



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CURSO DE GRADUAÇÃO EM FARMÁCIA

OBTENÇÃO DE UM EXTRATO RICO EM SAPONINAS A PARTIR DO RESÍDUO
INDUSTRIAL DE *Agave sisalana* PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA
COSMÉTICA

JEAN ANTONIO ADERALDO DA SILVA FILHO

NATAL-RN
2022

JEAN ANTONIO ADERALDO DA SILVA FILHO

OBTENÇÃO DE UM EXTRATO RICO EM SAPONINAS A PARTIR DO RESÍDUO
INDUSTRIAL DE *Agave sisalana* PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA
COSMÉTICA

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Graduação em
Farmácia da Universidade Federal do Rio
Grande do Norte, como requisito parcial
para obtenção do diploma de Bacharel
em *Farmácia*.

Orientador: Prof. Dr. Márcio Ferrari
Coorientadora: Profa. MSc. Flavia Scigliano Dabbur

Natal-RN
2022

Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN
Sistema de Bibliotecas - SISBI
Catalogação de Publicação na Fonte. UFRN - Biblioteca Setorial do Centro Ciências da Saúde -
CCS

Silva Filho, Jean Antonio Aderaldo.

Obtenção de um extrato rico em saponinas a partir do resíduo industrial de Agave sisalana para aplicação na indústria cosmética / Jean Antonio Aderaldo da Silva Filho. - 2022.
23f.: il.

Trabalho de Conclusão de Curso - TCC (Graduação em Farmácia) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Centro de Ciências da Saúde, Departamento de Farmácia. Natal, RN, 2022.

Orientador: Márcio Ferrari.

Coorientadora: Flávia Scigliano Dabbur.

1. Agave sisalana - TCC. 2. Cosméticos - TCC. 3. Resíduo - TCC. 4. Saponinas - TCC. I. Ferrari, Márcio. II. Dabbur, Flávia Scigliano. III. Título.

RN/UF/BS-CCS

CDU 677.162

JEAN ANTONIO ADERALDO DA SILVA FILHO

OBTENÇÃO DE UM EXTRATO RICO EM SAPONINAS A PARTIR DO RESÍDUO
INDUSTRIAL DE *Agave sisalana* PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA
COSMÉTICA

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Graduação em
Farmácia da Universidade Federal do Rio
Grande do Norte, como requisito parcial
para obtenção do diploma de Bacharel
em *Farmácia*.

Aprovado em: 26/01/2022

BANCA EXAMINADORA

Prof, Dr. Márcio Ferrari

Prof, Dr. Gabriel Azevedo de Brito Damasceno

Prof, Dr. Artur de Santana Oliveira

Natal-RN, 26 de Janeiro de 2022

AGRADECIMENTOS

À minha mãe Rosângela por sempre ter feito de tudo para educar a mim e aos meus irmãos (Vitor, Italo, Gabriel e Clara) a sermos pessoas do bem e determinadas.

À minha ex-professora do IFRN e grande amiga, Dra. Marcionila Ferreira (Nila) por ter acreditado em mim e me ajudado nessa caminhada de forma tão materna e carinhosa.

À minha grande amiga de laboratório e de vida Stella Barreto por ter me apoiado, ensinado e acolhido da forma mais verdadeira e sincera possível.

Aos meus colegas do Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Produtos Cosméticos por dividirem comigo seus conhecimentos, em especial a Flávia por ter me acompanhado em todos os momentos.

Aos meus amigos da faculdade (Adrielle, Anna Júlia, Dani e Gabriel) por estarem ao meu lado durante todo esse período. Vocês estarão sempre em minha vida!

À minha amiga de infância Victória, à minha amiga Kalyane e ao meu amigo Gilvan por terem sido minha fortaleza nos piores momentos longe da minha família.

À minha Tia Luzia por ter me acolhido em sua casa durante dois anos para que eu pudesse concluir minha missão na graduação.

À banca examinadora por terem aceitado participar desse momento singular em minha vida. Muito obrigado Dr. Gabriel e Dr. Artur.

Ao CNPq pelo apoio financeiro.

Por fim, ao meu orientador Prof. Márcio Ferrari por ter acreditado em mim desde o dia que bati na porta de sua sala. O senhor foi responsável pelas maiores realizações que tive em minha vida acadêmica e profissional. Será sempre minha maior referência de professor, orientador e amigo.

OBTENÇÃO DE UM EXTRATO RICO EM SAPONINAS A PARTIR DO RESÍDUO INDUSTRIAL DE *Agave sisalana* PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA COSMÉTICA

OBTAINING AN EXTRACT RICH IN SAPONINS FROM *AGAVE SISALANA* INDUSTRIAL RESIDUE FOR APPLICATION IN THE COSMETIC INDUSTRY

Jean Antonio Aderaldo da SILVA-FILHO^{1*}

¹Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Produtos Cosméticos, Faculdade de Farmácia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, Brasil

*Autor correspondente: Av. General Gustavo de Farias, s/n, Petrópolis, 59012-370, Natal, RN, Brasil. ferrarimarcio@uol.com.br

