



Uso do extrato da casca do pequi como componente ativo em formulações fotoprotetoras

Use of pequi peel extract as active ingredient in photoprotective formulations

Ellen Laureany Araújo Olímpio¹
Lívia Tamara Magalhães Ruas²
Ana Luzia Soares Pinto da Silva³
Geraldo Aclécio Melo⁴

RESUMO

Objetivo: Avaliar o uso do extrato hidroalcoólico da casca do fruto pequizeiro (*Caryocar brasiliense* Camb.) na composição de formulações fotoprotetoras. **Metodologia:** Foram realizados ensaios avaliando a capacidade fotoprotetora e antioxidante do extrato e de formulações onde o extrato foi utilizado como ingrediente ativo principal. Também foram realizados testes preliminares de estabilidade das formulações que garantam a segurança e qualidade das mesmas. A capacidade fotoprotetora foi avaliada *in vitro* pelo fator de proteção solar e a atividade antioxidante foi avaliada pela capacidade de redução do radical difenil picril hidrazina (DPPH). A estabilidade preliminar das formulações foi avaliada pelo teste de resistência à centrifugação, pelo teste de estresse térmico e pelo teste de estabilidade em altas e baixas temperaturas. **Resultados:** O extrato apresentou capacidade fotoprotetora e atividade antioxidante proporcional à concentração usada. Formulações contendo o extrato em menores concentrações (FPS 15) apresentaram-se mais eficazes e estáveis. **Conclusões:** O extrato etanólico da casca do fruto do pequizeiro apresenta características de fotoproteção e atividade antioxidante e o seu uso como ingrediente ativo em formulações confere eficácia na fotoproteção.

Palavras-chave: Câncer de pele, Produtos naturais, *Caryocar brasiliense*, Fotoproteção, Antioxidantes.

¹Mestre em Botânica aplicada. Universidade Estadual de Montes Claros (UNIMONTES). Doutoranda em Ciências e Saúde. Universidade Estadual de Montes Claros (UNIMONTES). Montes Claros-MG-Brasil. laureannyaraujo@gmail.com. <https://orcid.org/0009-0008-6738-6485>.

²Graduada em Ciências Biológicas-Bacharelado. Universidade Estadual de Montes Claros (UNIMONTES). Montes Claros-MG-Brasil. magalhaeslivia387@gmail.com. <https://orcid.org/0009-0008-6353-7520>.

³Graduada em Ciências Biológicas-Bacharelado. Universidade Estadual de Montes Claros (UNIMONTES). Montes Claros-MG-Brasil. analuzias786@gmail.com. <https://orcid.org/0009-0008-7868-6563>.

⁴Docente do programa de Pós-graduação em Botânica aplicada (UNIMONTES). Universidade Estadual de Montes Claros (UNIMONTES). Montes Claros-MG-Brasil. geraldo.melo@unimontes.br. <https://orcid.org/0000-0002-6294-9428>.

Recebido em	Aceito em	Publicado em
17-06-2024	16-08-2024	27-09-2024

ABSTRACT

Objective: To evaluate the use of hydroalcoholic extract from the peel of the pequi fruit (*Caryocar brasiliense* Camb.) in the composition of photoprotective formulations. **Methodology:** Tests were carried out evaluating the photoprotective and antioxidant capacity of the extract and formulations where the extract was used as the main active ingredient. Preliminary stability tests of the formulations were also carried out to guarantee their safety and quality. The photoprotective capacity was evaluated in vitro by the sun protection factor and the antioxidant activity was evaluated by the capacity to reduce the diphenyl picryl hydrazine (DPPH) radical. The preliminary stability of the formulations was evaluated by the centrifugation resistance test, the thermal stress test and the stability test at high and low temperatures. **Results:** The extract presented photoprotective capacity and antioxidant activity proportional to the concentration used. Formulations containing the extract in lower concentrations (SPF 15) were more effective and effective. **Conclusions:** The ethanolic extract from the peel of the pequi tree presents characteristics of photoprotection and antioxidant activity and its use as an active ingredient in formulations provides efficacy in photoprotection.

Keywords: Skin cancer, Natural products, Photoprotection, *Caryocar brasiliense*, UV radiation, Antioxidants.

INTRODUÇÃO

Os cânceres de pele são os que ocorrem mais comumente em humanos¹, sendo o tipo não melanoma o de maior incidência². No Brasil este tipo representa 33,3% dos casos. Vários fatores são relacionados ao seu desenvolvimento, como hábitos e costumes, qualidade de vida, genéticos e exposição excessiva à radiação solar³. A radiação solar, embora ofereça benefícios importantes para a saúde humana, configura-se como principal agente na etiologia da carcinogênese de pele, sendo as radiações de comprimentos de onda situados na faixa ultravioleta (UV), tanto na faixa B (UVB: 290-320 nm), como na faixa A (UVA: 320–400 nm) as mais agressivas^{4,5}.

Protetores solares são produtos que possuem na composição filtros solares, que absorvem a radiação minimizando efeitos sobre a pele e seu uso é reconhecido como principal forma de prevenção contra o câncer de pele^{3,6}. Os filtros podem ser orgânicos, tradicionalmente chamados de filtros químicos, podendo ser sintéticos ou naturais^{7,8} ou

inorgânicos, conhecidos como filtros físicos, geralmente são óxidos metálicos que oferecem proteção pela reflexão da radiação incidente^{8,9}. No Brasil, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), normatiza sobre filtros solares permitidos para uso em formulações fotoprotetoras¹⁰.

Muitos estudos têm sido realizados com o intuito de desenvolver fotoprotetores que contenham produtos naturais na formulação. São investigadas, principalmente substâncias derivadas de plantas como fonte de cromóforos com capacidade de interferir na absorção da radiação solar^{11,12,13}, bem como de substâncias antioxidantes capazes de agir protegendo o organismo, evitando e/ou reduzindo maiores danos da radiação^{11,14,15}. O uso de produtos naturais extraídos das plantas é incentivado devido à sua baixa toxicidade em relação às substâncias sintéticas^{11,13,16}.

