

ESTUDO DE NANOLIBERADOR TECNOLÓGICO PARA O FEROMÔNIO DE AGREGAÇÃO RINCOFOROL

Clara A. C. B. Costa^{1,2}; Johnnatan D. de Freitas¹; Alan J. D. de Freitas¹; Henrique F. Goulart²; Antônio E. G. Santana²

¹ Instituto Federal de Alagoas - IFAL Campus Maceió

² Universidade Federal de Alagoas - UFAL

E-mail: dra.clarapesquisa@gmail.com

Palavras-Chave: Biodegradável, Encapsulamento, Nanotecnologia.

Introdução

A crescente preocupação em preservar o ecossistema tem exigido da comunidade científica a busca por novos métodos de controle de insetos-pragas. Devido aos grandes problemas econômicos ocasionados por eles, o homem, ainda hoje, utiliza os inseticidas como o principal grupo de compostos químicos responsáveis pelo controle destes na agricultura (Freitas *et al.*, 2011; Oliveira *et al.*, 2023; Souza, 2023; Vasconcelos *et al.*, 2023).

O *Rhynchophorus palmarum*, conhecido como broca-do-olho-do-coqueiro, é a mais importante praga da cultura do coqueiro, uma vez que suas larvas destroem o tecido da planta. O besouro adulto é o principal agente transmissor do nematóide *Bursaphelenchus cocophilus*, causador da doença do anel-vermelho, patologia essa, que mata o coqueiro e outras palmeiras, e pode se espalhar por toda a plantação (Zarbin & Rodrigues, 2009).

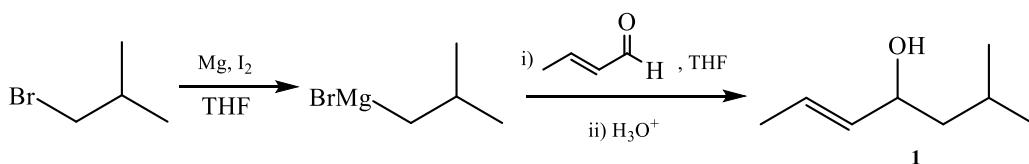
Assim, estudar o comportamento dos insetos, torna-se alternativa que tem resultado no desenvolvimento de novos métodos, que estão sendo usados em programas de manejo integrado de insetos-pragas. Com isso, o uso de semioquímicos, em especial, os feromônios (substâncias biologicamente ativas, as quais exercem influência sobre indivíduos da mesma espécie), estão se tornando importante ferramenta para a implementação de alternativas para o monitoramento dos insetos-pragas (Monteiro *et al.*, 2022; Souza, 2023; Zarbin & Rodrigues, 2009).

Material e Métodos

Síntese do feromônio rincoforol

A preparação do (4S,2E)-6- Metil-2-hepten-4-ol (1), na Figura 1, foi realizada pela metodologia de Grignard (1900) e realizada pelo Grupo de Pesquisa em Síntese, Análises Químicas e Caracterização de Materiais (SAQCM).

Figura 1. Procedimento sintético do feromônio de agregação rincoforol.



Fonte: Autores, 2025.

Produção de um nanoliberador tecnológico com feromônio de agregação rincoforol

O método utilizado foi o descrito por Etchepare *et al.* (2015), o qual baseia-se na gelificação externa do alginato de sódio em concentrações diferentes, e consiste em incorporar

o material a encapsular em solução de alginato de sódio, para depois a mistura sofrer extrusão gota a gota, através de seringa de vidro, em solução de cloreto de cálcio (CaCl_2) em diferentes concentrações, na Figura 2. Foi aplicado um planejamento experimental, com concentrações diferentes de alginato de sódio e cloreto de cálcio, para obtenção de uma microesfera com aparência firme e uniforme. As quantidades e as proporções são segredos de patente, por este motivo, não foram detalhadas no trabalho.