RESUMO

Os produtos cosméticos, perfumes e produtos de higiene pessoal possuem grande relevância econômica no Brasil e no mundo. Inovação e sustentabilidade são hoje pontos determinantes na escolha de um produto cosmético por parte dos consumidores, por isso, matérias-primas de origem natural e obtidas de resíduos vegetais ganha notoriedade nas pesquisas. Atendendo a esses pontos, o resíduo industrial de *Agave sisalana* Perrine (Sisal), resultante do processo de desfibramento das suas folhas para obtenção de fibras duras utilizadas na produção de corda, tornou-se uma fonte promissora de matéria-prima cosmética a ser estudada, pois tem em sua composição química, dentre outras, as saponinas como metabólitos especiais. Essas substâncias possuem propriedades tensoativas naturais e podem ser empregas em produtos de higiene pessoal. O objetivo

desse trabalho foi obter e quantificar um extrato rico em saponinas, oriundo do resíduo industrial de *A. sisalana*, avaliar seu comportamento frente a testes físicos e físico-químicos que sustentem a possibilidade de uso em produtos de higiene pessoal. Para o extrato foi observado um teor de saponinas totais de 17,8% e 0,77% de açúcares totais. A tensão superficial foi avaliada pelo método de Máxima Pressão Diferencial da Bolha, resultando em 61,15 Dynes/cm. Os testes da altura e consistência de espuma, índice de espuma e o índice de emulsificação demonstraram que a presença de saponinas proporcionou resultados satisfatórios. Desse modo, o extrato apresenta-se como uma promissora matéria-prima para aplicação na indústria cosmética. Esta pesquisa contribui para agregar valor ao material de descarte, colaborando com o desenvolvimento sustentável e socioeconômico da região.

PALAVRAS-CHAVE: *Agave sisalana*; Cosméticos; Resíduo; Saponinas.

ABSTRACT

Cosmetics, perfumes and personal hygiene products have great economic relevance in Brazil and in the world. Innovation and sustainability are now critical points in the choice of a cosmetic product by consumers, therefore, raw material of natural origin and made of materials that gain notoriety in research. Given these points, the industrial waste of *Agave sisalana* Perrine (Sisal), resulting from the process of shredding its leaves to obtain hard fibers used in the production of rope, has become a promising source of cosmetic raw material to be studied, because it has in its chemical composition, among others, saponins as special metabolites. This substance has natural surface-active properties and can be used in personal hygiene products. The objective of this work was to obtain and quantify an extract rich in saponins, derived from the industrial objective of *A. sisalana*,

to evaluate its behavior in the face of physical and physicochemical tests that support the possibility of use in personal hygiene products.. The extract had a total saponin content of 17.8% and 0.77% of total sugars. The surface tension was obtained by the method of Maximum Differential Pressure of the Bubble¹⁵, resulting in 61, Dynes/cm. presence and consistency of excellent foam consistency, satisfactory test results and quality results. Thus, the extract presents itself as a promising raw material for application in the cosmetic industry. This research contributes to adding value to a waste material, collaborating with the sustainable and socioeconomic development of the region

KEY-WORD: *Agave sisalana*; Cosmetics; Residue; Saponins.

INTRODUÇÃO

Segundo levantamento da Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (ABIHPEC) (1) o Brasil é o 4º maior mercado consumidor do mundo e o 3º que mais lança produtos no mercado, o que faz desse setor uma potência econômica para o país.

Devido à forte relevância da indústria cosmética, os impulsos para busca por novas fontes de matérias-primas sustentáveis e que atendam a necessidade tecnológica têm sido alavancadas de maneira persistente e promissora. Dessa forma, o público consumidor está cada vez mais sendo influenciado por questões ambientais pautadas no uso de produtos naturais, botânicos e livres de substâncias como sais, sulfatos, parabenos, silicones, dentre outras (2).

A cobrança por parte dos consumidores e órgãos ambientais por produtos e processos verdes na obtenção de um ativo cosmético coloca em foco plantas como a *Agave sisalana* Perrine, popularmente conhecida como Sisal. Ela é uma herbácea que foi

encontrada inicialmente na Península de Yucatã no México, pertencente a classe vegetal monocotiledônea e a família Agavaceae (3). Ao todo, mais de 300 espécies já foram identificadas nessa família, localizadas em regiões de clima tropical e subtropical (4). As condições climáticas quente e regiões áridas permitem um crescimento ininterrupto durante todo o ano, tornando-se uma grande vantagem no cultivo (5).

O bioma exclusivamente brasileiro Caatinga, presente na Região Nordeste do país, é referência no cultivo da *A. sisalana* (6), já que mais de meio milhão de empregos diretos e indiretos são gerados na região e que, em alguns casos, tem-se apenas essa alternativa como fonte de renda do grupo familiar (7).

