

DESENVOLVIMENTO DE FILTRO SOLAR SUSTENTÁVEL COM LIGNINA KRAFT CLARIFICADA E ÓXIDO DE ZINCO

I. J. Campos, R. B. Mariano, G. B. Gallo, I. G. Oliveira, B. Ramos

Centro Universitário FEI, Departamento de Engenharia Química, São Bernardo do Campo, Brasil (icampos@fei.edu.br)

Desenvolveu-se uma emulsão fotoprotetora sustentável com óxido de zinco e lignina Kraft clarificada por fracionamento e acetilação. Avaliaram-se estabilidade, atividade antioxidante e proteção UV. A lignina acetilada manteve 90% de inibição de DPPH após 24 h; sua adição elevou o FPS in vitro de 0,17 (ZnO) para 3,86 a 5%, chegando a 4,08 na formulação otimizada. A emulsão permaneceu estável entre 0,3 e 37 °C, evidenciando o potencial cosmético da lignina.

Palavras-chave: lignina Kraft; fotoproteção; atividade antioxidante; sustentabilidade

INTRODUÇÃO

A exposição excessiva à radiação ultravioleta (UV) está associada a eritema, fotoenvelhecimento, alterações no DNA e aumento do risco de câncer de pele. Por isso, formulações fotoprotetoras devem combinar absorção ou espalhamento eficiente nas faixas UVB e UVA com estabilidade físico-química, segurança cutânea e desempenho durante o armazenamento. Os filtros inorgânicos, especialmente o óxido de zinco (ZnO), apresentam amplo espectro de atuação e baixa permeação cutânea; contudo, sua tendência à aglomeração e sua atividade fotocatalítica tornam a dispersão e o controle de espécies oxidantes aspectos críticos da formulação (Manaia et al., 2013; Azim et al., 2024).

Além da eficácia, o impacto ambiental dos fotoprotetores passou a orientar o desenvolvimento de novos produtos. A substituição parcial de insumos sintéticos por matérias-primas renováveis pode reduzir a dependência de recursos fósseis e agregar valor a correntes residuais. Nesse cenário, a lignina é particularmente atraente: trata-se de um biopolímero aromático abundante, gerado em grande escala pela indústria de celulose, cuja estrutura contém grupos fenólicos e cromóforos capazes de sequestrar radicais livres e absorver radiação UV. Estudos anteriores demonstraram que ligninas modificadas podem atuar como aditivos de amplo espectro e aumentar o fator de proteção solar de bases cosméticas (Qian et al., 2015; Widsten, 2020; Wu et al., 2024).

A coloração escura e a heterogeneidade da lignina Kraft bruta, entretanto, limitam sua aplicação direta em cosméticos. O fracionamento com solvente remove estruturas condensadas de maior massa molar, enquanto a acetilação bloqueia parte das

hidroxilas, reduz a polaridade e favorece a compatibilidade com sistemas dispersos. A modificação também pode melhorar a aparência e preservar cromóforos úteis à fotoproteção (Zhang et al., 2017; Zhang et al., 2019). Outro recurso de interesse é a microencapsulação por coacervação complexa, capaz de isolar os ativos do meio, modular sua liberação e facilitar sua dispersão.

Este trabalho teve como objetivo desenvolver uma emulsão fluida, com potencial de aplicação em protetor solar aerossol, combinando ZnO e lignina Kraft clarificada. Foram investigados o processo de clarificação, a incorporação de 1 a 5% de lignina, a formação de micropartículas, a atividade antioxidante, a estabilidade em diferentes condições e a proteção UV determinada por espectrofotometria. A hipótese central foi que a lignina modificada atuaria simultaneamente como antioxidante, absorvedor UV e auxiliar de estabilização, ampliando o desempenho do ZnO em uma formulação de origem parcialmente renovável.

MATERIAL E MÉTODOS

Clarificação da lignina e preparação das formulações

A lignina Kraft, fornecida pela indústria de celulose, foi clarificada em duas etapas. No fracionamento, o sólido foi adicionado lentamente a metanol/água 80:20 (v/v), sob agitação. A fração insolúvel foi removida por filtração a vácuo e o solvente da fração solúvel foi evaporado a 65 °C; o resíduo foi seco a 100 °C. Em seguida, a lignina fracionada foi mantida em anidrido acético, ao abrigo da luz, a 50 °C por 48 h. O produto acetilado foi precipitado com éter dietílico, lavado, concentrado a 40 °C e seco a 100

°C, conforme adaptação de Zhang et al. (2019). Os rendimentos foram calculados por balanço de massa.

