificações físicas e químicas, que ampliam sua utilização em diversos setores. Devido à sua biocompatibilidade, biodegradabilidade, não toxicidade e fácil processamento em diferentes formatos, a QS tem sido aplicada com sucesso em áreas como engenharia biomédica, liberação controlada de fármacos, indústria alimentícia, agricultura e tratamento de águas residuais. Especialmente na agricultura, sua atividade bioestimulante e capacidade de encapsular insumos contribuem para práticas mais sustentáveis. A nível tecnológico, permite o desenvolvimento de sistemas alvo-específicos para entrega de compostos bioativos, sendo considerada uma das plataformas mais promissoras para aplicações nanotecnológicas (RINAUDO *et al.*, 2006; NASKAR *et al.*, 2019; WANG *et al.*, 2022).

Assim, a utilização de nanoprodutos agrícolas vem ganhando destaque no mercado, sendo impulsionadas pela facilidade de uso, atuando diretamente na proteção contra o patógeno ou como nanocarreadores de diversas moléculas (DUTTA *et al.*, 2022; MARWAL *et al.*, 2020), possuindo características físico-químicas especiais, que permitam interações facilitadas com microrganismos e indução de defesa vegetal (WARGHANE *et al.*, 2024). Assim, os nanomateriais surgem como uma alternativa inovadora no controle de doenças de plantas, oferecendo soluções eficazes para a detecção precoce de patógenos, a redução da carga microbiana e a indução da resposta imune das plantas. Sua aplicação na agricultura permite o desenvolvimento de estratégias mais sustentáveis, reduzindo a dependência de pesticidas convencionais e minimizando impactos ambientais. Além disso, os nanomateriais apresentam potencial para superar desafios como a resistência a agroquímicos e a sucessão de patógenos durante o ciclo de cultivo (RAJWADE *et al.*, 2020).

Diante desse cenário, o desenvolvimento de sistemas nanoestruturados à base de compostos bioativos, como o AS, encapsulado em polímeros naturais como a quitosana, apresenta-se como uma abordagem promissora para potencializar os mecanismos de defesa vegetal e promover o manejo sustentável de doenças nas culturas agrícolas. Nesse contexto, este trabalho tem como objetivo desenvolver e caracterizar nanocápsulas de ácido salicílico (AS) utilizando quitosana/tripolifosfato (QS/TPP) como polímero encapsulante, por meio da técnica de gelificação iônica, visando à obtenção de um sistema reprodutível e eficiente. A proposta é direcionada ao uso agrônômico, com foco na aplicação em plantas para indução de resistência a estresses bióticos, contribuindo com soluções inovadoras e sustentáveis para a agricultura como a defesa vegetal.

2 METODOLOGIA

2.1 Síntese de nanocápsulas

Para a síntese das nanocápsulas de QS/TPP carregadas com ácido salicílico (AS) foi utilizada a técnica de gelificação iônica reportada por Jiang *et al.* (2024), com modificações. Inicialmente, foi preparada uma solução aquosa de quitosana (Êxodo Científica, pureza mínima de 93%, baixa densidade, viscosidade 50-800 mPAs⁻¹) a 1,0 mg/mL juntamente com o ácido salicílico (Dinâmica) em diferentes concentrações (0,01%, 0,05%, 0,1% e 0,2% m/v) e ácido acético a 1%, sob agitação magnética por 30 min e subsequente ajuste de pH para 4,7. Já a solução de TPP foi realizada a 1,0 mg/mL. Todas as soluções foram preparadas e mantidas a 4°C, e, filtradas a vácuo por pré-filtro de fibra de vidro de 47 µm para remoção de insolúveis e matéria indesejada. Em seguida, as soluções de QS com AS foram submetidas a dispersor Ultra Turrax (BF2DIH 27000, Biofoco) a 10.000 rpm e 10 mL da solução de TPP foi adicionada gota a gota em 50 mL da solução QS com AS para obtenção das nanocápsulas QS/TPP carregadas com AS. Todos os outros reagentes utilizados eram de grau analítico. Para garantir a precisão dos dados, os experimentos foram repetidos três vezes.

2.2 Eficiência de encapsulamento (EE%)

As nanocápsulas QS/TPP carregadas com AS foram separadas por centrifugação (NT 810, Novatecnica) a 4.000 rpm por 30 min. A quantidade de AS não

encapsulado presente no sobrenadante foi medido por espectrofotometria (SP-22, Bioespectro), conforme Sá (2006), em comprimento de onda de 530 nm. A eficiência de encapsulamento (EE%) foi calculada com base na diferença entre a massa de AS presente na solução de partida, ou seja, antes da formação das nanocápsulas ($m_{inicial}$) e a massa de AS livre (m_{livre}) detectada no sobrenadante após a centrifugação. O cálculo foi realizado de acordo com a Equação 1:

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

A quantificação de AS livre foi feita com base em uma curva de calibração construída previamente, descrita pela equação $y = 10.422x + 0,0089$ ($r^2 = 0,9994$).

2.3 Caracterização das nanocápsulas

2.3.1 Tamanho de partícula, índice de polidispersão (PDI) e potencial zeta

O índice de polidispersão (PDI) e o diâmetro das formulações de nanocápsulas foram determinados por meio da técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS), utilizando o equipamento Zetasizer Pro (Malvern Instruments, Malvern, Reino Unido). As medições do potencial zeta (mV) foram realizadas com base na eletroforese a laser Doppler, utilizando o mesmo aparelho. As análises das amostras foram conduzidas em triplicata, com o detector posicionado a um ângulo fixo de 90° e sob temperatura de 25 °C.