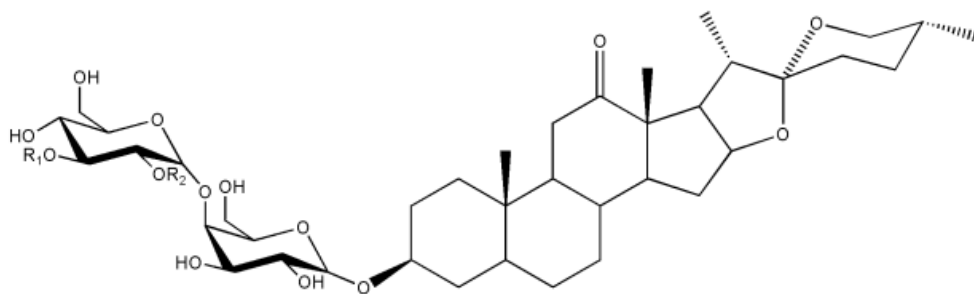
O Brasil é responsável por 60,0% da produção mundial da fibra e dos produtos derivados do Sisal, o que resulta em torno de 80,0 mil toneladas/ano, ficando à frente de países como China (11,0%), Tanzânia (10,0%), Madagascar (4,5%), Venezuela (3,5%) e México (5,0%) (8).

As fibras são obtidas a partir das folhas (9) que, ao serem colhidas por meio de corte manual, passam por um processo de desfibramento para separação da matéria-prima de interesse, equivalendo a cerca de 3,0% a 5,0% ,enquanto os 95% restantes são descartados como resíduo industrial (8).

O resíduo industrial da *A. sisalana* apresenta metabólitos de grande interesse para a indústria cosmética. Estudos direcionados para essa área destacaram os carboidratos, encontrados no resíduo, como potencial ativo hidratante (10), bem como, evidenciaram o extrato de *A. sisalana*, contendo polissacarídeos, compostos fenólicos e saponinas, como um potencial ativo para aplicação em produtos antioxidantes (11). Ainda, o alto teor de saponinas presentes nessa espécie (12) chama a atenção para o potencial uso desse metabólito como ativo de detergência para produtos voltados para a higiene da pele.

As saponinas são metabólitos especiais que integram o grupo dos terpenos e que podem estar relacionadas de forma direta no sistema de defesa natural da planta frente a interferências ambientais, como o ataque de predadores (insetos, animais, fungos). No entanto, a principal característica das saponinas é a presença de uma espuma persistente e abundante quando em soluções aquosas. Este fato advém da sua estrutura química que possui uma porção apolar (aglicona ou sapogenina) e uma porção polar contendo um ou mais açúcares (13), representada na Figura 1 (14)

Figura 1. Estrutura química de uma saponina obtida da *Agave sisalana*



Fonte: adaptado de Ribeiro e colaboradores (14)

Essa característica química observada nas moléculas de saponinas, conferem a essas substâncias a atividade de detergência, pois diminuir a concentração micelar crítica e permite a limpeza de sujidades predominantemente lipofílicas (13)

Diante disto, o objetivo desse trabalho foi obter e quantificar um extrato rico em saponinas, oriundo do resíduo industrial de *A. sisalana*, avaliar seu comportamento frente a testes físicos e físico-químicos que evidenciem a possibilidade de uso em produtos de higiene pessoal

MATERIAL E MÉTODOS

Obtenção e preparo do extrato rico em saponinas

O resíduo do sisal, oriundo do desfibramento das suas folhas, foi cedido pela empresa Sisaltec Indústria de Fibras de Sisal do Rio Grande do Norte, com a coleta do material realizada em agosto de 2017 no local de cultivo na cidade de Pedra Grande-RN, Brasil (5°07'56.3" S 35°54'31.7" W). Como forma de assegurar a espécie em estudo, uma excisata foi depositada no Herbário da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, vinculada ao registro UFRN-20544.

O extrato foi preparado de acordo com a metodologia padronizada por Dabbur e colaboradores (15). Inicialmente, o resíduo foi submetido a secagem em estufa de ar circulante (Odontobrás, ECB1.1, Ribeirão Preto - SP, Brasil) sob uma temperatura de 45°C, com pesagens sendo realizadas a cada 24h até atingir uma massa constante, por um período de 5 dias. Após a secagem, o material foi triturado utilizando um triturador em facas (Liquidificador industrial Spolu-Benesse, SPL-049, Itajobi - SP, Brasil) e, em seguida, tamisado a uma granulometria de 710 µm (Peneira granulométrica, Presidente Prudente - SP, Brasil). O rendimento foi calculado de acordo com a Equação 1:

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{massa do resíduo seco tamisado}}{\text{massa do resíduo bruto}} \times 100 \quad \text{Equação (1)}$$

Posteriormente, foi realizada uma extração por Soxhlet, de acordo com metodologia descrita por Pizarro e colaboradores (16), com adaptações. O processo foi realizado por um período de 24h, utilizando uma proporção de 1:14 (resíduo: água destilada m/v). Em seguida, o extrato obtido foi submetido à liofilização (Christ Alpha,

1-2 LD, Osterodeam Harz, Alemanha) por 48h. O rendimento foi calculado de acordo com a Equação 2.