As emulsões óleo-em-água foram preparadas com água deionizada, óleo vegetal, ácido oleico e dodecil sulfato de sódio (SDS). A lignina clarificada e o ZnO foram inicialmente dispersos na fase aquosa aquecida a aproximadamente 50–60 °C. Após a adição gradual do SDS, do ácido oleico e do óleo, o sistema foi homogeneizado em dispersor rotor-estator Ultra-Turrax® T25 a 5.000 rpm, com elevação gradual até 7.000–10.000 rpm. Foram produzidas uma emulsão branca, uma emulsão contendo apenas ZnO e emulsões com 1, 3 e 5% de lignina. A otimização experimental reduziu a água para 60 g, fixou 4 g de SDS e 0,5 g de ZnO; em uma formulação otimizada com 5% de lignina, utilizaram-se 0,75 g de ZnO e 4,5 g de SDS.

Tabela 1. Composição das principais emulsões avaliadas.

Formulação	Lignina (g)	Água (g)	ZnO (g)	SDS (g)
ZnO	0,00	60	0,50	4,0
Lignina 1%	0,85	60	0,50	4,0
Lignina 3%	2,56	60	0,50	4,0
Lignina 5%	4,27	60	0,50	4,0
Lignina 5% otimizada	4,27	60	0,75	4,5

Microencapsulação e ensaios de estabilidade

A emulsão com 1% de lignina foi microencapsulada por coacervação complexa. Preparou-se gelatina a 2% (m/v), a 60 °C, e incorporaram-se 10 g da emulsão sob homogeneização a 14.000 rpm por 3 min. Adicionaram-se lentamente 80 mL de alginato de sódio a 1% (m/v), mantendo-se agitação por 10 min, seguidos de 600 mL de água. A mistura foi resfriada em banho de gelo até cerca de 10 °C e mantida sob refrigeração por 6 h. As partículas foram lavadas com água destilada e avaliadas por microscopia óptica (Alvim e Grosso, 2010).

A fotoestabilidade foi avaliada com gel de agar-agar a 2% contendo azul de metileno (5 mg/L). Filmes de 6–10 mg das formulações foram aplicados sobre cubos de gel de 1 cm² e irradiados por 18 h com lâmpada UVA de 365 nm, irradiância aproximada de 3,3 mW/cm² e distância de 3 cm. Após a remoção dos filmes, a extinção foi determinada a 667 nm. A estabilidade de pH foi acompanhada em quatro medições consecutivas, à temperatura ambiente. No ensaio térmico, as formulações e dois protetores comerciais foram mantidos a 0,3; 22; 37 e 45 °C por 3 e 12 h, observando-se homogeneidade, cor, sinérese, exsudação e textura.

Atividade antioxidante e proteção UV

A atividade antioxidante foi determinada pelo método DPPH•. Soluções de lignina Kraft, lignina acetilada, ZnO e misturas de ZnO com 1 ou 5% de lignina foram preparadas a 1 mg/mL em

metanol/água 90:10 (v/v), com sonicação para dispersão. Quatro mililitros de cada amostra foram misturados a 8 mL de DPPH 6×10⁻⁵ mol/L em metanol. A absorbância foi medida a 517 nm após 0 min, 30 min e 24 h, e a inibição foi calculada em relação ao branco (Mishra et al., 2012; Rumpf et al., 2023).

Para estimar o FPS in vitro, aproximadamente 40 mg de cada formulação foram diluídos em 25 mL de etanol 92,8%. As absorbâncias entre 290 e 320 nm, em intervalos de 5 nm, foram ponderadas pelos fatores de eficácia eritemal e irradiância solar, com fator de correção igual a 10 (Tiwari et al., 2022). A proteção UV global foi calculada a partir da transmitância entre 290 e 400 nm, ponderada pela eficiência eritemática e irradiância espectral solar segundo a ISO 24443:2012. Nesse índice, valores menores representam menor transmitância ponderada e, portanto, maior proteção.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Clarificação, formulação e microencapsulação

O fracionamento recuperou 55,2% da massa inicial de lignina. A perda de 44,8% foi associada à remoção das frações mais condensadas e menos compatíveis com o solvente polar. Na acetilação, 60,7 g de lignina fracionada originaram 54,3 g de produto, correspondendo a rendimento de 89,4%. A comparação visual confirmou que o fracionamento reduziu parcialmente a coloração, enquanto a acetilação produziu a alteração mais pronunciada, gerando um pó castanho mais claro e mais adequado à incorporação cosmética (Figura 1). Esse comportamento é coerente com a substituição de hidroxilas por grupos acetila e com a redução das interações intermoleculares responsáveis pela associação de cromóforos (Zhang et al., 2019).