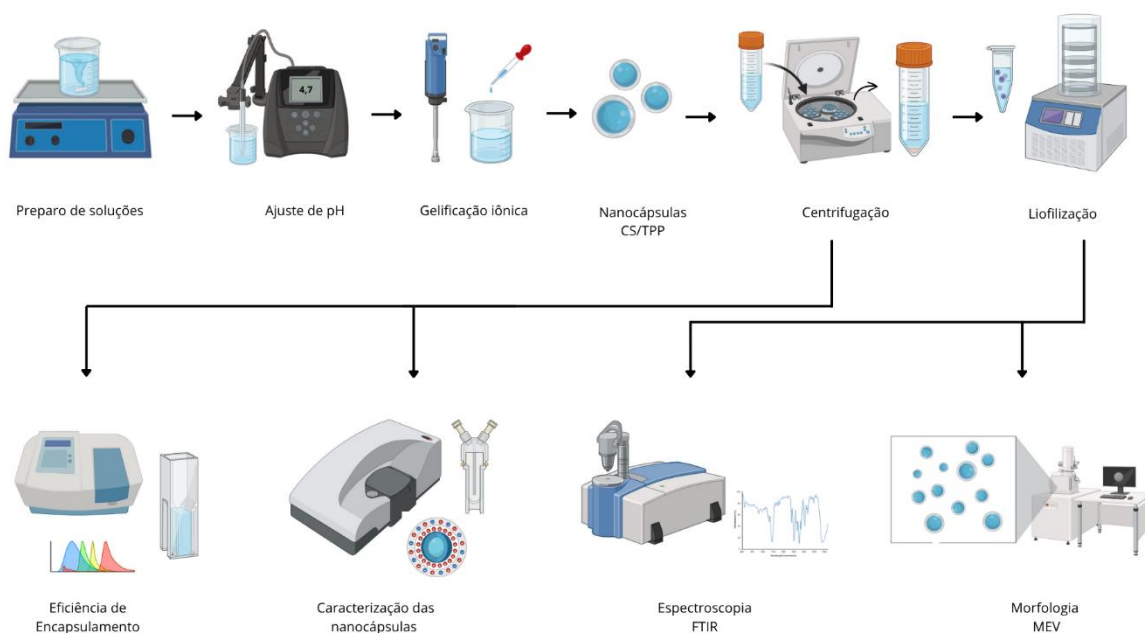
2.3.2 Morfologia por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A micromorfologia das nanocápsulas, incluindo a textura superficial, estrutura tridimensional e dimensões, foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram analisadas amostras contendo apenas QS/TPP, bem como amostras com carregamento de ácido salicílico a 0,01%, liofilizadas. As amostras foram ressuspensas em água destilada e depositadas sobre lamínulas, posteriormente alocadas sobre stubs metálicos até a completa evaporação da água. Em seguida, as amostras foram submetidas a deposição metálica com ouro (Denton Vacuum, Desk V, Moorestown, New Jersey, USA), conforme protocolo descrito por Bozzola e Russel (1992). A investigação e a documentação do material foram efetuadas em microscópio eletrônico de varredura (Jeol, JSM – 6610, Thermo Scientific, Tokyo, Japan). As análises foram conduzidas no Laboratório Multiusuário de Microscopia de Alta Resolução (LabMic) da Universidade Federal de Goiás, Campus Samambaia.

2.3.3 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi realizada usando um espectrômetro FTIR (IRSpirit, Shimadzu) no modo de reflectância total atenuada (ATR), no intervalo de 400 a 4000 cm^{-1} , com 32 varreduras por amostra e resolução de 4 cm^{-1} . Amostras de nanocápsulas de QS-AS com concentração de 0,01% foram liofilizadas (SL-404, Solab Científica) a -49 °C e -678 mmHg por 24 h para análise, além disso, amostras de QS e AS comerciais foram analisadas e comparadas.

Figura 1 - Resumo do processo de produção e caracterização de nanocápsulas QS/TPP carregadas com AS.



Fonte: as autoras (2025)

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização das nanopartículas

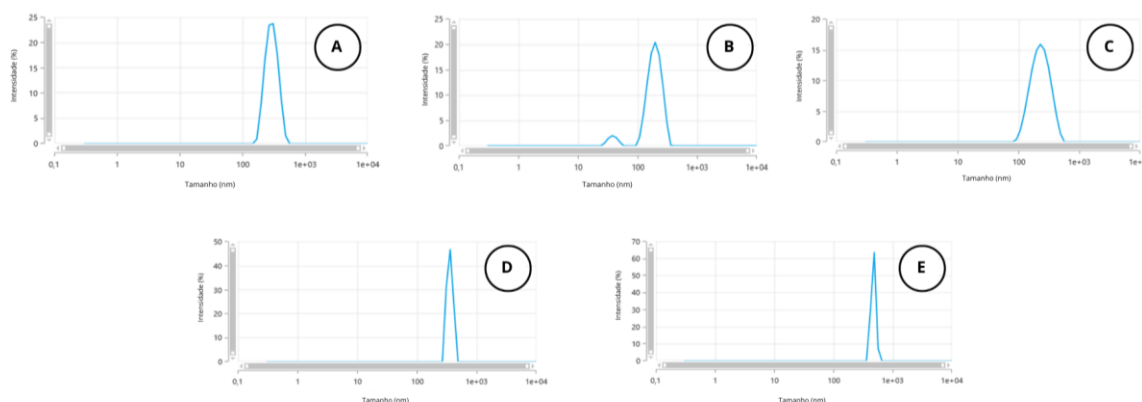
Tabela 1 - Caracterização das nanopartículas de QS/TPP com diferente teor de AS.