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{massa da amostra liofilizada}}{\text{massa do resíduo seco}} \times 100 \quad \text{Equação (2)}$$

Doseamento do teor de saponinas totais

A concentração de saponinas totais foi determinada por meio do método vanilina-ácido sulfúrico conforme descrito por Ribeiro e colaboradores (17). Assim, 250,0 µL de amostra (10,0 mg/mL diluído em metanol 80,0% m/v) foi adicionado a 250,0 µL de solução etanólica de vanilina 8,0% (m/v) e 2,5 mL de ácido sulfúrico 72,0% (v/v). A solução ácida foi mantida à temperatura de 60,0 °C por um período de 10 min. Em seguida, a absorbância foi observada no comprimento de onda de 544 nm utilizando um espectrofotômetro (BEL, SP 1105, Piracicaba-SP, Brasil). A diogenina (Sigma-Aldrich, São Paulo-SP, Brasil) foi utilizada como padrão e curva padrão foi obtida (25,0, 37,5, 50,0, 62,5, 75,0, 100,0 e 125,0 µg/mL). O teste foi realizado em triplicata bem como suas amostras. Os resultados foram apresentados em porcentagem.

Doseamento do teor de açúcares totais

O teor de açúcares totais foi determinado por meio do método fenol/ ácido sulfúrico (18). 20,0 µL da amostra (10,0 mg/mL) foi adicionada de 980,0 µL de água destilada e 25,0 µL da solução reagente de fenol (80,0%, v/v). Em seguida, 2,5 mL de ácido sulfúrico PA foi adicionado e, após resfriamento, submetida a banho-maria a 37,0°C por 30 min. As absorbâncias correspondentes foram obtidas em espectrofotômetro

(BEL, SP 1105, Piracicaba-SP, Brasil) em um comprimento de onda de 490 nm. A D-galactose foi utilizada como padrão e uma curva de calibração obtida (10,0, 20,0, 30,0, 40,0, 50,0, 70,0 e 150,0 µg/mL). O teste foi realizado em triplicata bem como suas amostras. Os resultados foram apresentados em porcentagem.

Avaliação da Tensão Superficial do Extrato

A avaliação da tensão superficial foi realizada por meio do método de Máxima Pressão Diferencial da Bolha, com fluxo de nitrogênio gasoso, utilizando o equipamento *Surface Tensiometer* (SensaDyne QC6000, Chem-Dyne Research Corp, Jarinu-SP, Brasil). A amostra (10,0 mg/mL), foi preparada em diferentes faixas de pH (4,0, 7,0 e 10,0), já que pode influenciar na diminuição da tensão superficial, utilizando soluções diluídas de ácido clorídrico e hidróxido de sódio. O Etanol absoluto, a água destilada (branco) e o lauril sulfato de sódio (padrão) foram avaliados na mesma concentração da amostra. Os resultados foram calculados utilizando o programa *SensaDyne Tensiometer Software* versão 1.21 e o resultado foi apresentado em Dynes/cm (19).

Avaliação da Altura e Consistência da Espuma

Para avaliação da altura e consistência da amostra, foi preparada uma solução aquosa contendo o extrato rico em saponinas (1,0% m/v) e essa submetida a banho de ultrassom por cerca de 5 min para solubilização do extrato. Após resfriamento, utilizando uma proveta (100,0 mL), 20,0 mL da solução foi agitada manualmente por 10 vezes (verticalmente). Após 10 min (acomodação da espuma), a altura atingida pela espuma formada foi medida em mililitros e a consistência da espuma observada e classificada como (+) pouco consistente, (++) consistente, (+++) muito consistente (20).

Determinação do Índice de Espuma

O teste de índice de espuma foi realizado de acordo com a Farmacopeia Brasileira 6ª edição (21). Uma solução aquosa na concentração de 10,0 mg/mL do extrato rico em saponinas foi preparada e distribuída em 10 tubos de ensaio com 16,0 mm de diâmetro e 16,0 cm de altura. A quantidade de solução da amostra adicionada em cada tubo foi em série sucessiva de 1,0, 2,0, 3,0 até 10,0 mL, e o volume final, 10 mL, até o tubo 9 foi preenchido com água purificada. Os tubos foram agitados, manualmente e verticalmente, por 15 segundos por cerca de 30 repetições. Aguardou-se 15 min e mediu-se a altura da espuma em cm de todos os tubos.

A interpretação dos resultados se dá da seguinte forma: na situação em que a altura da espuma de todos os dez tubos for menor que 1,0 cm, o índice de espuma é considerado maior que 100,0; se, em qualquer um dos tubos, a altura da espuma medida for de 1,0 cm, o valor da diluição do material vegetal nesse tubo é o resultado do índice observado; se o tubo 1,0 ou 2,0 apresentar a altura da espuma de 1,0 cm, será preciso realizar uma diluição intermediária seguindo as mesmas condições para averiguar a precisão do resultado. Na situação em que todos os tubos apresentem a altura da espuma maior que 1,0 cm, o índice de espuma é considerado maior que 1000,0. Nesse caso, a determinação deve ser feita com uma nova série de diluições da solução amostra para se obter um resultado preciso. O índice de espuma é calculado segundo a equação 3:

$$\text{Índice de Espuma} = \frac{1000}{A} \quad \text{Equação (3)}$$

Onde A é o volume, em mL, da solução amostra utilizado para preparação da diluição no tubo onde a espuma foi observada (20).