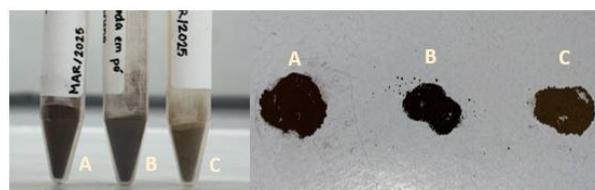


Figura 1. Lignina Kraft original (A), fracionada (B) e acetilada após o fracionamento (C).

A formulação inicial, com 159,5 mL de água e 13,6 g de óleo, apresentou baixa viscosidade e coalescência. A redução da água para 60 g aumentou a resistência ao escoamento e diminuiu as colisões entre gotículas. O teor de SDS também foi determinante: valores de 3,0; 4,5; 5,0 e 5,5 g produziram floculação ou exsudação, enquanto 4,0 g geraram emulsão homogênea, fluida e sem separação de fases visível. O cisalhamento do rotor-estator foi necessário para desagregar o ZnO e a lignina; agitadores magnéticos

e mecânico convencional não forneceram energia suficiente. Esses resultados evidenciam o acoplamento entre fração volumétrica, cobertura interfacial e energia de dispersão descrito para emulsões óleo-em-água (McClements, 2016).

A incorporação dos sólidos diretamente na fase oleosa formou aglomerados. A melhor sequência consistiu em dispersar lignina e ZnO na água aquecida antes da adição de surfactante e óleo. A lignina acetilada preserva regiões polares e apolares e pode se posicionar na interface, contribuindo para uma estabilização do tipo Pickering. As amostras com 0, 1, 3 e 5% de lignina permaneceram visualmente homogêneas após o preparo. A coacervação da emulsão a 1% originou partículas suspensas em água; na microscopia, observou-se uma região periférica translúcida em torno do núcleo escuro, compatível com o recobrimento por gelatina/alginato. A eficiência de encapsulação e o perfil de liberação, contudo, não foram quantificados e constituem uma limitação desta etapa.

Atividade antioxidante e estabilidade

A lignina acetilada apresentou a maior captura de DPPH•, com 92% de inibição nos tempos iniciais e 90% após 24 h, superando a lignina Kraft bruta, que variou de 79 para 76%. O ZnO isolado apresentou 48–50%, enquanto sua associação com lignina aumentou a resposta: a formulação com 1% evoluiu de 51% para 87% em 24 h e a formulação com 5% passou de 81 para 89%. A elevação dependente do teor de lignina e a manutenção da atividade ao longo de 24 h indicam que os grupos fenólicos permaneceram acessíveis após a acetilação e compensaram a limitada ação antioxidante do ZnO. A resposta tardia da mistura a 1% pode refletir dispersão gradual ou interação entre as superfícies minerais e os grupos fenólicos.

Tabela 2. Inibição do radical DPPH• nas amostras avaliadas.

Amostra	0 min	30 min	24 h
Lignina Kraft	79%	79%	76%
Lignina acetilada	92%	92%	90%
ZnO	48%	49%	50%
ZnO + lignina 1%	51%	53%	87%
ZnO + lignina 5%	81%	81%	89%

As quatro formulações apresentaram pH inicial entre 6,19 e 6,46. Na última medição, os valores foram 6,42 para ZnO, 6,23 para lignina 1%, 6,11 para lignina 3% e 6,05 para lignina 5%. Embora todos tenham permanecido na faixa adequada para formulações fotoprotetoras, observou-se acidificação proporcional ao teor de lignina, atribuída aos grupos fenólicos e carboxílicos residuais. Esse resultado recomenda monitoramento por períodos mais longos

e, se necessário, uso de sistema tampão na formulação final.

No ensaio térmico, não houve sinérese ou exsudação após 12 h a 0,3 °C. A 22 °C, ocorreu apenas leve aumento de viscosidade nas emulsões com lignina, sem separação de fases. A 37 °C, as bordas escureceram progressivamente, sobretudo nas amostras com lignina, mas a estrutura da emulsão foi preservada. A 45 °C, foram observados ressecamento, textura mais granulada e escurecimento; os protetores comerciais também apresentaram amarelamento ou migração de fase oleosa. Assim, a estabilidade física foi satisfatória entre 0,3 e 37 °C, enquanto o estresse a 45 °C revelou a necessidade de aperfeiçoar a proteção térmica e oxidativa. A microencapsulação é uma rota promissora para esse objetivo, mas sua contribuição deverá ser confirmada por ensaios comparativos.

