**Síntese e caracterização de nanozeína carregada com óleo essencial de
*Tagetes minuta***

Synthesis and characterization of nanozein with Tagetes minuta essential oil

Maria Eduarda Müller de Ávila Daboit¹, Michael Ramos Nunes², Cleonice Gonçalves da Rosa¹

¹Laboratório Multiusuário de Resíduos e Alternativas Sustentáveis, Programa de Pós-Graduação em Ambiente e Saúde, Universidade do Planalto Catarinense, Lages, Santa Catarina, Brasil.

²Instituto federal de Santa Catarina, Lages, Santa Catarina, Brasil.

*Autora para correspondência: mariaeduardam.a.d@uniplaclages.edu.br

RESUMO

O uso de nanopartículas na área da saúde tem crescido nos últimos anos, com destaque para aplicações em sistemas de liberação, como os nanofármacos. Este estudo teve como objetivo sintetizar e caracterizar nanocápsulas de zeína contendo óleo essencial de *Tagetes minuta*, família Asteraceae, utilizando dois métodos de encapsulação por nanoprecipitação: ultrassom de sonda e homogeneizador tipo Turrax. As nanocápsulas foram preparadas a partir da incorporação do óleo essencial em matrizes de zeína, seguida de análise do diâmetro médio hidrodinâmico, índice de polidispersão (PDI) e potencial zeta, por meio de espectroscopia de espalhamento dinâmico de luz (DLS) em analisador NanoZetasizer. As formulações obtidas com o Turrax apresentaram partículas de menor tamanho (~209 nm) e valores mais baixos de potencial zeta (~11,5 mV), enquanto o ultrassom de sonda gerou partículas maiores (~278 nm), com maior potencial zeta (~14,5 mV). Concluímos que os dois métodos geram sistemas nanoestruturados com características distintas; partículas menores obtidas com o Turrax tendem a apresentar menor estabilidade eletrocinética, evidenciada pelo potencial zeta reduzido. Analogamente, o método por ultrassom demonstrou maior PDI indicando uma heterogeneidade maior de tamanho entre as partículas do que o método com homogeneizador tipo Turrax. Portanto, os métodos devem ser ponderados devido ao objetivo da formulação, se a busca for uma

maior estabilidade coloidal o ultrassom de sonda com maior potencial zeta é mais indicado, porém, se o objetivo são partículas menores o homogeneizador tipo Turrax é mais indicado.

Palavras-chave: nanopartículas; ultrassom de sonda; Turrax.

ABSTRACT

The use of nanoparticles in the health care area has grown in recent years, with emphasis on applications in delivery systems, such as nanopharmaceuticals. This study aimed to synthesize and characterize zein nanocapsules containing *Tagetes minuta*, *Asteraceae* family, essential oil, using two encapsulation methods by nanoprecipitation: probe ultrasound and Turrax homogenizer. The nanocapsules were prepared by incorporating the essential oil into zein matrices, followed by analysis of the mean hydrodynamic diameter, polydispersity index (PDI) and zeta potential, by means of dynamic light scattering (DLS) spectroscopy in a NanoZetasizer analyzer. The formulations obtained with Turrax presented smaller particles (~209 nm) and lower zeta potential values (~11.5 mV), while probe ultrasound generated larger particles (~278 nm), with higher zeta potential (~14.5 mV). We conclude that the two methods generate nanostructured systems with distinct characteristics. Smaller particles obtained with Turrax tend to present lower electrokinetic stability, evidenced by the reduced zeta potential. Similarly, the ultrasound method demonstrated a higher PDI indicating greater size heterogeneity between particles than the method with a Turrax-type homogenizer. Therefore, the methods should be considered according to the objective of the formulation. If the aim is greater colloidal stability, ultrasound with a probe with a higher zeta potential is more suitable. However, if the objective is smaller particles, Turrax homogenizer is more suitable.

Keywords: nanoparticles; probe ultrasound; Turrax.

1 INTRODUÇÃO

O óleo essencial de *Tagetes minuta* possui em seus componentes majoritários as seguintes substâncias: (Z)-ocimenona, (E)-ocimenona, (Z)- β -ocimeno, limoneno, (Z)-tagetona e dihidrotagetona. Apresenta propriedades como: atividade citotóxica moderada contra células tumorais da mama MCF-7, atividade antioxidante, antimicrobiana, antihelmíntica e antifúngica.

Podendo prevenir doenças atribuídas a radicais livres, como a aterosclerose e reumatismo, pela proteção contra o estresse oxidativo (Santos *et al.*, 2017; Sartor *et al.*, 2025).