Teor de AS (% m/v)	Diâmetro (nm)	Polidispersão	Zeta (mV)
0	328	0,42 ± 0,04	15,60 ± 1,43
0,01	237	0,38 ± 0,03	30,5 ± 1,30
0,05	870	0,51 ± 0,05	24,38 ± 2,32
0,1	585	0,55 ± 0,02	26,54 ± 2,32
0,2	2773	1	25,67 ± 0,37

Fonte: As autoras (2025)

Em Tabela 1 observa-se que, embora todas as formulações tenham sido preparadas com a mesma razão molar entre quitosana e TPP, a variação na concentração de ácido salicílico (AS) influenciou significativamente o diâmetro hidrodinâmico médio das nanocápsulas, que variaram entre aproximadamente 237 nm e 2773 nm. Essa amplitude está dentro do intervalo descrito na literatura para sistemas baseados em quitosana, Sreekumar (2018) e colaboradores, relatam variações de 200 a 2500 nm, geralmente em função da razão molar NH_2/PO_4 . No entanto, diferentemente desses estudos, a presente formulação manteve constante a proporção entre os polímeros, sendo a variação de tamanho atribuída exclusivamente ao teor de AS. Tais resultados sugerem que o aumento da concentração do fármaco pode promover alterações na organização estrutural das nanopartículas.

Figura 2 - Distribuição do diâmetro (nm) das nanocápsulas de QS/TPP com diferentes concentrações de ácido salicílico. A1 (0%); B1 (0,01%); C1 (0,05%); D1 (0,1%) e E1 (2%).



Fonte: As autoras (2025)

A formação de picos acima de 1000 nm, especialmente nas concentrações mais elevadas de ácido salicílico, pode ser atribuída à presença de agregados, conforme descrito por Pereira (2017) e colaboradores ao estudarem nanopartículas de e quitosana/tripolifosfato e alginato/quitosana com ou sem ácido giberélico. Segundo Wu, Zhang e Watanabe (2011), essa agregação é favorecida pela elevada energia superficial total das nanopartículas, resultante de sua ampla área de superfície, que é termodinamicamente desfavorável. Como consequência, as partículas tendem a se aglomerar para minimizar essa energia, o que pode comprometer a estabilidade da suspensão. Os autores ainda destacam que a introdução de estabilizantes é uma estratégia comum para evitar tais efeitos indesejáveis. Contudo, as formulações do presente estudo não utilizaram agentes estabilizantes, o que pode ter favorecido a formação de agregados e contribuído para o aumento expressivo do tamanho das partículas em concentrações mais altas de AS.

Os valores de índice de polidispersividade (PDI) obtidos para as formulações variaram entre 0,30 e 0,61, indicando diferentes níveis de homogeneidade no tamanho das nanopartículas. De modo geral, PDI inferiores a 0,3 são considerados bons indicativos, sendo uma distribuição monodispersa, enquanto valores acima de 0,5 sugerem sistemas heterogêneos e com ampla variação de tamanhos (PEREIRA, 2017). No presente estudo, a formulação com 0,01% de AS apresentou o menor PDI (0,30), demonstrando maior uniformidade na distribuição das partículas. Em contrapartida, a formulação com 0,2% de AS atingiu o maior PDI (0,61), indicando maior heterogeneidade, possivelmente associada à formação de agregados em razão da elevada carga de fármaco.

Em relação aos valores de potencial zeta obtidos para as formulações variaram entre 15,6 mV e 30,5 mV, indicando superfícies carregadas positivamente em todas as amostras, o que é esperado para sistemas baseados em quitosana devido à presença de grupos amina protonados (RAMPINO *et al.*, 2013). A amostra controle (0% de AS) apresentou potencial zeta de 15,6 mV, enquanto a adição de 0,01% de AS resultou no maior valor observado, de 30,5 mV. As demais formulações mantiveram-se dentro de uma faixa relativamente estável. Esses resultados sugerem que a incorporação de ácido salicílico influencia moderadamente a carga superficial das nanopartículas, especialmente nas concentrações mais baixas. Potenciais zeta acima de ± 20 mV são geralmente considerados suficientes para garantir uma estabilidade

coloidal razoável, especialmente em sistemas que apresentam estabilização eletrostática e estérica combinada (PARDEIKE; MÜLLER, 2010).