O pequi (*Caryocar brasiliense* Camb. – Caryocaraceae) também conhecido como piqui, pequi, piquiá-bravo, amêndoa-de-espinho, grão-de-cavalo, pequiá, pequiá-pedra, pequerim e suari^{17,18} é uma planta de ampla distribuição no Cerrado brasileiro. Tem uso diversificado na culinária e na indústria para extração de óleos e produção de licores¹⁸, representando importante fonte de renda para a população local. Na medicina popular, possui relatos de seu uso no tratamento de enfermidades respiratórias, como afrodisíaco, energético e supressor de avitaminoses¹⁹. Pela importância da planta dentro do ecossistema do Cerrado e para a flora do Brasil como um todo, estudos têm sido desenvolvidos no sentido de se explorar racionalmente a espécie e ampliar suas potencialidades de uso^{20,21}.

Frações semi-puras do extrato da casca (mesocarpo) do fruto do pequi, apresentam alto potencial antioxidante e capacidade fotoprotetora²². De acordo com esses autores, considerando que o mesocarpo representa a maior parte na composição do fruto do pequi (aproximadamente 85%) e considerando que na exploração do fruto esta parte é geralmente desprezada, uma importante fonte de substâncias naturais com diferentes ações biológicas, está sendo desconsiderada²³. Explorar a casca do fruto do pequi é, portanto, uma possibilidade de valorização da planta, bem como de agregar valor econômico e científico à espécie. Neste estudo, foram realizados ensaios objetivando avaliar a capacidade fotoprotetora e antioxidante do extrato da casca do fruto pequi e avaliar formulações onde o extrato foi utilizado como ingrediente ativo principal. Também foram realizados testes

preliminares de estabilidade das formulações de maneira a garantir a segurança e qualidade das mesmas.

MÉTODOS

Avaliação *in vitro* do potencial fotoprotetor do extrato da casca do fruto do pequizeiro

Obtenção e preparo do material de estudos

Frutos de pequizeiro foram adquiridos no mercado local da cidade de Montes Claros-MG e levados para o Laboratório Fisiologia vegetal e Bioquímica da UNIMONTES. Os frutos foram lavados em água corrente e selecionados os que estavam sem lesões, posteriormente foram cortados e as cascas separadas e colocadas para secar em estufa com circulação forçada de ar, à temperatura de 45°C, durante 6 dias. Após secagem, as cascas foram trituradas em moinho (Tipo Willye TE- 648, Tecnal) até obtenção de pó fino que posteriormente foi utilizado para preparo do extrato.

Preparo e determinação do rendimento do extrato

A extração foi realizada no aparelho Soxhlet utilizando etanol como solvente de extração. No aparelho, 50 g do material vegetal pulverizado (pó da casca) foi envolvido em papel de filtro e acondicionado no dedal na câmara central do Soxhlet e o etanol foi adicionado para uma proporção de 5 mL/g de material vegetal. Após 20 ciclos de extração, o extrato foi coletado e colocado em estufa de ar circulante a 45°C para evaporação do solvente, durante 72 horas. Este procedimento de extração foi realizado em triplicata.

O rendimento do extrato foi obtido dividindo-se a massa do extrato seco obtido após evaporação do solvente de extração pela massa de material pulverizado utilizada para extração (50g), sendo o resultado expresso em porcentagem.

Avaliação da atividade antioxidante do extrato

A atividade antioxidante do extrato foi avaliada *in vitro* pelo ensaio de redução do DPPH^{24,25}. No procedimento, o extrato seco foi dissolvido em diferentes concentrações (0,4 a 25 µg/mL) e uma alíquota de 50 µL foi adicionada em um tubo contendo 3 mL de solução de DPPH na concentração de 40 µg/mL diluído em etanol. Após 30 minutos de reação sob abrigo

de luz, as soluções foram tomadas para leitura das absorvâncias a 517 nm. Este procedimento também foi realizado para soluções de ácido gálico com concentrações na faixa de 0,11 a 12,4 µg/mL. Todas as determinações foram realizadas em triplicata e acompanhadas de um controle (solução de DPPH sem antioxidante). Como branco utilizou-se o etanol.

A porcentagem de atividade antioxidante (%AA) foi determinada pela equação: %AA=((Abs. Controle – Abs. Amostra)/Abs. Controle) x 100 – onde: Abs. Controle = absorvância do controle (solução de DPPH sem antioxidante) e Abs. Amostra = absorvância da amostra (extrato) a ser testada²⁶.

A eficiência antioxidante foi obtida através da determinação do IC₅₀, sendo essa a quantidade do antioxidante necessária para reduzir 50% do DPPH presente nas soluções. O IC₅₀ foi calculado com base em equações obtidas por regressão linear a partir dos dados da atividade antioxidante em função da concentração das soluções do extrato e do ácido gálico utilizadas.

Avaliação da capacidade fotoprotetora do extrato

A capacidade fotoprotetora do extrato foi avaliada através do fator de proteção solar (FPS) determinado *in vitro*²⁷. Neste procedimento, o extrato foi diluído em etanol em diferentes concentrações (0,5 a 0,0625 mg/mL), soluções estas que foram utilizadas para leituras espectrofotométricas na faixa de 290 a 320 nm. Diluições de dióxido de titânio com concentrações na faixa de 0,25 a 0,0625 mg/mL também foram utilizadas nas leituras de absorvância para obtenção de um parâmetro comparativo dos valores de FPS. O dióxido de titânio é um agente fotoprotetor comumente utilizado em protetores comerciais. As absorvâncias obtidas foram utilizadas para obtenção do FPS espectrofotométrico com utilização a equação abaixo:

$$FPS \text{ espectrofotométrico} = FC \cdot \sum_{290}^{320} EE(\lambda) \cdot I(\lambda) \cdot Abs(\lambda)$$

Onde, FC = fator de correção (10), determinado de acordo com os dois filtros solares de FPS conhecidos e testados em seres humanos de tal forma que um creme contendo 8% de homossalato originasse um FPS = 4²⁷ (Mansur et al., 1986); EE(λ) = efeito eritemogênico da radiação; I(λ) = intensidade da radiação solar em cada comprimento de onda; abs (λ) = leitura

espectrofotométrica da absorvância da solução contendo cada fração (filtro solar). Os valores de EE (λ) e $I(\lambda)$ utilizados para o cálculo do FPS serão conforme literatura²⁸, de acordo com a Tabela 1:

Tabela 1 – Valores do efeito eritematogênico e intensidade de radiação (EE x I) para os comprimentos de onda de 290 a 320 nm, normalizados para determinação do FPS por espectrofotometria²⁸.