No teste com agar-agar e azul de metileno, a irradiação por 18 h causou retração média próxima de 40%, indicando influência simultânea da radiação e do aquecimento sobre a matriz. O filtro comercial apresentou a maior retenção de cor. Entre as amostras experimentais, o ZnO e as emulsões contendo lignina reduziram a fotodegradação em relação aos controles; o efeito da lignina aumentou com sua concentração. Entretanto, a perda dimensional do gel e a variação na espessura dos filmes limitam a comparação quantitativa, de modo que os dados espectrofotométricos em solução foram utilizados como principal evidência de fotoproteção.

Desempenho fotoprotetor

A adição de lignina aumentou de forma monotônica o FPS in vitro. A emulsão contendo apenas ZnO apresentou FPS de 0,17, enquanto 1, 3 e 5% de lignina elevaram o valor para 0,80; 2,46 e 3,86, respectivamente. O ajuste da formulação com 5% de lignina, 0,75 g de ZnO e 4,5 g de SDS resultou em FPS de 4,08, incremento de 5,9% em relação à formulação anterior. A lignina Kraft bruta atingiu 2,24 nas mesmas condições analíticas; portanto, a lignina clarificada apresentou desempenho aproximadamente 82% superior, evidenciando que a modificação favoreceu tanto a dispersão quanto a absorção UV.

Tabela 3. Principais resultados de proteção UV das emulsões.

Formulação	FPS in vitro	Índice UV*	Redução vs. ZnO
ZnO	0,17	0,9608	—
Lignina 1%	0,80	0,8399	12,6%
Lignina 3%	2,46	0,5869	38,9%
Lignina 5%	3,86	0,4363	54,6%
Lignina 5% otimizada	4,08	n.d.	n.d.

*Transmitância espectral ponderada; quanto menor o índice, maior a proteção. n.d.: não determinado.

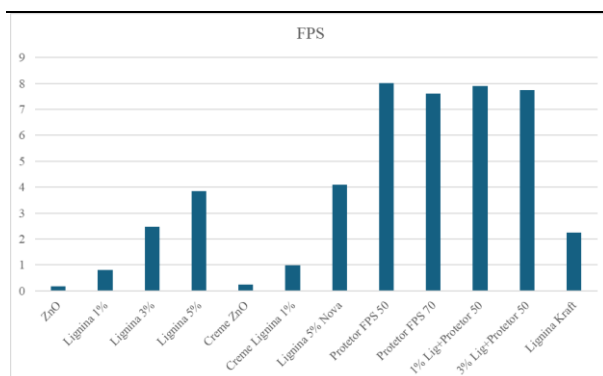


Figura 2. FPS in vitro das formulações experimentais e das referências comerciais.

A transmitância ponderada corroborou o resultado de FPS. Tomando o ZnO como referência (índice 0,9608), as formulações com 1, 3 e 5% de lignina reduziram o índice em 12,6; 38,9 e 54,6%, respectivamente. A maior contribuição ocorreu no intervalo UVA, no qual o ZnO isolado apresentou menor desempenho relativo. A associação reúne mecanismos complementares: espalhamento e absorção pelo mineral, absorção pelos cromóforos aromáticos e neutralização de radicais pela lignina. Resultados semelhantes foram relatados para lignina em bases naturais e sistemas híbridos com filtros minerais (Darmawan et al., 2022; Wu et al., 2024).

Os valores obtidos não devem ser interpretados como FPS regulatório ou alegação comercial, pois derivam de ensaio espectrofotométrico em solução e não de protocolo in vivo. A extrapolação por proporcionalidade a protetores comerciais, embora útil como comparação interna, depende da composição, dispersão e resposta não linear de cada produto. A formulação ainda requer determinação de UVA-PF, comprimento de onda crítico, resistência à água, distribuição de tamanho de partículas, reologia, estabilidade acelerada e avaliação toxicológica. Mesmo com essas ressalvas, a tendência concentração-resposta foi consistente em três métricas independentes — DPPH, FPS in vitro e transmitância ponderada —, sustentando o potencial funcional da lignina clarificada.