A formação, o tamanho e a estabilidade das nanopartículas de quitosana estão diretamente relacionados à concentração do polímero e ao seu peso molecular. Fan (2012) e colaboradores observaram que quitosana em baixa concentração pode formar nanopartículas estáveis mesmo em baixas razões de massa quitosana:TPP, enquanto em concentrações mais altas são necessárias razões maiores para garantir estabilidade. Isso é atribuído à diminuição da distância entre as cadeias com o aumento da concentração de quitosana, favorecendo a reticulação entre as próprias cadeias em detrimento da reticulação com o TPP. Além da concentração, o peso molecular da quitosana também exerce influência significativa, pois polímeros com maior viscosidade, como os utilizados neste estudo (80–500 mPa·s), tendem a formar estruturas maiores e menos homogêneas, com maior tendência à agregação e valores mais altos de índice de polidispersão (PDI). Essa característica se deve à maior extensão das cadeias poliméricas, que intensifica o enredamento físico entre as moléculas e dificulta a difusão uniforme do agente reticulante (TPP), comprometendo a uniformidade e a estabilidade coloidal do sistema. Nesse contexto, a incorporação crescente de ácido salicílico (AS) nas formulações pode ter contribuído para a instabilidade observada em concentrações mais altas, uma vez que o fármaco pode interferir nas interações entre quitosana e TPP, competindo por espaço na matriz polimérica e alterando a dinâmica de reticulação. Assim, em um sistema com quitosana de médio a alto peso molecular e concentração limitada, a presença de maiores quantidades de AS pode acentuar a formação de agregados e aumentar a heterogeneidade do sistema, refletida nos maiores valores de tamanho e PDI observados.

3.2 Inspeção visual da formação de nanopartículas

A Figura 3 apresenta a inspeção visual das formulações logo após o processo de síntese por gelificação iônica, antes da centrifugação. As amostras A3, B3, C3, D3 e E3 correspondem às formulações contendo ácido salicílico (AS) nas concentrações de 0% (fórmula controle, apenas QS/TPP), 0,01%, 0,05%, 0,1% e 0,2%, respectivamente. Foi possível observar alterações visuais progressivas nas suspensões, como aumento da opacidade, sugerindo influência direta da concentração do princípio ativo na formação inicial das nanocápsulas, o que é comum no método de gelificação iônica. Em contraste, a amostra A3, composta apenas por quitosana (QS) e tripolifosfato (TPP), apresentou aspecto mais límpido, com leve opacidade e baixa turbidez, o que está de acordo com a formação de uma dispersão coloidal típica de nanopartículas QS/TPP, na ausência de interferência do fármaco (HOANG *et al.*, 2022).

Figura 3 - Aspecto visual das formulações de nanocápsulas de QS/TPP contendo diferentes concentrações de AS imediatamente após a síntese. A3 (0%); B3 (0,01%); C3 (0,05%); D3 (0,1%) e E3 (2%).



Fonte: as autoras (2025)

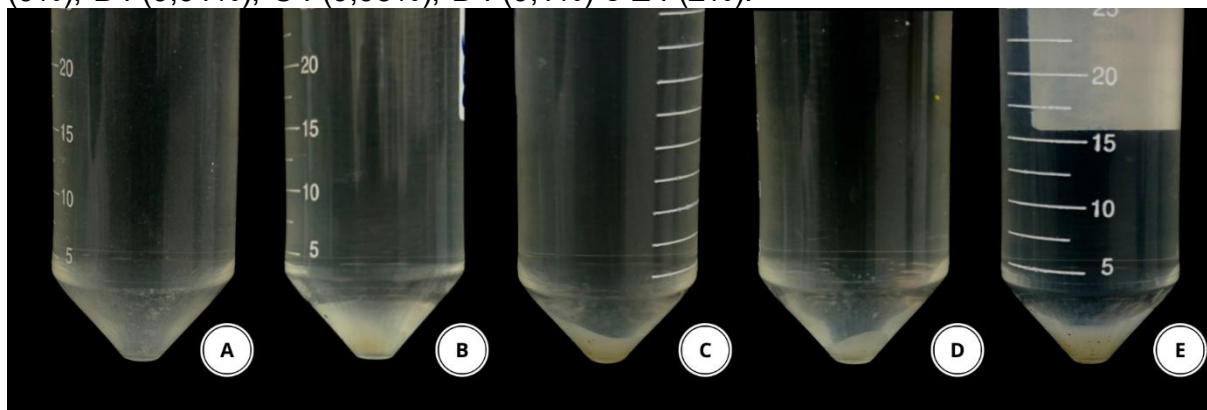
As amostras B3, C3, D3 e E3, que contêm AS em diferentes concentrações de

0,01%, 0,05%, 0,1% e 0,2% respectivamente, apresentaram aumento progressivo da opacidade da suspensão, evidenciado pela coloração esbranquiçada crescente do meio reacional. Esse comportamento indica um incremento na formação de nanocápsulas à medida que se eleva a concentração de AS.

Na amostra B3, observa-se uma leve turvação em relação ao controle, porém com boa homogeneidade da dispersão. A turbidez é mais acentuada nas amostras C3, D3 e E3, com aparência uniforme e sem separação visível de fases, sugerindo condições ideais para a formação de nanopartículas estáveis.

Já em Figura 4, ilustra-se a formação de nanocápsulas após o processo de síntese por gelificação iônica e posterior centrifugação das amostras. A inspeção visual do sedimento no fundo dos tubos permite inferir a eficiência da formação das nanocápsulas sob diferentes concentrações do princípio ativo.

Figura 4 - Avaliação visual das formulações de nanopartículas de QS/TPP contendo diferentes concentrações de AS após centrifugação a 4.000rpm por 30 minutos. A4 (0%); B4 (0,01%); C4 (0,05%); D4 (0,1%) e E4 (2%).