Entretanto, apesar do uso médico de óleos essenciais há tempos através de conhecimentos empíricos, é de fundamental importância a pesquisa e o desenvolvimento de métodos baseados em evidência. Porém, isto é dificultado pela volatilidade, complexidade química e insolubilidade em água dos óleos essenciais. Conseqüentemente, a nanoencapsulação do óleo essencial de *Tagetes minuta* é essencial para melhor emprego de suas propriedades médicas (Giarratana *et al.*, 2017; Nascimento *et al.*, 2007).

Nanocápsulas são sintetizadas a partir de um invólucro polimérico que envolve um núcleo, onde é encontrado o composto ativo, esse arranjo melhora a estabilidade, diminui ações oxidantes, diminui o contato do composto ativo com outras substâncias e permite liberações controladas do mesmo (Chouhan *et al.*, 2017; Da Rosa *et al.*, 2020).

Portanto, a nanoencapsulação do óleo essencial de *Tagetes minuta*, possibilita uma análise mais fidedigna e padronizada de suas propriedades, possibilitando maior estabilidade, durabilidade e controle da liberação do composto ativo (Assis *et al.*, 2012; Chouhan *et al.*, 2017).

À vista disso, esse trabalho tem como objetivo testar dois diferentes métodos de nanoencapsulação, a partir de caracterização física e química das amostras de métodos diferentes. Os dados analisados foram: tamanho, índice de polidispersão (PDI) e potencial zeta. Com esses dados foi possível compreender as principais diferenças entre os dois métodos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Síntese e caracterização das nanopartículas

Nanopartículas de zeína carregadas com óleo essencial de *Tagetes minuta* e nanopartículas de controle foram preparadas pela técnica de nanoprecipitação, conforme descrito por Da Rosa *et al.* (2020). Inicialmente, uma solução de zeína (20 mg/mL) foi preparada pela dissolução do polímero em 10 mL de etanol (85%, v/v), sob agitação magnética contínua por aproximadamente 12 horas. Em seguida, 150 µL do óleo essencial de *Tagetes minuta* foram adicionados à solução orgânica.

A fase aquosa (não-solvente) consistiu em 30 mL de solução de Pluronic[®] F68 (1,5%, p/v). A nanoprecipitação foi realizada pela adição da fase orgânica na fase aquosa, utilizando dois métodos distintos: (i) homogeneizador tipo Ultra Turrax a 10.000 rpm durante 3 minutos; e (ii) ultrassom de sonda (Vibracell, 750 W) com amplitude de 40%, sem pulsos, à temperatura ambiente, também por 3 minutos. Após a formação das nanopartículas, o etanol foi evaporado em capela de exaustão por 12 horas.

As nanopartículas controle, isentas de óleo essencial, foram preparadas seguindo os mesmos protocolos. As nanopartículas controle, isentas de óleo essencial, foram preparadas seguindo os mesmos protocolos. As amostras foram denominadas da seguinte forma: NANOzeína_Turrax (zeína + óleo essencial por Turrax), NANOzeína_Ultrassom (zeína + óleo essencial por ultrassom), Controle_Turrax (zeína sem óleo essencial por Turrax) e Controle_Ultrassom (zeína sem óleo essencial por ultrassom).

2.2 Potencial zeta, índice de polidispersidade e tamanho das partículas

Para a determinação do potencial zeta, índice de polidispersidade e tamanho das partículas, a dispersão foi analisada utilizando a técnica de espalhamento de luz dinâmica (DLS) em um equipamento Zetasizer Nano ZS (Malvern Instruments, Worcestershire, Reino Unido). As nanopartículas foram diluídas em água ultrapura Milli-Q[®] e medidas a 25 °C em um ângulo estático de 173°. A cubeta utilizada foi uma célula capilar descartável DTS1070 da Malvern Panalytical. O software Zetasizer Nano foi utilizado para o processamento dos dados. A medição foi realizada em triplicado.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta os resultados de diâmetro médio hidrodinâmico, índice de polidispersão (PDI) e potencial zeta das nanocápsulas obtidas por dois métodos distintos de preparação.

Tabela 1- Caracterização físico-química das nanocápsulas de zeína carregadas com óleos essenciais

Amostra	Tamanho (nm)	PDI	Potencial Zeta (mV)
NANOzeína_Ultrassom	278 ± 6	0,226 ± 0,004	14,5 ± 1,9
NANOzeína_Turrax	209 ± 6	0,202 ± 0,009	11,5 ± 1,3
Controle_Turrax	413 ± 12	0,241 ± 0,018	34,7 ± 0,1
Controle_Ultrassom	190 ± 3	0,215 ± 0,022	32,3 ± 1,3

Fonte: Autores (2025).