Fotoestabilidade e resposta espectral

O ensaio em gel de agar-agar contendo azul de metileno permitiu comparar a capacidade das formulações de retardar a fotodegradação do corante sob exposição prolongada à radiação UVA. A amostra sem cobertura perdeu aproximadamente 75% da coloração original, enquanto os filmes contendo ZnO, lignina ou filtro comercial reduziram essa perda. O protetor comercial apresentou retenção relativa de cor de 143,5%, seguido da emulsão com ZnO, com 138,6%, e das emulsões com 5 e 3% de lignina, com 120,5 e 116,5%, respectivamente. Como

os valores foram normalizados em relação ao controle irradiado e incluem absorbância e espalhamento, resultados superiores a 100% não significam recuperação do corante, mas maior extinção óptica residual do que a referência.

A Figura 3 mostra que o aumento da concentração de lignina modificou de maneira sistemática a resposta do sistema. A emulsão com 1% apresentou retenção de 85,4%, enquanto os teores de 3 e 5% ultrapassaram o desempenho da emulsão-base. Esse comportamento é compatível com a maior densidade de cromóforos aromáticos no filme, que absorvem radiação antes que ela alcance o azul de metileno. O ZnO, por sua vez, fornece espalhamento e absorção adicionais. A complementaridade entre os dois mecanismos explica por que a associação lignina-ZnO apresentou desempenho mais consistente do que a matriz sem ativos. Resultados semelhantes foram observados em sistemas contendo nanopartículas de lignina associadas a ZnO, nos quais a matriz orgânica ampliou a cobertura espectral e reduziu a formação de espécies reativas (Gutierrez-Hernandez et al., 2016).

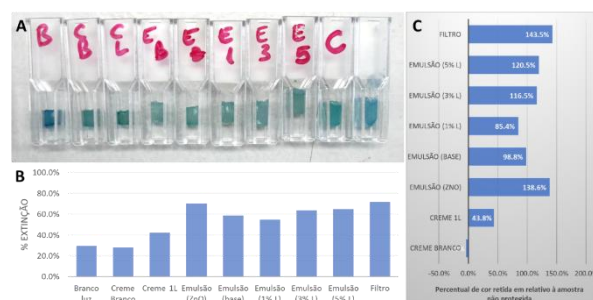


Figura 3. Avaliação da fotoestabilidade em gel de agar-agar: amostras após irradiação, extinção óptica e retenção relativa de cor.

A interpretação desse ensaio exige cautela. Houve retração média próxima de 40% nos cubos de gel após 18 h, provavelmente em consequência da desidratação e do aquecimento local. Além disso, pequenas variações na massa e na espessura dos filmes alteram o caminho óptico e o espalhamento. Por isso, o ensaio foi tratado como evidência comparativa de fotoestabilidade, e não como substituto de métodos normativos. Para validação futura, recomenda-se controlar a temperatura da câmara, aplicar os filmes por área e massa padronizadas, realizar réplicas independentes e acompanhar a dose radiante acumulada.

A tendência observada no gel concordou com os espectros em solução: maiores teores de lignina reduziram a transmitância ponderada e elevaram o FPS in vitro. Essa convergência entre métodos com princípios distintos fortalece a conclusão de que a lignina não atua apenas como antioxidante. Seus

grupos aromáticos e ligações conjugadas contribuem diretamente para a absorção de UVA e UVB. A acetilação também favoreceu a dispersão e diminuiu a agregação macroscópica, elevando o desempenho em comparação à lignina Kraft bruta. Qian et al. (2014) relacionaram a organização supramolecular da lignina acetilada à redução de cor e à manutenção da capacidade de absorção UV, combinação particularmente relevante para aplicações cosméticas.

Estabilidade de pH e comportamento térmico

O pH permaneceu entre 6,02 e 6,53 ao longo das quatro medições, faixa compatível com formulações fotoprotetoras e próxima ao pH fisiológico da pele. A emulsão contendo somente ZnO variou de 6,32 para 6,42, após uma elevação transitória na segunda medição. As formulações com 1 e 3% de lignina terminaram em 6,23 e 6,11, respectivamente. A amostra com 5% apresentou a maior tendência de acidificação, passando de 6,21 para 6,05. A relação entre concentração de lignina e queda de pH sugere contribuição dos grupos fenólicos e carboxílicos residuais, cuja ionização modifica o equilíbrio ácido-base da fase contínua.