Fonte: as autoras (2025)

Na amostra A4, que representa a formulação controle, observa-se a presença discreta de sedimento esbranquiçado, indicando a formação de nanopartículas de QS/TPP, ainda que em baixa quantidade, como esperado na ausência do AS. Já as amostras B4, C4, D4 e E4 contendo QS/TPP e AS em diferentes concentrações, exibem um aumento no material precipitado gradualmente, o que sugere que mesmo concentrações mínimas do fármaco já influenciam a encapsulação das nanopartículas.

A amostra B4, embora apresente um leve aumento do sedimento em comparação à amostra controle, exibe um depósito mais disperso e menos aglomerado, indicando partículas menores (Tabela 1) e menor tendência à agregação. Já as amostras C4, D4 e E4 demonstraram sedimentos mais evidentes e opacos, que podem comprometer o equilíbrio do sistema por conta da agregação.

Essas observações reforçam a ideia de que a incorporação do ácido salicílico tem influência na quantidade de nanopartículas formadas, e nas características físico-químicas visíveis da suspensão, sendo as concentrações intermediárias (0,05% e 0,1%) potencialmente mais adequadas para manter a estabilidade coloidal sem induzir agregação.

3.3 Eficiência de encapsulamento

A eficiência de encapsulamento (EE%) das nanopartículas foi determinada por espectrofotometria após centrifugação das amostras e a EE% foi calculada com base

na diferença entre a massa inicial de AS presente na solução de partida e a massa de AS não encapsulado no sobrenadante, conforme a Equação 1 apresentada.

Os resultados, apresentados na Tabela 1, demonstraram que todas as formulações contendo AS alcançaram elevadas eficiências de encapsulamento, variando entre 94,2% e 95,7%. O valor mais alto foi observado na formulação com concentração de AS de 0,1%, que apresentou EE% de 95,7%. Apesar dessa variação numérica, a análise dos desvios-padrão indicou sobreposição entre os valores médios, sugerindo ausência de diferença estatística significativa entre os grupos. Para reduzir a variabilidade relativa e melhor visualizar possíveis tendências, foi aplicada transformação logarítmica (\log_{10}) aos dados. Ainda assim, os valores transformados permaneceram próximos, indicando que, nas concentrações avaliadas (0,01% a 0,2%), o teor de ácido salicílico não influenciou significativamente a eficiência de encapsulação. Esse comportamento reforça a robustez do sistema CS/TPP, que se mostrou eficiente mesmo em diferentes concentrações de fármaco. Esses dados corroboram com os resultados obtidos por outros estudos utilizando o sistema CS/TPP. Pereira (2017) e colaboradores relataram uma eficiência de encapsulação de 90% para nanopartículas CS/TPP. De maneira semelhante, Vimal (2012) e colaboradores observaram uma eficiência de 79,9% na encapsulação de nanopartículas CS/TPP associadas com DNA.

Tabela 2 - Eficiência de encapsulamento de nanocápsulas CS/TPP com AS em diferentes concentrações

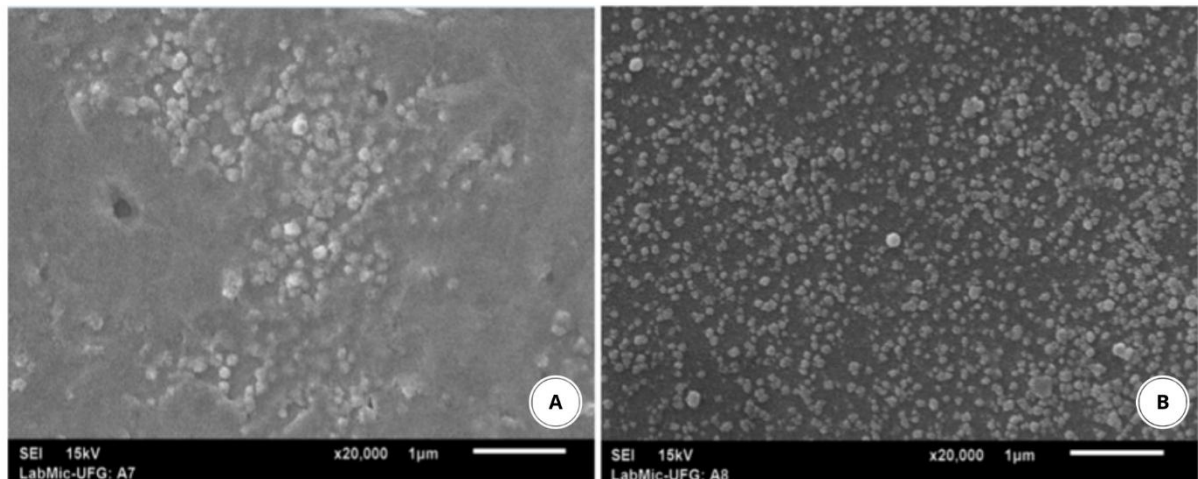
Teor de AS (% , m/v)	EE%	\log_{10}
0	-	-
0,01	94,2 ± 0,69	1,974
0,05	95,5 ± 0,29	1,980
0,1	95,7 ± 0,58	1,981
0,2	94,7 ± 0,61	1,976

Fonte: As autoras (2025)

3.4 Morfologia por MEV

A utilização do MEV permitiu a caracterização morfológica das nanopartículas de QS/TPP controle (Figura 4) e QS/TPP carregadas com AS a 0,01% (Figura 4). É possível observar que nos dois tratamentos as nanopartículas apresentam estruturas esféricas e dispersas. No entanto, para o tratamento com QS/TPP carregadas com AS é possível observar que as nanopartículas eram mais uniformes e regulares, quando comparadas ao tratamento QS/TPP, que se demonstram mais aglutinadas, mas ainda é possível visualizar as nanocápsulas (Figura 4).