A microesfera é composta de alginato de sódio (matriz encapsulante), biopolímero aniónico, incorporada ao feromônio rincoforol, que é gotejada em solução catiônica de CaCl_2 (agente reticulante).

Figura 2. Diagrama da produção das microesferas incorporadas com feromônio rincoforol.



Fonte: Autores, 2025.

Caracterização das microesferas

Infravermelho por transformada de Fourier (IVTF)

Para verificar se o feromônio foi encapsulado a matriz, utilizou-se a técnica de infravermelho por transformada de Fourier com uso de reflectância total atenuada. Foi utilizado espectrofotômetro de infravermelho modelo *IRAf inity-1* da *Shimadzu*, com faixa de comprimento de onda entre 4000 a 650 cm^{-1} , 128 scans e espectro de transmitância (Costa, 2023).

Termogravimetria (TG)

As curvas termogravimétricas foram obtidas através da termobalança modelo TGA-50 marca *Shimadzu*. As condições experimentais empregadas foram: razão de aquecimento de $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, partindo da temperatura $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ até $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$, totalizando 1 hora e 27 minutos de análise (Costa, 2023).

Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

As curvas calorimétricas foram obtidas através da termobalança modelo DSC-60 marca *Shimadzu*. As condições experimentais empregadas foram: razão de aquecimento de $10 \text{ }^{\circ}\text{min}^{-1}$, partindo da temperatura $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ até $600 \text{ }^{\circ}\text{C}$, utilizando atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 mL min^{-1} (Costa, 2023).

Resultados e Discussão

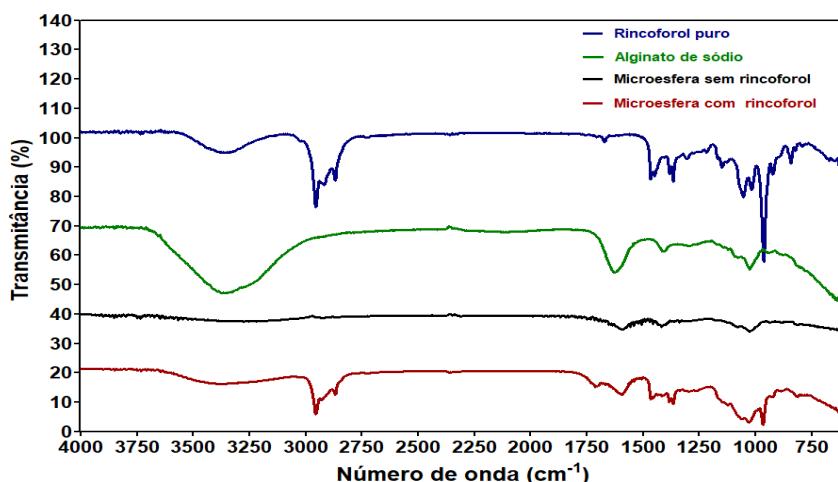
IVTF

Para o rincoforol, a banda de 3461 cm^{-1} é atribuída ao estiramento da ligação O-H em ligação de hidrogênio. As bandas entre 2870 e 2954 cm^{-1} , são mais intensas e são atribuídas aos

estiramentos das ligações C-H. A banda de deformação assimétrica próxima de 964 cm^{-1} sugere a presença de uma dupla ligação com estereoquímica E na estrutura molecular do composto. Para o alginato de sódio, a banda em 3250 cm^{-1} é atribuída ao estiramento da ligação O-H de hidratação de alginato. As bandas em 1612 e 1406 cm^{-1} são atribuídas aos estiramentos simétrico e assimétrico do grupo carboxilato livre, respectivamente (Costa, 2023).