Comprimento de onda (nm)	EE x I (normalizado), valores relativos
290	0,0150
295	0,0817
300	0,2874
305	0,3278
310	0,1864
315	0,0839
320	0,0180
Total	1

Avaliação da eficácia e estabilidade de formulações fotoprotetoras contendo o extrato da casca do pequi

Preparo das formulações

No preparo das formulações fotoprotetoras utilizou-se o creme base *second skin* que foi manipulado. A esse creme foram adicionadas porções do extrato da casca do pequi em diferentes concentrações de maneira a obter formulações com FPS esperados de 15, 30 e 60. As quantidades do extrato adicionadas em cada formulação foram estimadas a partir da equação da reta determinada a partir da relação entre concentração do extrato em solução e FPS determinado *in vitro*²⁷.

Determinação do fator de proteção solar das formulações

O procedimento foi realizado conforme descrito anteriormente²⁷, com pequenas modificações. Em ensaio inicial foi observado que o creme base utilizado nas formulações causa interferência nas leituras das absorvâncias nos diferentes comprimentos de ondas utilizados. Assim, para ajustes na metodologia, uma formulação comercial preparada no mesmo creme base e apresentando FPS 30, foi utilizada como referência. Após determinar o

FPS desta formulação, este foi corrigido para 30 através do uso de um fator de correção. Este fator de correção foi então aplicado na estimativa do FPS estimado das formulações.

Avaliação da estabilidade das formulações fotoprotetoras

A estabilidade preliminar das formulações foi avaliada com base no Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos²⁹. Foram realizados o teste de resistência à centrifugação, o teste de estresse térmico e o teste de estabilidade em altas e baixas temperaturas com duração de 14 dias. Nestes testes foi considerada apenas a formulação com FPS 15, por ser aquela que apresentou eficácia (FPS) estimada mais próxima da eficácia esperada. As outras 2 formulações tiveram eficácia muito divergente do valor esperado e, portanto, foram desconsideradas nestes testes.

Teste de resistência à centrifugação - O teste foi realizado em centrífuga (SPINLAB, SL-5GR), na qual foram colocados microtubos contendo amostras de 1 mL da formulação de FPS 15. Os tubos foram submetidos à centrifugação a 3000 rotações por minuto (rpm), durante 30 minutos à temperatura ambiente. Após a centrifugação, as amostras foram analisadas visualmente quanto à separação de fases e precipitação^{29,30}.

Teste de estresse térmico - Em microtubos foram colocadas, em triplicata, amostras de 1 mL da formulação de FPS 15, do creme base apenas, da formulação comercial de FPS 30 e o extrato diluído em água destilada na mesma concentração utilizada para preparo da formulação de FPS 15. As amostras foram submetidas ao estresse térmico em banho maria no intervalo de temperatura controlada entre 40 e 80°C, com taxa de progressão de aumento de temperatura de 10°C a cada 30 minutos. Após o ensaio as amostras foram analisadas em relação às características organolépticas aspecto e cor. Para a avaliação das características organolépticas seguiu-se uma escala onde as amostras foram classificadas como normal (**N**), levemente modificada (**LM**), modificada (**M**) e intensamente modificada (**IM**)^{29,30}, vide quadro 1.

Quadro 1 – Escala empregada para avaliação das características organolépticas.

Escala	Aspecto
N (normal)	Nenhuma alteração visível- sem alteração de cor ou aspecto.
LM (levemente modificado)	Leve perda de coloração
M (modificado)	Perda total de coloração
IM (intensamente modificado)	Evidência de falta de homogeneidade e alteração no aspecto

Teste de estabilidade a baixa e alta temperatura - Neste teste, foram colocados em microtubos tipo eppendorf amostras em triplicatas de 1 mL da formulação de FPS 15, do creme base, da formulação comercial com FPS 30 e o extrato diluído em água destilada na mesma concentração utilizada na formulação de FPS 15. Os tubos foram submetidos às seguintes condições, durante 14 dias: em geladeira na temperatura de $5,0 \pm 2,0$ °C e na estufa na temperatura de $45,0 \pm 2,0$ °C. Nos tempos 0, 1, 7 e 14 dias de testes, as amostras foram avaliadas para as características organolépticas de aspecto e cor. Aos 0 e 14 dias foi avaliado o potencial hidrogeniônico (pH) das amostras. O pH foi avaliado em soluções aquosas contendo as amostras na concentração 15 mg/mL diluídas em água destilada. Neste procedimento foi utilizado um peagâmetro digital de bolso (pH Meter, range 0.00-14.00)

Avaliação da atividade antioxidante das formulações

A atividade antioxidante foi avaliada pelo ensaio de redução do DPPH, conforme descrição anteriormente. Neste procedimento foram utilizadas as amostras da formulação com FPS 15, do creme base e da formulação comercial com FPS 30 todas diluídas na concentração de 15 mg/mL em água destilada. Uma alíquota de 100 µL de cada amostra diluída foi adicionada à 3 mL de solução de DPPH e após 30 minutos de reação, sob abrigo de luz, foram realizadas as leituras das absorbâncias a 517 nm. Todas as determinações foram realizadas em triplicata e acompanhadas de um controle (DPPH sem antioxidante).

RESULTADOS

Rendimento do Extrato

Neste estudo, a extração em aparelho Soxhlet usando etanol como solvente permitiu a obtenção de um extrato bruto que apresentou um rendimento médio de 25,92 %.

Avaliação da atividade antioxidante do extrato

Na figura 1, é apresentada a atividade antioxidante do extrato e do ácido gálico em diferentes concentrações. Observa-se que os dados se ajustam ao modelo linear com valores de $R^2 = 0,9902$. A atividade antioxidante (AA) do extrato foi de 72,5% na concentração de 25mg/mL, seguidos AA de 45,7% na concentração de 13 mg/mL, AA de 24,9% na

concentração 6 mg/mL, 17,74% na concentração de 4 mg/mL, 13,14% com concentração de 2 mg/mL, 7,2% com concentração de 1mg/mL (Figura 1A).