Figura 5 - Micrografias de microscopia eletrônica de varredura. A5 (QS/TPP) e B5 (QS/TPP carregadas com AS 0,01%). Aumento de 20.000 vezes.



Fonte: As autoras (2025)

3.5 Espectroscopia por FTIR

A espectroscopia FTIR foi utilizada para identificar possíveis interações químicas entre os componentes da formulação. No Gráfico 1 apresenta-se os espectros comparativos da amostra de quitosana pura (QS) e das nanocápsulas carregadas com ácido salicílico (QS+AS) a 0,01%.

A banda larga observada em $\sim 3420\text{ cm}^{-1}$, atribuída ao estiramento O–H e N–H, apresentou leve deslocamento e alargamento na presença de AS, sugerindo o fortalecimento de ligações de hidrogênio, como também descrito por Jiang (2024), que observou deslocamento semelhante (de 3350 para 3440 cm^{-1}) em nanopartículas CS/TPP.

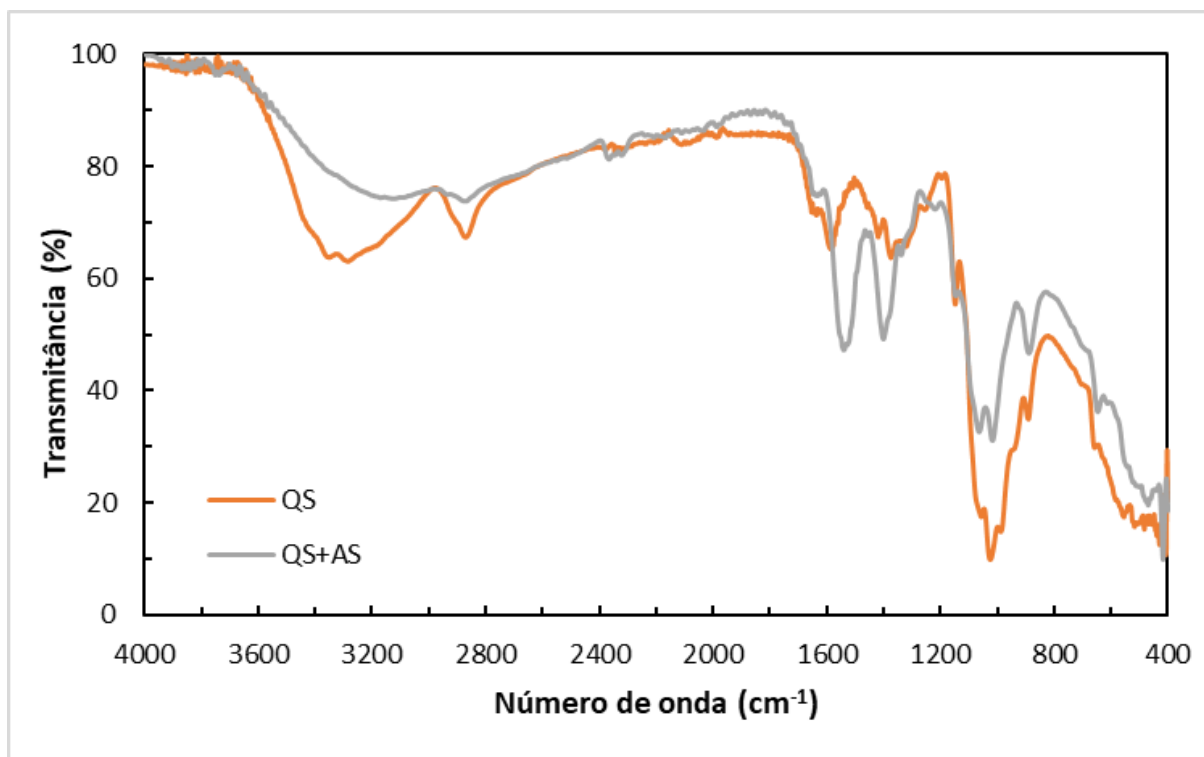
Na região de $1650\text{--}1660\text{ cm}^{-1}$, correspondente à vibração de estiramento do grupo carbonila (C=O) da amida, observou-se nos espectros da formulação QS+AS uma diminuição na intensidade e um leve deslocamento dessa banda em relação à quitosana pura. Esse comportamento é indicativo da participação do grupo carbonila em interações intermoleculares, como ligações de hidrogênio ou eletrostáticas, especialmente com o tripolifosfato de sódio (TPP) e o ácido salicílico (AS). Jiang (2024) e colaboradores também descreveram a diminuição e até o desaparecimento da banda em 1658 cm^{-1} após a reticulação da quitosana com TPP, reforçando a ideia de que os grupos amida participam ativamente da formação da rede polimérica. De maneira semelhante, Vimal (2012) e colaboradores observaram a alteração dessa banda de 1647 para 1738 cm^{-1} em nanopartículas CS/TPP, confirmando sua sensibilidade a interações estruturais. Hoang (2022) e colaboradores, por sua vez, registraram deslocamento da mesma região de 1656 para 1640 cm^{-1} após encapsulação, também sugerindo reorganização da rede polimérica.