Conforme apresentado na Tabela 1, o método de homogeneização mecânica com Ultra-Turrax gerou partículas com menor diâmetro médio em comparação ao processamento por ultrassom de sonda. No entanto, o potencial zeta das partículas obtidas com o Turrax apresentou valores absolutos mais baixos, o que pode estar associado a menor estabilidade coloidal. Por sua vez, as partículas obtidas com o ultrassom de sonda apresentaram diâmetro médio mais elevado e maior potencial zeta, o que indica uma maior repulsão eletrostática entre as partículas e, conseqüentemente, maior estabilidade da suspensão (Da Rosa *et al.*, 2020). Valores elevados de potencial zeta, positivos ou negativos, favorecem a manutenção da dispersão ao impedir a aproximação e a agregação das partículas. Já valores próximos de zero aumentam a probabilidade de instabilidade, promovendo floculação. Portanto, apesar de o Ultra-Turrax ter produzido partículas menores, a menor carga superficial observada pode comprometer a estabilidade da formulação, enquanto as partículas obtidas por ultrassom apresentaram maior capacidade de permanecer dispersas (Da Rosa *et al.*, 2020).

A relação inversa observada entre o tamanho de partícula e o potencial zeta reflete as diferenças nos mecanismos de atuação de cada equipamento. O Ultra-Turrax atua por cisalhamento mecânico de alta intensidade, promovendo fragmentação eficiente e distribuição de tamanho estreita, mas sem promover alterações significativas na superfície das partículas. Já o ultrassom de sonda induz cavitação intensa, com formação de microjatos e ondas de choque que fragmentam as partículas, e expõem novas superfícies e facilitam a adsorção de surfactantes ou íons, o que pode resultar em aumento da densidade de carga na interface partícula/meio (Yousefdoost *et al.*, 2019).

Mesmo com diâmetro médio superior, as partículas formadas por ultrassom apresentaram maior potencial zeta, possivelmente em razão dessas modificações interfaciais. Considerando esse comportamento, é recomendado realizar ajustes nos parâmetros do ultrassom, como aumento do tempo de exposição ou da amplitude, contribuam para reduzir

ainda mais o tamanho médio, sem prejuízo da estabilidade. A literatura demonstra que o prolongamento da sonicação pode levar à diminuição do tamanho e do índice de polidispersão, com elevação simultânea do potencial zeta, o que melhora o desempenho físico-químico do sistema.

Esses resultados destacam a importância de considerar tanto o tamanho das partículas quanto a estabilidade da suspensão durante a escolha e otimização do método de encapsulação. A definição de condições operacionais adequadas para cada técnica é essencial para alcançar sistemas com propriedades físico-químicas adequadas à aplicação pretendida.

5 CONCLUSÃO

A análise dos resultados demonstrou variações nos parâmetros físico-químicos das nanopartículas obtidas por Ultra-Turrax e ultrassom de sonda, observado no tamanho médio e no potencial zeta. A interpretação desses dados permitiu propor ajustes operacionais para cada método, os quais deverão ser testados em estudos futuros para verificar sua aplicabilidade. A seleção do método de processamento deve ser orientada conforme o objetivo da formulação: o Ultra-Turrax é mais indicado para obtenção de partículas menores, enquanto o ultrassom de sonda se destaca por promover maior potencial zeta e, conseqüentemente, maior estabilidade coloidal.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação do Estado de Santa Catarina (FAPESC) pelo apoio financeiro por meio dos Editais FAPESC nº 54/2022 (Termo de Outorga TO2023TR000884) e nº 15/2023 (Termo de Outorga TO2023TR001518).

REFERÊNCIAS

ASSIS, P. *et al.* Características de nanopartículas e potenciais aplicações em alimentos. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v.15, n.2, p.99-109, 2012.

CHOUHAN, P. *et al.* Antimicrobial activity of some essential oils—present status and future perspectives. **Medicines**, v.4, n.58, p.1-21, 2017.

DA ROSA, C.G. *et al.* Development of poly (ethylene oxide) bioactive nanocomposite films functionalized with zein nanoparticles. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 586, p. 124268, 2020.

GIARRATANA, P. *et al.* Activity of *Tagetes minuta* Linnaeus (Asteraceae) essential oil against L3 *Anisakis* larvae type 1. **Asian Pacific Journal of Tropical Medicine**, v.10, n. 5, p. 461-465, 2017.

NASCIMENTO, P. *et al.* Atividade antimicrobiana dos óleos essenciais: uma abordagem multifatorial dos métodos. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, Brasil, v.17, n.1, p.108-113, 2007.

SANTOS, P. *et al.* Systematic review and technological overview of the antimicrobial activity of *Tagetes minuta* and future perspectives. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 208, p. 8-15, 2017.

SARTOR, P. *et al.* Chemical composition and larvicidal activity of the essential oil of *Tagetes minuta* Linnaeus from the southern Brazilian highlands. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 61, n. 24072, p. 1-10, 2025.

YOUSEFDOOST, P. *et al.* Evaluation of nano and microcapsules of silymarin in simulated gastrointestinal conditions for animal target delivery. **Iranian Journal of Applied Animal Science**, v. 9, n. 2, p. 247-255, 2019.