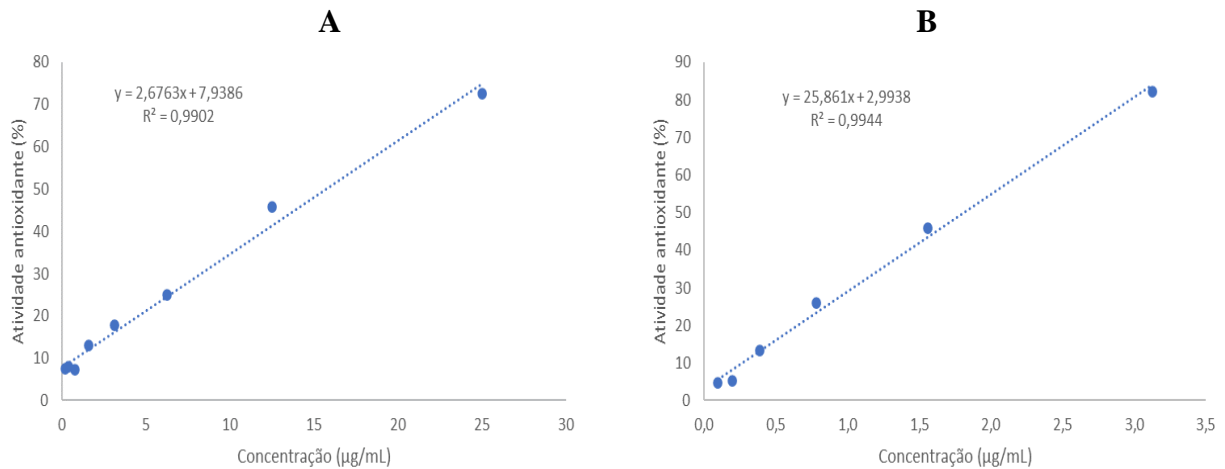


Figura 1. Atividade antioxidante do extrato da casca do pequizeiro (*Caryocar basiliense* Camb.) (A) e do ácido gálico (B) em função da concentração.

O ácido gálico utilizado como referência de atividade antioxidante apresentou equação com $R^2 = 0,9944$ e valores AA de 95,09% na concentração de 12,5 mg/mL, de 95,09% na concentração de 6,3 mg/mL, de 82,06% na concentração de 3,1 mg/mL, de 45,09% na concentração de 1,6 mg/mL, de 25,9% na concentração de 0,8 mg/mL, de 13,33% na concentração de 0,4 mg/mL, de 5,21% na concentração de 0,2 e de 4,67% na concentração de 0,1mg/mL.

A partir das equações de regressão linear estimou-se a concentração inibitória média (IC_{50}) para soluções do extrato e do ácido gálico. O valor obtido para o extrato foi de 15,72 µg/mL e para o ácido gálico de 1,82 µg/mL.

Avaliação da capacidade fotoprotetora do extrato

Na Figura 2, são mostrados os valores do fator de proteção solar (FPS) em função da concentração do extrato. O maior valor obtido de FPS foi de 23,06 na concentração de 0,5 mg/mL, seguidos de FPS 13,05 na concentração de 0,25 mg/mL, FPS 6,33 na concentração 0,125 mg/mL e FPS 4,08 na concentração 0,0625 mg/mL. Para diluições de dióxido de titânio, que foi utilizado como fotoprotetor de referência, o maior valor obtido de FPS do foi de 37,39

na concentração de 0,25 mg/mL, seguido de FPS 14,88 na concentração de 0,125 mg/mL e FPS 9,63 na concentração 0,0625 mg/mL. Pelas equações, observa-se que existe proporcionalidade entre concentração das soluções e FPS. Para o extrato, com base na equação da reta obteve-se a estimativa do FPS em função da concentração do extrato (Tabela 2), que posteriormente foi utilizado como base para preparo das formulações fotoprotetoras, bem como para testes adicionais.

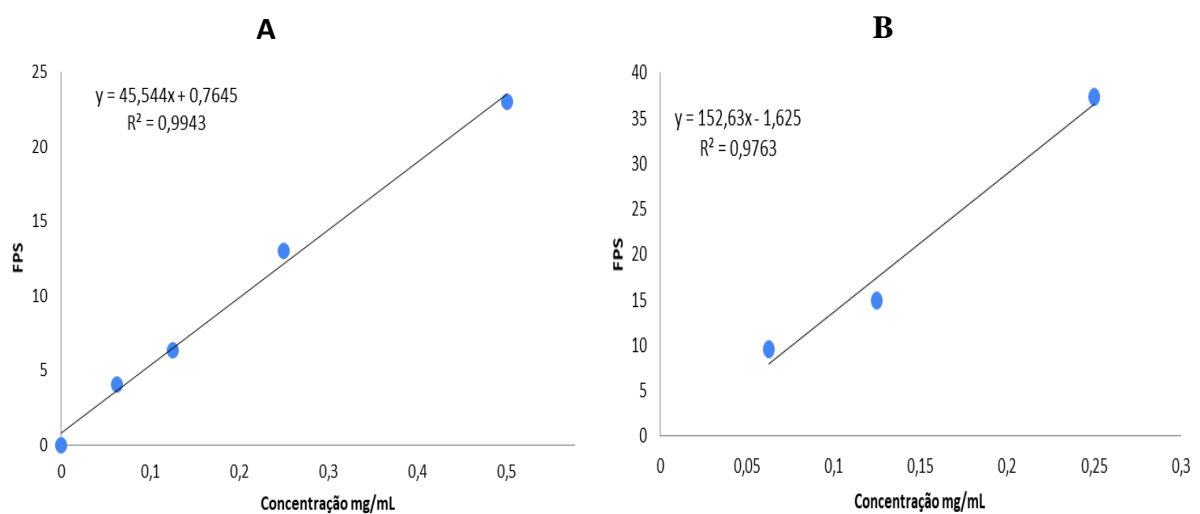


Figura 2. Fator de proteção solar (FPS) em função da concentração para soluções do extrato da casca do pequizeiro (*Caryocar brasiliense* Camb.) (A) e do dióxido de titânio (B).