O espectro das microesferas sem o rincoforol é semelhante ao espectro do alginato de sódio sólido, sendo observada a banda em 3157 cm^{-1} que é atribuída ao estiramento da ligação O-H de hidratação de alginato, porém, para estas microesferas, ficaram evidentes as bandas em 3012 e 2922 cm^{-1} que são atribuídos aos estiramentos da ligação C-H. As bandas em 1597 e 1417 cm^{-1} são atribuídas aos estiramentos simétrico e assimétrico do grupo carboxilato livre, respectivamente na Figura 3 (Costa, 2023; Ramos *et al.*, 2016).

Figura 3. Espectros de IVTF do rincoforol puro, alginato de sódio, microesferas “sem” e “com” o feromônio rincoforol.



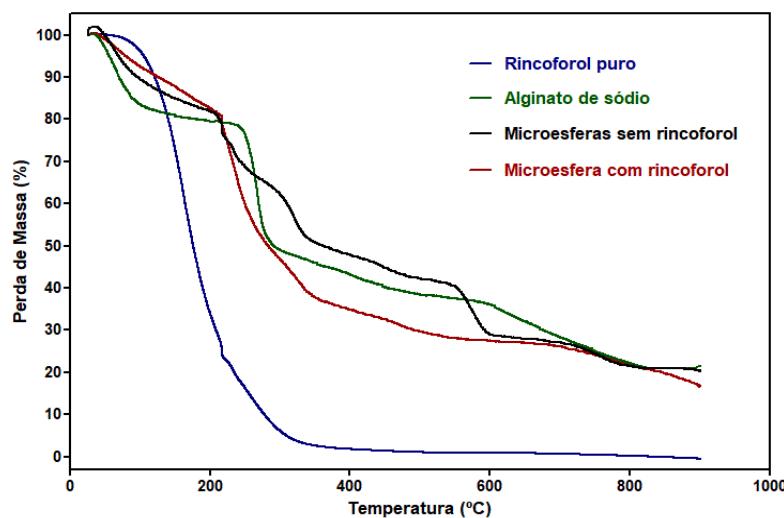
Fonte: Autores, 2025.

TG

Para o rincoforol foi observado basicamente dois eventos térmicos, sendo constatado que a partir do início do aquecimento, já se iniciou o processo de evaporação do rincoforol, pois no primeiro minuto, em que a temperatura foi de apenas $27,21\text{ }^{\circ}\text{C}$ já se teve perda de massa de $0,108\text{ \%}$. A partir deste tempo, foi observada a maior perda de massa da amostra, provavelmente devida a evaporação, com eliminação de $78,013\text{ \%}$ desta até a temperatura de $228,11\text{ }^{\circ}\text{C}$.

A temperatura em que a velocidade da reação, neste caso, foi $165,09\text{ }^{\circ}\text{C}$, o mesmo mecanismo foi observado por Ramos (2012). A curva do alginato de sódio comercial, indica que o mesmo se decompõe basicamente em três etapas de perda de massa, a primeira de $25,98$ a $201,29\text{ }^{\circ}\text{C}$, relacionada a perda de $20,479\text{ \%}$ de água de hidratação, a segunda perda de $201,29$ a $543,60\text{ }^{\circ}\text{C}$ correspondente a $41,946\text{ \%}$, mais acentuada e referente a decomposição térmica do alginato e, a terceira de $10,565\text{ \%}$, que ocorre de forma mais lenta entre $543,60$ e $719,37\text{ }^{\circ}\text{C}$ que está relacionada a degradação do alginato, ou seja, a formação de carbonatos a partir do material carbonizado (Velings & Mestdagh, 1995; Segato, 2007) na Figura 4.

Figura 4. Curvas de TG para rincoforol puro, alginato de sódio, microesferas “sem” e “com” o feromônio rincoforol.