Ainda mais significativa foi a alteração observada na banda de aproximadamente 1585 cm^{-1} , associada à flexão angular do grupo amino primário (--NH_2) da quitosana. Na formulação QS+AS, essa banda se deslocou para cerca de 1540 cm^{-1} , o que é amplamente reconhecido na literatura como um forte indicativo da reticulação iônica entre os grupos amina da quitosana e os grupos fosfato do TPP. Vimal (2012) e colaboradores relataram deslocamento idêntico ($1588 - 1540\text{ cm}^{-1}$), atribuindo-o à formação de interações eletrostáticas com TPP. Da mesma forma, Hoang (2022) e colaboradores observaram o deslocamento de 1597 para 1540 cm^{-1} , enquanto Jiang (2024) e colaboradores registraram a mudança de 1589 para 1580

cm⁻¹.

Esses deslocamentos são, portanto, evidências claras de que os grupos funcionais da quitosana participaram ativamente da formação das nanopartículas via gelificação iônica, e que o AS, ao ser incorporado à matriz, influenciou a reorganização estrutural da rede.

Figura 6 - Espectros de FTIR da QS pura e das nanocápsulas QS/TPP carregadas com ácido salicílico a 0,01% (QS+AS).



Fonte: As autoras (2025)

4. CONCLUSÕES

A síntese de nanocápsulas de QS/TPP carregadas com AS por gelificação iônica demonstrou ser eficiente e reproduzível, resultando em sistemas coloidais visualmente estáveis e com características adequadas para aplicações agrônomicas. A inspeção visual das suspensões indicou que o aumento da concentração de AS promove maior opacidade, o que pode estar relacionado ao incremento na formação de nanocápsulas. A avaliação pós-centrifugação revelou que o volume de sedimento aumentou progressivamente com a concentração de AS, enquanto a morfologia do sedimento variou entre as formulações, refletindo diferenças na dispersão e agregação das partículas.

Neste estudo, foi possível desenvolver nanopartículas de QS/TPP incorporando AS com elevada eficiência de encapsulamento e características físico-químicas compatíveis com sistemas coloidais estáveis. Observou-se que a concentração de AS influencia diretamente o tamanho, a homogeneidade e a estabilidade das formulações. A análise por FTIR confirmou a reticulação entre quitosana e TPP, bem como a incorporação do ácido salicílico na matriz polimérica, evidenciando a formação eficiente das nanocápsulas. Mesmo sem o uso de

estabilizantes, os sistemas apresentaram potencial zeta adequado e morfologia esférica com maior uniformidade na presença do AS, confirmando sua viabilidade para aplicações futuras em sistemas de liberação controlada de compostos bioativos.

Apesar dos resultados promissores, este estudo se limita à caracterização físico-química das formulações. Portanto, são necessários estudos futuros *in vivo*, com aplicação direta das nanocápsulas em plantas, para avaliar sua eficácia como bioestimulante e seu desempenho na indução de resistência e controle de doenças sob condições reais de cultivo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a FAPESC pela concessão da bolsa e ao Instituto Federal de Santa Catarina (IFSC) Campus Lages pelo suporte ao longo do curso e estrutura laboratorial necessárias à realização deste trabalho, bem como minhas orientadoras e a Naomi Borges por seu suporte técnico-científico. Ademais, agradeço a Professora Valdneá Casagrande (IF Goiano), Professor Fábio Nascimento (UDESC-CAV) e Professor Michael Nunes (IFSC) pela parceria e apoio técnico, que contribuíram significativamente para o desenvolvimento do projeto.

REFERÊNCIAS

ARIF, Tasleem *et al.* Salicylic acid as a peeling agent: a comprehensive review. **Clinical, Cosmetic And Investigational Dermatology**, p. 455, ago. 2015. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.2147/ccid.s84765>.

BAYDA, Samer *et al.* The History of Nanoscience and Nanotechnology: from chemical physical applications to nanomedicine. **Molecules**, v. 25, n. 1, p. 112, 27 dez. 2019. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/molecules25010112>.

BOZZOLA, J.J. & RUSSELL, L.D. 1992. Electron microscopy. **Jones and Bartlett Publishers**, Boston.

DUTTA, Pranab *et al.* Advances in Nanotechnology as a Potential Alternative for Plant Viral Disease Management. **Frontiers In Microbiology**, v. 13, 30 jun. 2022. Frontiers Media SA. <http://dx.doi.org/10.3389/fmicb.2022.935193>.

FAN, Wen *et al.* Formation mechanism of monodisperse, low molecular weight chitosan nanoparticles by ionic gelation technique. **Colloids And Surfaces B: Biointerfaces**, v. 90, p. 21-27, fev. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfb.2011.09.042>.

HOANG, Nguyen Huy *et al.* Efficacy of Chitosan Nanoparticle Loaded-Salicylic Acid and -Silver on Management of Cassava Leaf Spot Disease. **Polymers**, v. 14, n. 4, p. 660, 9 fev. 2022. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/polym14040660>.

HU, Jing *et al.* When nano meets plants: a review on the interplay between nanoparticles and plants. **Nano Today**, v. 38, p. 101143, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.nantod.2021.101143>.