Tabela 2: Fator de proteção solar (FPS) estimado em função da concentração do extrato da casca do pequizeiro (*Caryocar brasiliense* Camb.).

Estimativa (FPS)	Concentração do extrato (mg/mL)
10	0,08
15	0,11
20	0,14
30	0,21
45	0,31
60	0,40

Avaliação e eficácia de formulações fotoprotetoras contendo o extrato

Na figura 3, estão representados os valores de FPS para formulações contendo o extrato da casca do fruto do pequizeiro (*Caryocar brasiliense* Camb.) nas concentrações 0,11 mg/mL, 0,21 mg/mL e 0,4 mg/mL, respectivamente para os valores de FPS esperados de 15, 30 e 60 .

Os valores esperados foram calculados com base na equação de regressão linear aplicada sobre os dados de FPS em função da concentração do extrato (vide Tabela 2). Observa-se que os valores de FPS estimados foram diferentes dos valores esperados.

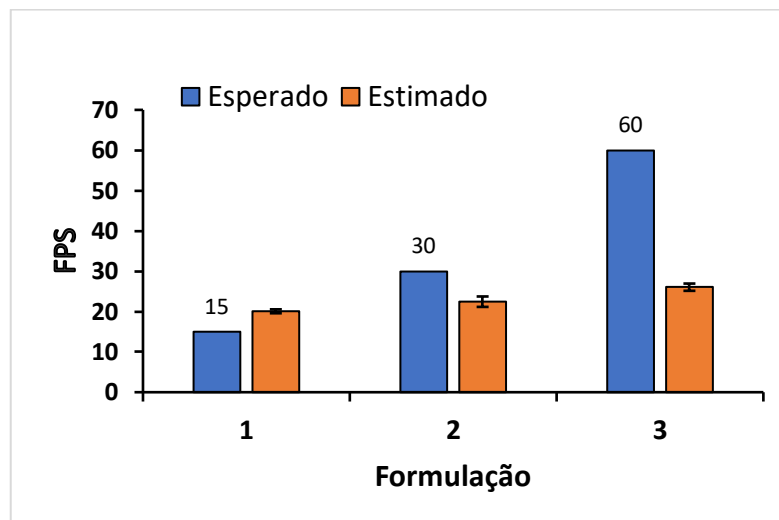


Figura 3. Fator de proteção solar (FPS) de formulações fotoprotetoras contendo o extrato da casca do fruto do pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) como ingrediente ativo principal. Barras indicam \pm desvio padrão.

No teste de resistência à centrifugação não houve separação de fases nas amostras utilizadas. Todas mantiveram-se homogêneas após 30 minutos de centrifugação a 3000 rpm. Para o teste de estresse térmico (Tabela 3), observa-se que as formulações também mantiveram a homogeneidade, não apresentando alterações no aspecto e cor após submissão de variação de temperatura na faixa de 45 a 80 °C. Também no teste de estabilidade a baixa e alta temperatura o creme base e a formulação comercial de FPS 30, mantiveram suas características organolépticas durante os 14 dias avaliados. Já a formulação de FPS 15 contendo o extrato apresentou modificação na sua cor, tornando-se mais clara quando colocada na geladeira a 5 °C, contudo, manteve-se estável na condição de 45 °C. Já o extrato diluído em água sofreu modificações, apresentando-se modificado quanto ao aspecto e na coloração a partir de 1 dia de teste.

Em análise de pH das amostras realizada após o 14º dia de teste, pode-se verificar que formulação a FPS 15 teve aumento no pH na geladeira a 5°C e na estufa a 45 °C, com

percentual de variação, respectivamente, de 8,9% e 3,2% (Tabela 4). O creme base na geladeira teve um aumento no pH, apresentando um percentual de variação de 4,7% e diminuição na estufa com variação de 1,2%. A formulação comercial de FPS 30 teve aumento de pH na geladeira com variação de 3,5% e diminuição na estufa com variação de 1,5%. O extrato teve diminuição de pH em ambos os testes apresentando um percentual de variação de -2,1% na geladeira e -12,9% na estufa.

Tabela 3: Aspecto e cor das formulações durante os testes de estresse térmico e de estabilidade a baixa e alta temperatura.

Tratamentos	Formulação (FPS 15)				Creme Base				Formulação comercial (FPS 30)				Extrato			
	Tempo (dias)				Tempo (dias)				Tempo (dias)				Tempo (dias)			
	0	1	7	14	0	1	7	14	0	1	7	14	0	1	7	14
Geladeira (5 °C)	N	N	M	M	N	N	N	N	N	N	N	N	N	M	M	IM
Estufa (45 °C)	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	M	M	IM
Banho-maria (40 °C)	N	-	-	-	N	-	-	-	N	-	-	-	N	-	-	-
Banho-maria (50 °C)	N	-	-	-	N	-	-	-	N	-	-	-	M	-	-	-
Banho-maria (60 °C)	N	-	-	-	N	-	-	-	N	-	-	-	M	-	-	-
Banho-maria (70 °C)	N	-	-	-	N	-	-	-	N	-	-	-	M	-	-	-
Banho-maria (80 °C)	N	-	-	-	N	-	-	-	N	-	-	-	M	-	-	-

N – Normal, LM – Levemente Modificado, M – Modificado e IM- Intensamente Modificado **Fonte:** Autoria própria

Nos resultados da atividade antioxidante, apenas a formulação contendo o extrato com FPS 15 apresentou uma atividade com valor de 54,3%. O creme base e a formulação comercial (FPS 30) não apresentaram nenhuma atividade antioxidante.

Tabela 4: Variação do pH das formulações durante o teste de estabilidade a baixa e alta temperatura.