Determinação do Índice de Emulsificação

Foram preparadas duas soluções nas concentrações de 1,0 e 10,0 mg/mL de amostra e adicionadas a tubos de ensaio contendo óleo de algodão na proporção 1:1. Procedeu-se com agitação em vórtex por 2 minutos e, após esse período, aguardou-se por 24h para calcular a razão entre a altura da região emulsificada e a altura total segundo a Equação 4 (22,23). Para fins de comparação, soluções aquosas de saponinas PA, lauril éter sulfato de sódio e água purificada também foram testadas.

$$E_{24} (\%) = \frac{H_{EL}}{H_S} \times 100 \quad \text{Equação (4)}$$

Em que H_{EL} é a altura da região emulsificada e H_S a altura total.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

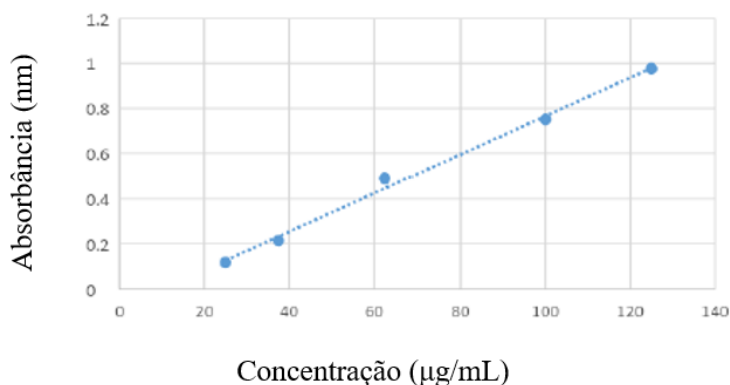
A obtenção de extratos ricos em saponinas é descrita utilizando diferentes técnicas de extração, dentre essas, a extração por Soxhlet. No entanto, mais comumente se observa a utilização de etanol como solvente para essa técnica (24). Nesse trabalho utilizou-se a água destilada como solvente, pensando-se em uma metodologia extrativa de menor impacto ambiental (extração verde) e com um bom rendimento. O alto teor aquoso presente nas folhas de *A. sisalana* descrito por Mors e Sharapin (25) e Silva e Beltrão (26), foi conseqüentemente observado para o resíduo. Após a sua secagem, um rendimento de 10,0 % foi obtido, corroborando com o descrito por esses autores. Além disso, o processo de extração em *soxhlet* apresentou um alto rendimento (38,20%), o que

indica a metodologia utilizada como uma interessante ferramenta para obtenção de extratos ricos em biomoléculas.

A quantificação de saponinas na fração foi realizada a fim de se comprovar a real eficiência do processo. Quando calculado o teor de saponinas, esse foi de 17,8%. Semelhante ao observado, utilizando a extração por Soxhlet, Pizarro e colaboradores (16), obtiveram uma fração de saponinas, oriundas do resíduo de *A. sisalana*, com rendimento de 17,5%. No entanto, diferente do proposto para esse trabalho, os autores utilizaram como solvente extrator o metanol, podendo a metodologia utilizada nesse trabalho ser uma alternativa verde para obtenção de extratos ricos em saponinas. Ainda, para obtenção de um extrato, oriundo do resíduo de *A. sisalana*, Barreto e colaboradores (11), por meio de maceração à frio, utilizando o etanol como solvente extrator, também observaram um teor de saponinas em torno de 18,01 %.

Para o método de quantificação de saponinas totais, primeiramente foram avaliados os parâmetros descritos na RDC 166 de 24 de julho de 2017 (27) que trata sobre a validação de métodos analíticos. Utilizou-se a diosgenina como padrão primário para a realização dos testes analíticos. Uma curva de calibração, Figura 2, foi construída a partir da absorbância do padrão em diferentes concentrações. Além disso, a equação da reta também foi observada.

Figura 2. Curva de calibração da diosgenina (padrão).



Fonte: Autoria própria.

O método atestou linearidade ao ser verificado um $R^2 = 0,9951$, parâmetro de controle para esse teste, que é um valor próximo a 1,0 (limite). Ainda, a Equação 5 representa o resultado obtido a partir da curva de calibração para fins de cálculo de quantificação do analito.

$$y = 0,0085x - 0,086 \qquad \text{Equação (5)}$$

Onde y é o valor da absorbância e x o teor de saponinas encontrado.

A tabela 1, apresenta os resultados referentes aos limites de detecção e quantificação, bem como a faixa de linearidade que o método atende.

Tabela 1 - Resultados de sensibilidade do método obtidos a partir da curva de calibração.

Tópicos da validação	Valor
Limite de detecção	10,0 $\mu\text{g/mL}$
Limite de quantificação	25,0 $\mu\text{g/mL}$
Linearidade	25,0 a 125,0 $\mu\text{g/mL}$

Fonte: Autoria própria.

Na Tabela 2 é demonstrada as médias das absorbâncias e o desvio padrão dos testes de quantificação de teor (partindo de uma solução à 50,0 $\mu\text{g/mL}$ do padrão primário diosgenina) em três dias distintos e em dois laboratórios diferentes. A partir dessa análise em datas e locais distintos, foi possível verificar a reprodutibilidade e a robustez do método.

A precisão deve avaliar a proximidade entre os resultados obtidos por meio de ensaios com amostras preparadas independentemente. E deve ser estimada através da participação de um ensaio interlaboratorial colaborativo que também comprova a e robustez do método (27).