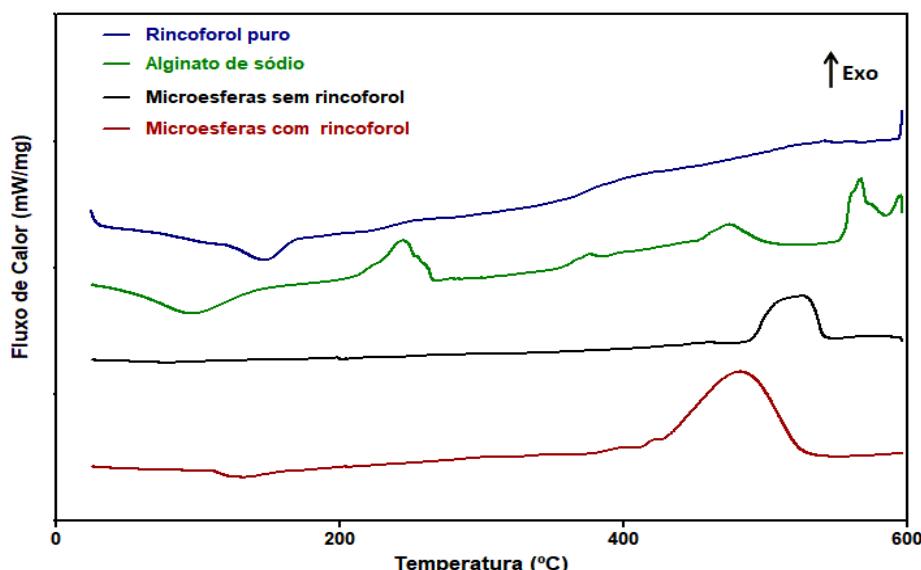


Fonte: Autores, 2025.

DSC

Foi observado que o alginato de sódio apresentou oscilação da curva em torno de 96 °C, caracterizando evento endotérmico, que provavelmente pode estar associado à perda de umidade. Este resultado foi condizente com perda de massa de água observada na curva para o alginato de sódio. Também foi observado, pico de evento exotérmico, sendo este em torno de 244 °C e, associado à decomposição do alginato. Estes resultados foram próximos e condizentes com os dados encontrados por Soares *et al.* (2004). Para o rincoforol foi observado evento endotérmico em torno de 147 °C que pode estar associado ao ponto de ebulição do rincoforol na Figura 5.

Figura 5. Curvas de DSC para o rincoforol puro, alginato de sódio e microesferas “sem” e “com” feromônio rincoforol.



Fonte: Autores, 2025.

Conclusões

De acordo com as análises térmicas, a perda de massa foi 19,152 % de 26,02 a 215,90 °C, no primeiro momento, e após, a perda de massa de 52,486 % de 215,90 a 531,53 °C. Esses dados significam, respectivamente, a perda da água e dos compostos voláteis e, a decomposição do alginato e do rincoforol. Os espectros de IVTF comprovaram a incorporação do rincoforol ao alginato de sódio.

Diante dos resultados expostos e discutidos, as microesferas apresentaram características promissoras como nanoliberador tecnológico. As vantagens são o baixo custo de produção, facilidade de confecção e a manipulação, como também, não estão sujeitas a derramamentos, pois são sólidas, liberam o feromônio de forma mais controlada, diferentemente da forma comercial, líquida.

As microesferas serão colocadas dentro de armadilhas tipo baldes, sem uso dos dispositivos tipo eppendorf, que são produzidos com materiais derivados do petróleo. Mas, o estudo em campo e sua aplicação são metas futuras. O interesse dos autores no trabalho foi desenvolver um nanoliberador biodegradável e caracterizá-lo.

Agradecimentos

O autores agradecem ao Instituto Federal de Alagoas – IFAL *Campus Maceió* e a Universidade Federal de Alagoas – UFAL pelo apoio e financiamento da pesquisa. E também, aos órgãos de fomento (CAPES, CNPq e FAPEAL).