Tratamento	Formulação (FPS 15)			Creme Base			Formulação comercial (FPS 30)			Extrato		
	Dia		% de variação	Dia		% de variação	Dia		% de variação	Dia		% de variação
	0	14		0	14		0	14		0	14	
5 °C	4,5	4,9	8,9%	5,9	6,2	4,7%	7,0	7,3	3,5%	5,4	5,3	-2,1%
45 °C	4,5	4,6	3,2%	5,9	5,9	-1,2%	7,0	6,9	-1,5%	5,4	4,8	-12,9%

DISCUSSÃO

Neste estudo, inicialmente foi avaliado por esta metodologia o fator de proteção solar do extrato da casca do fruto do pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) com o intuito de determinar a sua potencialidade como filtro solar e possibilidade de utilização como ingrediente ativo em formulações fotoprotetoras. De acordo com a legislação brasileira, RDC N° 30 de 1° de junho de 2012³¹, um produto para ser utilizado em cosméticos fotoprotetores, deve apresentar FPS de no mínimo 6. Observou-se que o extrato aqui avaliado apresentou um FPS de 23,06 na maior concentração utilizada (0,5 mg/mL) e este valor decresceu com a redução da concentração. Este resultado indica que existe proporcionalidade entre concentração do extrato em solução e FPS. Indica também que a utilização deste extrato em formulações atende a legislação, cabendo, no entanto, avaliações para esta finalidade. Este mesmo extrato apresentou considerável atividade antioxidante, que se mantida em uma formulação valoriza o extrato por agregar à formulação mais uma característica desejável.

Diante do potencial apresentado pelo extrato, baseando no FPS esperado para diferentes concentrações do extrato, foram preparadas formulações onde o extrato entrou na composição como único ingrediente ativo (filtro solar). As formulações preparadas tinham FPS esperado de 15, 30 e 60 (figura 3). Conforme normas da Resolução n° 237, de 22 de agosto de 2002³², após o desenvolvimento de uma formulação contendo filtro solar, faz-se necessário a determinação do seu FPS, uma vez que, este valor deve constar no rótulo caso a formulação seja posta para comercialização. Conforme resultados, os valores de FPS estimados das formulações se diferenciaram dos valores esperados. Para a formulação de FPS 15 o valor estimado aproximou-se do esperado, no entanto, um pouco mais elevado. Já para as formulações com FPS maiores, de 30 e 60, o FPS estimado foi menor que o esperado. Em estudo com 100 diferentes extratos vegetais, foi observado que um dos fatores que determinam a eficiência de um produto natural como fotoprotetor é sua composição química e consequentemente, sua atividade em absorver as radiações UV, além do coeficiente de extinção molar e a solubilidade³³. Conforme resultados iniciais com extrato, o creme base *second skin* causou interferência nas absorvâncias dos diferentes comprimentos de ondas utilizados na metodologia. Diante destes resultados, novos testes são necessários para avaliar

de que modo a interferência ocorre e a possibilidade de sua correção. Também, testes com utilização de outras bases deverão ser feitos visando a obtenção de formulações cujos valores de FPS correspondam aos valores esperados e, portanto, com a eficácia desejada.

O uso de antioxidantes naturais tem sido incentivado e vários estudos destacam a ação antioxidante de extratos de folhas e frutos do pequi^{22,34,35,36}. Nestes estudos destacam-se a presença de carotenóides, que estão presentes em quantidades consideráveis na polpa e de compostos fenólicos, que de forma semelhante a outras plantas são citados como principais substâncias responsáveis pela atividade antioxidante. O extrato aqui utilizado apresentou elevada atividade antioxidante em solução (Figura 1) e também mostrou ter potencial para acrescentar atividade antioxidante em formulações fotoprotetoras. Estes resultados valorizam o uso do extrato da casca do fruto do pequi na composição de formulações fotoprotetoras com potencial comercial. Além disso, por ser um produto natural, seria menos danoso ao organismo, apresentando reduzidos efeitos colaterais, como reações alérgicas e queimaduras e também menos agressivos ao meio ambiente, apresentando resíduos menos tóxicos quando comparados a produtos sintéticos que atualmente são utilizados^{12,13,37}.

Além da aceitação pelo consumidor, protetores comerciais devem ser testados quanto à estabilidade para avaliar o seu desempenho, segurança e eficácia²⁹. Estes testes fornecem indicações sobre o comportamento do produto, em determinado intervalo de tempo, frente às condições ambientais a que possa ser submetido, desde a fabricação até o término da validade. Ensaio organoléptico fornecem parâmetros que permitem avaliar, de imediato, o estado em que se encontra a amostra em estudo por meio de análises comparativas. Estes testes têm o objetivo de verificar alterações como separação de fases e precipitação permitindo, o reconhecimento primário do produto. Conforme resultados dos testes de resistência à centrifugação e estresse térmico, a formulação FPS 15 contendo o extrato, o creme base e a formulação comercial FPS 30 apresentaram resultados satisfatórios, não sofrendo alterações que comprometessem a formulação. Conforme as normas, o produto formulado deve permanecer estável e qualquer sinal de instabilidade indica a necessidade de reformulação ou a recusa/não aprovação do produto²⁹.

O teste de estabilidade de alta e baixa temperatura se utiliza de condições extremas de temperatura com a finalidade de acelerar possíveis reações de degradação química e modificações físicas de substâncias e/ou alterações na forma farmacêutica ou cosmética e o

surgimento de sinais devem ser observados e analisados, conforme as características de cada tipo de produto²⁹. Observou-se que a formulação FPS 15 contendo o extrato, o creme base e a formulação comercial de FPS 30, em sua totalidade, mantiveram estabilidade satisfatória nas condições de baixa e alta temperatura. Somente a partir do sétimo dia de teste, a formulação FPS 15 contendo o extrato sofreu modificação na cor, tornando-se mais clara. Esta alteração não é considerada de extrema relevância, porém é importante sua investigação em novos testes, como os de estabilidade normal e acelerada.

O pH desejado para produtos cosméticos varia em função da sua aplicabilidade, pois o pH cutâneo pode variar de acordo com a região do corpo. Assim, produtos com uma permanência prolongada sobre a pele devem ter um pH de 4,0 a 7,0, sendo que o pH deve se aproximar ao máximo do pH cutâneo, que varia de 4,5 a 5,5³⁸. As amostras avaliadas apresentaram resultados satisfatórios, a exceção do extrato em solução aquosa, que apresentou variação de pH acima do limite aceitável, que é de 10%. Esta solução aquosa, no entanto, foi aqui avaliada apenas para comparação e também para obtenção de maiores informações sobre o extrato.