Tabela 2 – Resultado da robustez, reprodutibilidade e precisão do método

	Laboratório 1	Laboratório 2
	Média das absorbâncias	Média das absorbâncias
Dia 1	0,267	0,277
Dia 2	0,303	0,269
Dia 3	0,279	0,280
Desvio padrão	0,014967	0,004643

Fonte: Autoria própria.

O método atendeu aos critérios exigidos pela RDC 166/ 2017 e, portanto, validado analiticamente e apresentou confiabilidade para ser aplicado na quantificação das saponinas no extrato obtido a partir da *A. sisalana*.

Entretanto, para que as saponinas desempenhem a função de detergência é necessária a presença em sua estrutura química, juntamente a sua porção apolar (sapogenina), de uma porção polar contendo açúcares (13). Diante disto, a quantificação de açúcares totais foi avaliada.

O extrato rico em saponinas apresentou um teor de açúcar de 0,77%. No entanto, experimentos utilizando metodologias de identificação devem ser realizadas a fim de caracterizar a amostra quanto a sua estrutura química, como por exemplo ressonância magnética nuclear (RMN), espectroscopia de massas, e outras.

Barreto e colaboradores (10) obtiveram um extrato contendo cerca de 65% de açúcares totais, no entanto, a metodologia utilizada para extração de compostos de interesse foi voltada para os carboidratos, utilizando o etanol 95°GL. Diferentemente desses autores, foi utilizada a água como solvente extrator, o que pode não favorecer a extração desses, ou ainda, os açúcares estarem ligados a sapogenina e dificultar a sua identificação pelo método espectrofotométrico utilizado.

Diante disto, ensaios foram realizados para observar o potencial do extrato rico em saponinas para seu uso na área cosmética como um produto de origem natural para emprego em produtos de higiene corporal, como sabonetes, xampus e outros.

O extrato rico em saponinas foi submetido a análise de tensão superficial variando os valores de pH em: 4,0, 7,0 e 10,0, além do pH real da solução, 7,87. A modificação desse parâmetro teve por objetivo analisar a influência na diminuição da tensão superficial, fator de extrema relevância quando se trata de tensoativos. Os dados estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Resultados das análises de tensão superficial

Amostras	Tensão Superficial (Dynes/cm)
Água (branco)	72,0
Etanol absoluto	22,0
Lauril sulfato de sódio (LSS) (padrão)	37,08
Extrato	61,15
Extrato pH 4,0	66,80
Extrato pH 7,0	67,50
Extrato pH 10,0	67,50

Fonte: Autoria própria

Pode se observar que, quando comparado a água (branco), o extrato com pH real (7,8) apresentou uma redução em torno de 15,07% da tensão superficial. Já o LSS, apresentou uma redução de 48,5% da tensão superficial em relação a água. No entanto, vale destacar que o extrato possui uma concentração de saponinas equivalente a 17,8% do total do extrato, não se tratando de uma substância sintética com finalidade exclusiva para ação tensoativa, como é o caso do LSS. Ribeiro e colaboradores (6) observaram o potencial de redução na tenção superficial em saponinas oriundas das folhas de *A. sisalana*, demonstrando o potencial dessa planta como fonte de saponinas para aplicação como um tensoativo natural.

Os tensoativos, devido sua característica anfifílica, possuem a capacidade de reduzir a tensão superficial e dessa forma promover um contato da água com a pele ou cabelo, promovendo a remoção da sujeira pelo deslocamento e/ou dispersão (28).

Por outro lado, já é sabido que as saponinas são capazes de formar uma espuma estável quando presentes em soluções aquosas submetidas à agitação, sendo essa espuma resultado da sua estrutura química anfifílica com ação tensoativa (29, 30)

O extrato rico em saponinas foi capaz de manter uma altura de formação de espuma de 50,0 mL logo após agitação (tempo 0) e de 40,0 mL após o tempo de repouso (10 min). A consistência da espuma foi observada e classificada como consistente (++).

Quando se trata de produtos de limpeza corporal, o público consumidor logo remete à ação de detergência com a formação abundante de espuma, por essas questões, o teste de espuma é realizado com intuito de avaliar a possível aceitação deste. No entanto, não há, necessariamente, uma correlação entre a formação de espuma e a capacidade de reduzir a tensão superficial (31).

Quando observado a ação do extrato rico em saponinas quanto ao índice de espuma, esse foi inferior a 100 (<100), não alcançando 1,0 cm de formação de espuma, enquanto o LSS (padrão utilizado) alcançou valores superiores a 1000. Utilizando mesmo método avaliativo, diferentes extratos de *Calendula officinales*, alcançaram valores entre 100 e 198 (32).

O potencial de emulsificação também foi avaliado, tendo em vista que o poder de emulsificação pode auxiliar na limpeza, emulsionando os lipídios. O extrato rico em saponinas foi avaliado em duas concentrações de 1,0 e 10,0 mg/mL. Os resultados obtidos de índice de emulsificação (%E₂₄) foram satisfatórios, uma vez que com o aumento da

concentração do extrato de 1,0 para 10 mg/mL, o índice de emulsificação aumentou de $8,25 \pm 2,14$ para $79,53 \pm 3,96\%$. Bezerra e colaboradores (33) utilizando biosurfactantes (glicolípídeos), oriundos de *Pseudomonas aeruginosas*, alcançaram um índice de emulsificação entre 50,0% e 68,0%. Ribeiro (14), avaliando extrato butanólicos, rico em saponinas, oriundo do resíduo de *A. sisalana*, obtiveram valores de 50,38%, na concentração de 1,0 mg/mL, contudo a metodologia utilizou um solvente orgânico para obtenção do extrato.