Referências

- COSTA, C. A. C. B. **Desenvolvimento de microesferas do feromônio rincoforol para estudo de liberação controlada.** 109 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologias Ambientais) - Campus Marechal Deodoro, Instituto Federal de Alagoas Marechal Deodoro, 2023.
- ETCHEPARE, M. A.; MENEZES, M. F. S. C.; BARRETO, A. R.; CAVALHEIRO, C. P.; MENEZES, C. R. Microencapsulação de probióticos pelo método de extrusão associado a interações eletrostáticas. **Ciência e Natura Ed. Especial-Nano e Microencapsulação decompostos bioativos e probióticos em alimentos**, v.37, p. 75– 86, 2015.
- FREITAS, J. D., CAVALCANTE, S.K.M., SANTOS, E.D., FREITAS, A.J.D., ANTUNES, L.O., FREITAS, M.L., GOULART, H.F., SANTANA, A.E.G. Padronização da síntese dos principais constituintes feromonais de insetos dos gêneros *Metamasius* e *Rhynchophorus*. **Holos**, v.2, p.15–27, 2011.
- GRIGNARD, V. 1900. **Compt. Rend.**, 130: 1322.
- MONTEIRO, I. V. F.; BEZERRA, L. T. C. DO N.; GOULART, H. F.; SANTANA, A. E. G.; GRILLO, L. A. M.; NASCIMENTO, T. G. DO.; DORNELAS, C. B. Prospective tecnológica de matrizes de liberação controlada contendo feromônios. **Humanidade e Inovação**, v. 9, n. 13, 2022.
- OLIVEIRA, M. M. F.; SOARES, C. S.; NOGUEIRA, D. C.; MACEDO, A. F.; SILVA, L.F.; ROCHA, E. A. A.; FERNANDES, F. L.; Controle químico por meio de desalojantes e outros compostos nas caldas de inseticidas no manejo de pragas, **Desenvolvimento Rural e Sustentabilidade: energia, produção e novos mercados**, v. 2, p.44-56, 2023.
- RAMOS, I. G. **Zeólitos Como Dispositivo De Liberação Prolongada De Rincoforol**. Tese (Doutorado em Química Analítica) – Departamento de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Salvador, 2012.
- RAMOS, I. G.; VIANA, A. C.; SANTOS, E. L. DOS.; MASCARENHAS, A. J. S.; SANTANA, A. E. G.; GOULART, H. F.; DRUZIAN, J. I.; ANDRADE, H. M. C. Synthesis, characterization and evaluation of MFI zeolites as matrixes for rhynchophorol prolonged release, **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 16, p.1387-1811, 2016.
- SEGATO, M. P. **Estudos termoanalíticos do ácido algínico e dos alginatos de metais alcalinos, alcalinos-terrosos, amônio,mono-di e trietanolamônio**. 112 p. Dissertação (Mestrado em Ciências), Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

SOUZA, A. M. B. **Inseticidas para o controle de insetos-praga na cultura da cana-de-açúcar: classificações e modalidades.** Trabalho de Conclusão de Curso (Engenheiro agrônomo), Universidade Federal de São Carlos, campus Araras, Araras, 51p, 2023.

SOARES1 , J. P.; SANTOS, K. J. E.; CHIERICE, K. G. O.; CAVALHEIRO, K. E. T.G.Thermal behavior of alginic acid and its sodium salt, **Ecl. Quím.**, São Paulo, v.29, n.2, p. 53-56, 2004.

VASCONCELLOS, M. C.; CORASSA, J. N.;PITTA, R. M.; ROLIM, G. G. Estratégias de controle de pragas em soja e suas implicações na comunidade de artrópodes e na rentabilidade da cultura, **Pesquisas Agrárias e Ambientais, Nativa, Sinop**, v. 11, n. 1, p. 28-43, 2023.

VELINGS, N. M.; MESTDAGH, M. M. - Physico-Chemical Properties of Alginate Gel Beads, **Polym. Gels Networks** 3, p.

ZARBIN, P. H. G. RODRIGUES, M. A. C. M. Feromônios de insetos: tecnologia e desafios para uma agricultura competitiva no Brasil. **Química Nova**, v. 32, n. 3, p. 722-731, 2009.