No Brasil, pesquisas com produtos naturais que buscam um fotoprotetor em potencial, com princípios ativos orgânicos, são respaldadas pela Portaria nº 2.960, de 09 de dezembro de 2008³⁹, que aprova o Programa Nacional de Plantas Medicinais e Fitoterápicos e incentiva a sua utilização no Sistema Único de Saúde (SUS). Contudo, todos os produtos, antes de serem postos para comercialização, devem ser avaliados pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa), segundo a Resolução RDC nº 47, de 16 de março de 2006¹⁰, que permite maior segurança da utilização dessas substâncias pela população. O extrato aqui avaliado demonstrou potencial para ser utilizado como componente ativo em formulações de protetores solares. Independente de testes que considerem melhorar a eficiência de formulações com FPS maiores que 15, o uso do extrato hidroetanólico da casca do fruto do pequi aqui avaliado foi eficiente para formulações com FPS 15. Além da capacidade fotoprotetora, a atividade antioxidante também registrada agrega propriedades com benefícios para proteção à saúde da pele.

É crescente o incentivo ao uso de filtros solares artificiais para proteger a pele de queimaduras solares, fotoenvelhecimento e fotocarcinogênese⁴⁰. O uso de formulações fotoprotetoras com FPS mais elevado é destacado e questionado^{41,42}. A eficácia e a segurança

da maioria dos constituintes dos filtros solares artificiais são questionadas por sua fotoestabilidade, toxicidade e danos aos ecossistemas, principalmente marinhos⁴⁰. Muito embora os extratos naturais não possam substituir completamente filtros artificiais, eles se apresentam como alternativa a estes, inclusive com a possibilidade de agregarem propriedades em formulações mistas.

CONCLUSÕES

O extrato da casca do fruto do pequiheiro apresenta características de fotoproteção e atividade antioxidante. Seu uso como ingrediente ativo em formulações de protetores solares confere eficácia na fotoproteção.

Este estudo agrega valor ao pequiheiro, demonstrando mais uma de suas potencialidades para exploração, com destaque por ressaltar o uso de uma parte da planta que até então é considerada sem valor e é descartada como lixo. Também reforça a importância da manutenção de áreas nativas, que podem também ser fonte de exploração rentável.

Os resultados reforçam também a possibilidade de uso de produtos naturais em contrapartida a produtos sintéticos.

AGRADECIMENTOS

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais – FAPEMIG, pela concessão de Bolsas de Iniciação Científica às acadêmicas Lívia Tamara Magalhães Ruas e Ana Luzia Soares Pinto da Silva do curso de Ciências Biológicas da Universidade Estadual de Montes Claros/UNIMONTES.

REFERÊNCIAS

1. GARBE, Claus, et al. Skin cancers are the most frequent cancers in fair-skinned populations, but we can prevent them. *Eur. J. Cancer* 204, 2024. Article 114074, 10.1016/j.ejca.2024.114074

2. INSTITUTO NACIONAL DO CANCER (INCA). Estimativa 2023 – Incidência de Câncer no Brasil. INCA, 2022. Disponível em: <https://www.gov.br/inca/pt-br/assuntos/noticias/2022/inca-estima-704-mil-casos-de-cancer-por-ano-no-brasil-ate-2025>.
3. SANTOS, Sandra Oliveira et al. Importância do uso de protetor solar na prevenção do câncer de pele e análise das informações desses produtos destinados a seus usuários. Revista Journal of Health & Biological Sciences, Fortaleza, v.6, n.3, p. 279-285, 2018. DOI: <https://doi.org/10.12662/2317-3076jhbs.v6i3.1913.p279-285.2018>.
4. YAAR, Mina. The chronic effects of ultraviolet radiation on the skin: photoaging. In: Photodermatology, New York, p. 91-106, 2007.
5. ALMEIDA, Letícia Cordeiro et al. Avaliação da qualidade de formulações magistrais fotoprotetoras géis-creme comercializadas na região centro-oeste de Minas. Revista Conexão Ciência, Formiga, v. 5, n. 3, p. 24-42, 2020. DOI: <https://doi.org/10.24862/cco.v15i3.1202>
6. ARAÚJO, T. S.; DE SOUZA, S. O. Protetores solares e os efeitos da radiação ultravioleta. Revista Scientia plena, v. 4, n. 11, 2008. Disponível em: <https://scientiaplenuemnuvens.com.br/sp/article/view/721>
7. URBACH, Frederick. The historical aspects of sunscreens. Journal of photochemistry and photobiology B: Biology, v. 64, n. 2-3, p. 99-104, 2001. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1011-1344\(01\)00202-0](https://doi.org/10.1016/S1011-1344(01)00202-0)
8. GONÇALVES, Tamara et al. Fotoprotetor: Desenvolvimento, Estudo de Estabilidade Preliminar e Avaliação in vitro do Fator de Proteção Solar (FPS). Revista Infarmácia Ciências Farmacêuticas, v. 29, n. 2, p. 147-154, 2017. DOI: <https://10.14450/2318-9312>
9. FLOR, Juliana, DAVOLOS, Marian Rosaly, CORREA, Marcos Antônio. Protetores solares. Química Nova, v.30, p. 153-158, 2007. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422007000100027>
10. BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Resolução RDC no 47, de 16 de março de 2006. Brasília, DF Diário Oficial da União, 2006.

11. MOTA, Milleno Dantas et al. Guava-fruit extract can improve the UV-protection efficiency of synthetic filters in sun cream formulations. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, v. 201, p. 111639, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2019.111639>
12. CEFALI, Letícia Caramori et al. In vitro solar protection factor, antioxidant activity, and stability of a topical formulation containing Benitaka grape (*Vitis vinifera* L.) peel extract. *Natural Product Research*. V. 34, p. 1-6, 2019. DOI: 10.1080/14786419.2018.1550758
13. TERTO, Márcio Vinícius Cahino et al. Atividade fotoprotetora e análise da variação sazonal de *Plectranthus amboinicus*. Tese Mestrado, Universidade Federal de Paraíba, Paraíba, 2021.
14. VILA, Fabiana C. et al. HPLC microfractionation of flavones and antioxidant (radical scavenging) activity of *Saccharum officinarum* L. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 19, p. 903-908, 2008.
15. POLONINI, Hudson Caetano et al. Fotoprotetores naturais como instrumento de ação primária na prevenção do câncer de pele. *Revista de Atenção Primária a Saúde*, v. 14, n. 2, 2011.
16. WOLFE, Kelly et al. Antioxidant activity of apple peels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 53, p. 609-614, 2003. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf020782a>
17. SILVA, D. H. S., PEREIRA, F. C., ZANONI, M. V. B., YOSHIDA, M. *Phytochemistry* 2001, 57, 437. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0103-50532008000500014>
18. SANTOS, Felipe Samways et al. A cultura do Pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.). *Acta Iguazu, Cascavel*, v. 2, n. 3, p.46- 57, 2013. DOI: <https://doi.org/10.48075/actaiguaz.v2i3.8620>
19. OLIVEIRA Francisco Fábio Bezerra de. Efeito antinociceptivo e anti-inflamatório do óleo da polpa de pequi *Caryocar coriaceum* Wittm na artrite induzida por zymosan em ratos. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2013.
20. BRANDÃO, Mitzi et al. Árvores nativas e exóticas do Estado de Minas Gerais. EPAMIG, Belo Horizonte, 2002.