Diante do exposto, podemos sugerir que o extrato aquoso, rico em saponinas, oriundo do resíduo de *A. sisalana*, possui potencial para atuar como ativo em produtos cosméticos com finalidade de limpeza. No entanto, novos testes se fazem necessários para comprovar a eficácia *in vivo* desse ativo.

CONCLUSÃO

Este trabalho demonstrou que o extrato rico em saponinas, oriundo do resíduo de *A. sisalana*, apresenta potencial como ativo de limpeza, alternativo ao uso de produtos sintéticos ou redução da concentração dos mesmos em formulações. O extrato apresentou uma concentração de 17,8% de saponinas totais aliado a 0,77% de açúcares totais. O extrato foi capaz de promover uma espuma consistente de 40mL após 10 min de repouso, no entanto, o índice de espuma obtido foi inferior a 100. O extrato também apresentou potencial como emulsificante, com índice de emulsificação de até $79,53 \pm 3,96\%$. A utilização desse extrato como ativo de limpeza para a área cosmética, como alternativa aos produtos sintéticos mais comumente utilizados, pode agregar valor comercial para o resíduo de *A. sisalana*, contribuindo com o desenvolvimento sustentável e socioeconômico.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio e suporte financeiro na realização deste trabalho. Agradecem também a Sisaltec Indústria de Fibras de Sisal, que forneceram o resíduo de *A. sisalana*.

REFERÊNCIAS

- (1) ABIHPEC. Associação Brasileira Da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos. Publicações. Disponível em < https://abihpec.org.br/site2019/wpcontent/uploads/2021/04/Panorama_do_Setor_Atualizado_Novembro2021_V2.pdf >. Acesso em 20 de dezembro de 2021.
- (2) Flor J, Mazin, MR, Ferreira L A,. Cosméticos Naturais, Orgânicos e Veganos. *Cosmetics & Toiletries Brasil*. 2019; v.31 n. 3, p.30-36.
- (3) Wang Y, Li X, Sun H, Yi K, Zheng J, Zhang J, Hao Z. Biotransformation of steroidal saponins in sisal (*Agave sisalana* Perrine) to tigogenin by a newly isolated strain from a karst area of Guilin. *Biotechnology and Biotechnological Equip.* 2014; v. 28, n. 6, p.1024-1033.
- (4) Chen P-Y, Chen CH, Kuo CC, Lee TH, Kuo YH, Lee CK. Cytotoxic steroidal saponins from *Agave sisalana*. *Planta Med.* 2011; v.77, p. 929-933.
- (5) Marin CP, Kaschuk JJ, Frollini E, Nitschke M. Potencial use of the liquor from sisal pulp hydrolysis as substrate for surfactin production. *Ind Crops Prod.* 2015; v.66, p.239-245.
- (6) Ribeiro BD, Coelho MAS, Marrucho IM. Extration of saponins from sisal (*Agave sisalana*) and juá (*Ziziphus joazeiro*) with cholinium-based ionic liquids and deep eutetic solvents. *Eur Food Res Technol.* 2013; v. 237, p.965-975.
- (7) Martin AR, Martins MA, Mattoso LHC, Silva, ORRF. Caracterização Química e Estrutural de Fibra de Sisal da Variedade *Agave sisalana*. *Polímeros. Ciência e Tecnologia.* 2009; v. 19, n. 1, p. 40-46
- (8) MAPA. Ministério da Agricultura, Pecuária e agronegócio. GT 2 Gargalos das culturas do sisal, malva, piaçava, coco, seda e bambu: breve panorama para orientar uma proposta de governança. Câmara Setoriais de Fibras Naturais – CSFN / MAPA 21ª Reunião Ordinária – 20/03/2019. Disponível em: https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/camaras-setoriais-tematicas/documentos/camaras-setoriais/fibras-naturais/2019/21a-ro/diagnostico-setor-fibras_20-marco-2019_final-convertido.pdf. Acesso: 20 de dezembro 2021.