JIANG, Tianying *et al.* Synthesis, characterization of chitosan/tripolyphosphate

nanoparticles loaded with 4-chloro-2-methylphenoxyacetate sodium salt and its herbicidal activity against *Bidens pilosa* L. **Scientific Reports**, v. 14, n. 1, 13 ago. 2024. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1038/s41598-024-69438-9>.

KOO, Young Mo *et al.* Salicylic Acid as a Safe Plant Protector and Growth Regulator. **The Plant Pathology Journal**, v. 36, n. 1, p. 1-10, 1 fev. 2020. Korean Society of Plant Pathology. <http://dx.doi.org/10.5423/ppj.rw.12.2019.0295>.

KUMAR, Dharendra *et al.* Salicylic acid signaling in disease resistance. **Plant Science**, v. 228, p. 127-134, nov. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.plantsci.2014.04.014>.

LABIB, R. *et al.* A kinetic-based safety assessment of consumer exposure to salicylic acid from cosmetic products demonstrates no evidence of a health risk from developmental toxicity. **Regulatory Toxicology And Pharmacology**, v. 94, p. 245-251, abr. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.yrtph.2018.01.026>.

LIU, Junli *et al.* Salicylic Acid, a Multifaceted Hormone, Combats Abiotic Stresses in Plants. **Life**, v. 12, n. 6, p. 886, 14 jun. 2022. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/life12060886>.

LU, Hua *et al.* Dissection of salicylic acid-mediated defense signaling networks. **Plant Signaling & Behavior**, v. 4, n. 8, p. 713-717, ago. 2009. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.4161/psb.4.8.9173>.

MALIK, Shiza *et al.* Nanotechnology: a revolution in modern industry. **Molecules**, v. 28, n. 2, p. 661, 9 jan. 2023. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/molecules28020661>.

MARWAL, Avinash *et al.* Nanophytovirology: an emerging field for disease management. **Plant Diseases - Current Threats And Management Trends**, p. 1-2, 15 abr. 2020. IntechOpen. <http://dx.doi.org/10.5772/intechopen.86653>.

NASKAR, Sweet *et al.* Chitosan-based nanoparticles: an overview of biomedical applications and its preparation. **Journal Of Drug Delivery Science And Technology**, v. 49, p. 66-81, fev. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jddst.2018.10.022>.

NNI, National Nanotechnology Initiative. **About Nanotechnology**. Disponível em: <https://www.nano.gov/about-nanotechnology>. Acesso em: 25 mai. 2025.

PARAMO, Luis A. *et al.* Nanoparticles in Agroindustry: applications, toxicity, challenges, and trends. **Nanomaterials**, v. 10, n. 9, p. 1654, 23 ago. 2020. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano10091654>.

PEREIRA, Anderson Espirito Santo *et al.* Chitosan nanoparticles as carrier systems for the plant growth hormone gibberellic acid. **Colloids And Surfaces B: Biointerfaces**, v. 150, p. 141-152, fev. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfb.2016.11.027>.

RAJWADE, Jyutika M. *et al.* Nanomaterials: new weapons in a crusade against

phytopathogens. **Applied Microbiology And Biotechnology**, v. 104, n. 4, p. 1437-1461, 3 jan. 2020. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s00253-019-10334-y>.

RAMPINO, Antonio *et al.* Chitosan nanoparticles: preparation, size evolution and stability. **International Journal Of Pharmaceutics**, [S.L.], v. 455, n. 1-2, p. 219-228, out. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpharm.2013.07.034>.

RINAUDO, Marguerite *et al.* Chitin and chitosan: properties and applications. **Progress In Polymer Science**, v. 31, n. 7, p. 603-632, jul. 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2006.06.001>.

SÁ, Éder da Silva e. **Determinação espectrofotométrica de ácido salicílico em produtos dermatológicos**. 2006. Monografia (Curso de Química) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006. Disponível em: https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/105133/Eder_da_Silva_Sa.pdf?sequence=1. Acesso em: 21 mar. 2025.

SREEKUMAR, Sruthi *et al.* Parameters influencing the size of chitosan-TPP nano- and microparticles. **Scientific Reports**, [S.L.], v. 8, n. 1, 11p., 16 mar. 2018. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1038/s41598-018-23064-4>.

TALEBIAN, Sepehr *et al.* Facts and Figures on Materials Science and Nanotechnology Progress and Investment. **Acs Nano**, v. 15, n. 10, p. 15940-15952, 29 jul. 2021. American Chemical Society (ACS).

VIMAL, S. *et al.* Synthesis and characterization of CS/TPP nanoparticles for oral delivery of gene in fish. **Aquaculture**, [S.L.], v. 358-359, p. 14-22, ago. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.aquaculture.2012.06.012>.

WANG, Jianlong *et al.* Chitosan-based materials: preparation, modification and application. **Journal Of Cleaner Production**, v. 355, p. 131825, jun. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.131825>.

WARGHANE, Ashish *et al.* Application of nanoparticles for management of plant viral pathogen: current status and future prospects. **Virology**, v. 592, n. 109998. 2024. <https://doi.org/10.1016/j.virol.2024.109998>.

WU, Libo; ZHANG, Jian; WATANABE, Wiwik. Physical and chemical stability of drug nanoparticles. **Advanced Drug Delivery Reviews**, [S.L.], v. 63, n. 6, p. 456-469, maio 2011. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.addr.2011.02.001>.