21. DE MATOS, Christiano da Conceição et al. Nota Científica-Potencial fitotóxico do biofertilizante da casca de pequi (*Caryocar brasiliense* Comb.). Revista Cultura Agronômica, v. 27, n. 1, p. 160-172, 2018. DOI: <https://doi.org/10.32929/2446-8355.2018v27n1p160-172>
22. ROCHA, Luciene Barbosa et al. Gallic acid as the major antioxidant in pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) fruit peel. Revista brasileira de plantas medicinais, v. 17, p. 592-598, 2015. DOI: https://doi.org/10.1590/1983-084X/14_062
23. MACIEL, Tamires Coelho Matias et al. Substrato à base de pequi (*Caryocar coriaceum*) na produção de mudas de tomate e pimentão. Revista de Agricultura Neotropical, v. 4, n. 2, p. 9-16, 2017.
24. BLOIS, Marsden S. Antioxidant Determinations by the use of a Stable Free Radical. Revista Nature, n. 181, p. 1199-1200, 1958. DOI: <http://dx.doi.org/10.1038/1811199a0>
25. BRAND-WILLIAMS, W., CUVELIER, M., & BERSET, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie, v. 1, p. 25-30, 1995. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(95\)80008-5](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(95)80008-5)
26. MELO, Enaide de Almeida et al. Capacidade Antioxidante de Hortaliças usualmente consumidas. Revista Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas, V.26, p. 1 - 12, 2006.
27. MANSUR, João de Souza et al. Correlação entre a determinação do fator de proteção solar em seres humanos por espectrofotometria. Anais Brasileiros de Dermatologia., Rio de Janeiro, v.61, p.167-172, 1986.
28. SAYRE, Robert M. et al. Comparison of in vivo and in vitro Testing of Sunscreening Formulas. Photochem. Photobiol., v.29, p. 559-566, 1979. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1751-1097.1979.tb07090>.
29. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Gerência Geral de Cosméticos. Guia de guia de estabilidade de produtos cosméticos. ANVISA, Brasília, 2004. Disponível em: <https://antigo.anvisa.gov.br>
30. MARIOTTI, Débora; FRASSON, Ana Paula Zanini. Avaliação da estabilidade e atividade antioxidante de formulações cosméticas contendo extrato etanólico dos frutos de *Fragaria vesca* L.(morango). Infarma, v. 23, n. 3/4, 2011.

31. BRASIL. Resolução – RDC N° 30 de 1º de junho de 2012. Aprova o Regulamento Técnico Mercosul sobre Protetores Solares em Cosméticos e dá outras providências. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 2012.
32. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Guia de controle de qualidade de produtos cosméticos. ANVISA, Brasília, 2008. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/ptbr/centraisdeconteudo/publicacoes/cosmeticos/manuais-e-guias/guia-de-controle-de-qualidade-de-produtos-cosmeticos.pdf/view>
33. BOBIN, M.F., RAYMOND, M., MARTINI, M.C. UVA/UVB absorption properties of natural products. *Revista Cosmet Toiletries*, v. 109, n. 11, p. 63-70, 1994.
34. LIMA, Alessandro de. Caracterização química, avaliação da atividade antioxidante in vitro e in vivo, e identificação dos compostos fenólicos presentes no pequi (*Caryocar brasiliense Camb.*). Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008. DOI: <https://doi.org/10.32404/rean.v4i2.1551>
35. ROESLER, Roberta et al. Antioxidant activity of *Caryocar brasiliense* (pequi) and characterisation of components by electrospray ionization mass spectrometry. *Food Chemistry*, v. 110, n. 3, p. 711-717, 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.02.048>
36. PORTO, Christian da Silva. Atividade antioxidante em folhas e frutos (*Caryocar brasiliense Camb.*). Tese de Mestrado, Universidade Estadual de Montes Claros, Montes Claros, 2008.
37. FERRARI, Márcio et al. Determinação do fator de proteção solar (FPS) in vitro e in vivo de emulsões com óleo de andiroba (*Carapa guianensis*). *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v. 17, n. 4, p. 626-630, 2007. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0102-695X2007000400023>
38. FLORIANO, T. F. V. Determinação do fator de proteção solar (fps) em formulações magistrais de fotoprotetores adquiridas em município do norte do Paraná. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Farmácia). Faculdade de Ensino Superior Dom Bosco. Cornélio Procópio, 2015.

39. BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria nº 2.960, de 09 de dezembro de 2008. Aprova o Programa nacional de plantas medicinais e fitoterápicos. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 2008.
40. HE HAILUNA et al. Natural components in sunscreens: Topical formulations with sun protection factor (SPF). *Biomedicine & Pharmacotherapy*, v. 134 (111161), 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biopha.2020.111161>.
41. WILLIAMS, J, D et al. SPF 1001 sunscreen is more protective against sunburn than SPF 501 in actual use: Results of a randomized, double-blind, split-face, natural sunlight exposure clinical trial. *Journal of The American Academy of Dermatology*, v.78, n.5, p.902-910, 2018. DOI:<https://doi.org/10.1016/j.jaad.2017.12.062>
42. FOOD AND DRUG ADMINISTRATION. Revised effectiveness determination; sunscreen drug products for over-the-counter human use. 2011;76 FR 35672 at 35674e35675.