- (9) Santos RA, Brandão W. Árvore do conhecimento território sisal. Disponível em:http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/territorio_sisal/arvore/CONT000ghou0b0002wx5ok05vadr1fx7pyzy.html. Acesso em: 28 abr. 2017.
- (10) Barreto SMAG, Maia MS, Benica AM, de Assis HRBS, Leite-Silva VR, Rocha-Filho PA, Negreiros MMF, Rocha HAO, Ostrosky EA, Lopes PS, Sales VSF, Giordani RB, Ferrari M. Evaluation of in vitro and in vivo safety of the by-product of *Agave sisalana* as a new cosmetic raw material: Development and clinical evaluation of a nanoemulsion to improve skin moisturizing. *Ind Crops Prod.* 2017; v. 108, p. 470-479.
- (11) Barreto SMAG, Cadavid COM, Moura RAO, Silva GMM, Araujo SVF, Silva-Filho JAA, Rocha HAO, Oliveira RP, Giordani RB, Ferrari M. In vitro and in vivo antioxidant activity of *Agave sisalana* agro-industrial residue. *Biomolecules.* 2020; v.10, p. 1435.
- (12) Sidana J, Singh B, Sharma OP. Saponins of Agave: Chemistry and bioactivity. *Phytochemistry.* 2016; v.130, p.22-46.
- (13) Athayde ML, Taketa ATC, Gosmann G, Schenkel EP. Saponinas. In: Simões CMO, Schenkel EP, Mello JCP, Mentz LA, Petrovick PR. *Farmacognosia do Produto Natural ao Medicamento.* Porto Alegre: Artmed. 2017. p.529-564.
- (14) Ribeiro BD. Estratégias de processamento verde de Saponinas da biodiversidade brasileira. [Tese]. Rio de Janeiro: Escola de Química – Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ.2012.
- (15) Dabbur FS, Souto AL, Barreto SMAG, Silva-Filho JAA, Moura RAO, Silva MA, Wanderley-Neto AO, Giordani RB, Ostrosky EA, Ferrati M. Prospecção fitoquímica comparativa de extratos e frações do resíduo de *Agave sisalana* para desenvolvimento de produtos ficosméticos. In: 2. 24° COLAMIQ. 2019.
- (16) Pizarro, APB, Oliveira Filho AM, Parente JP, Melo MTV, Santos CE, Lima PR. O aproveitamento do resíduo da indústria do sisal no controle de larvas de mosquitos. *Rev. Soc. Bras. Med. Trop.* 1999; v. 32, n. 1, p. 23-29.
- (17) Ribeiro BD, Barreto DW, Coelho MAZ. Use of micellar extraction and cloud point preconcentration for valorization of saponins from sisal (*Agave sisalana*) waste. *Food and Bioprod. Process.* 2015; v. 94, p. 601-609.
- (18) Dubois KAM, Gilles JK, Hamilton PA, Rebers FS. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. *Analytical Chemistry.* 1956; v.28. n.3. p. 350-356.
- (19) Wanderley-Neto AO, Silva VL, Rodrigues DV, Ribeiro LS, Silva DNN, Freitas JCO. A novel oil-in-water microemulsion as acementation flushing fluid for removing non-aqueous filter cake. *Journal of Petroleum Science and Engineering.* 2020; v.184, p. 1-13.

- (20) Lorca BSS, Fonseca LB, Santos EP. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de sabonete granulado suave. *Rev. Bras. Farm.* 2009; v. 90, n. 1, p. 10-13.
- (21) BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. *Farmacopeia brasileira*. 6 ed. Brasília: ANVISA. 2019, v. 1.
- (22) Cooper DG, Goldenberg BG. Surface-Active Agents from Two Bacillus Species. *Appl. Environ. Microb.* 1987; v. 53, n. 2, p. 224-229.
- (23) Fontes GC. Produção de Biossurfactante por *Yarrowia lipolytica*. [Dissertação]. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ. 2008.
- (24) Cheok C Y, Salman H A K, Sulaiman R. Extraction and quantification of saponins: A review. *Food Research International*. 2014; v.59, p. 16-40.
- (25) Mors WB, Shaparin N. A obtenção de esteroides do sisal. *Ver. Bras. Tec.* 1974; v. 4, p. 153-167.
- (26) Silva ORR, Beltrão NEM. O agronegócio do sisal no Brasil. Brasília: EMPRABA, 1999. p.205.
- (27) BRASIL. Resolução da Diretoria Colegiada – RDC nº 166, de 24 de julho de 2017. Dispõe sobre a validação de métodos analíticos e dá outras providências. *Diário Oficial da União, Poder Executivo, Brasília-DF*.
- (28) Corrêa MA, *Cosmetologia: Ciência e Técnica*. São Paulo: Medfarma, 2012.
- (29) Osbourn A, Goss RJM, Field RA. The saponins – polar isoprenoids with important and diverse biological activities. *Nat. Prod. Rep.* 2011; v. 28, p.1261-1268.
- (30) Vincken JP, Heng L, Groot A. Gruppen, H. Saponins, classification and occurrence in the plant kingdom. *Phytochemistry*. 2007; v. 68, p. 275-297, 2007.
- (31) Bitencourt RG. Extração e fracionamento de saponinas por extração sequencial em leito fixo utilizando dióxido de carbono supercrítico, etanol e água. [Dissertação]. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP. 2014.
- (32) Borella JC, Marincek A, Rodrigues MF. Comparative evaluation of chemical composition of plant extracts and drugs of *Cantharis officinalis* L. (Asteraceae) cultivated with variation of fertilization and mulching. *Vis Acad.* 2014; v.15, p. 15-26.
- (33) Bezerra MS, Holanda VCD, Amorim JA, Macedo GR, Santos ES. Produção de biotensioativo utilizando *Pseudomonas aeruginosa* (P.A.) e resíduo agroindustrial (Manipueira) como substrato. *Holos*. 2012;v.1, p.14-27.