Apesar da variação, não foram observadas mudanças abruptas que indicassem degradação química imediata. A formulação a 5% permaneceu próxima ao limite inferior definido para o estudo e apresentou a maior proteção UV, revelando um compromisso entre desempenho fotoprotetor e estabilidade química. Em uma etapa de desenvolvimento industrial, esse compromisso pode ser administrado com sistema tampão compatível, controle da qualidade da lignina e especificação do grau de acetilação. O monitoramento também deve ser prolongado por pelo menos 90 dias, incluindo ciclos de congelamento e descongelamento e análise de viscosidade, tamanho de partículas e potencial zeta.

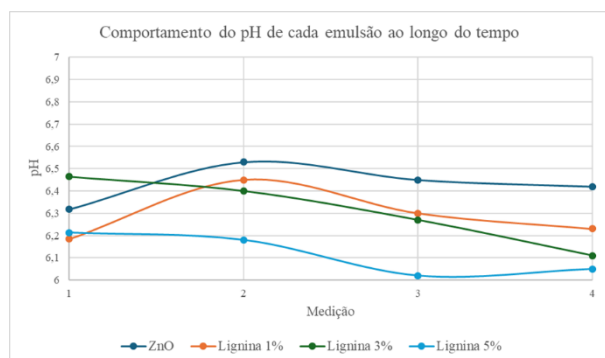


Figura 4. Comportamento do pH das emulsões durante as quatro medições.

A avaliação térmica complementou os dados de pH. A 0,3 °C, todas as amostras permaneceram homogêneas durante 12 h, sem cristalização visível, sinérese ou exsudação. A 22 °C, as formulações com

lignina apresentaram apenas leve espessamento, atribuído à reorganização das estruturas interfaciais e à hidratação de grupos polares. A 37 °C, surgiu escurecimento nas bordas, mais intenso nos maiores teores de lignina, porém sem ruptura da emulsão. Esse resultado indica estabilidade física da interface, embora estruturas cromóforas sejam sensíveis ao aquecimento.

O estresse a 45 °C foi mais discriminante. A amostra com ZnO apresentou ressecamento periférico, enquanto as formulações com lignina adquiriram textura menos macia e discretamente granulada. Os protetores comerciais também sofreram alterações: um deles apresentou amarelamento e migração de fase oleosa, e o outro exibiu bordas ressecadas. Portanto, o comportamento das emulsões experimentais não foi excepcionalmente desfavorável, mas confirma que armazenamento prolongado acima de 37 °C deve ser evitado. Em formulações vegetais fotoprotetoras, alterações de cor e textura sob estresse acelerado são indicadores importantes mesmo quando não ocorre separação de fases (Cefali et al., 2019).

Tabela 4. Síntese do comportamento térmico após 12 h.

Temperatura	Formulações experimentais	Interpretação
0,3 °C	Homogêneas; sem sinérese ou alteração de textura	Resistência ao resfriamento
22 °C	Leve aumento de viscosidade com lignina; sem separação	Estabilidade em armazenamento usual
37 °C	Escurecimento periférico; estrutura preservada	Estabilidade física com alteração cromática
45 °C	Ressecamento e granulação; sem ruptura total	Condição crítica para armazenamento

Aplicação em aerossol, segurança e perspectivas

A consistência fluida obtida após a otimização é compatível com o bombeamento e a atomização, mas a aplicação em embalagem aerossol ainda depende de avaliações específicas. O produto deve atravessar tubo pescante e válvula sem sedimentação ou obstrução, formar gotas com distribuição reprodutível e produzir filme uniforme sobre a pele. Assim, a próxima etapa deve incluir reologia em diferentes taxas de cisalhamento, velocidade de sedimentação, redispersibilidade, distribuição granulométrica do jato e ensaios de compatibilidade com válvulas e materiais de embalagem. A simples estabilidade no frasco não garante desempenho durante a pulverização.

A microencapsulação com gelatina e alginato produziu partículas identificáveis por microscopia, indicando formação de uma barreira em torno da emulsão. Essa estratégia pode reduzir o contato direto entre ZnO, lignina e oxigênio, além de proteger cromóforos contra calor e luz. Entretanto,

partículas muito grandes podem aumentar a sedimentação ou bloquear a válvula, enquanto partículas excessivamente pequenas podem elevar a fração respirável do aerossol. Por isso, devem ser determinados diâmetro médio, distribuição de tamanho, eficiência de encapsulação, resistência mecânica e cinética de liberação. Schatzer et al. (2024) mostraram que a encapsulação de filtros solares pode reduzir a toxicidade ambiental, mas o benefício depende da estabilidade da cápsula e do destino das partículas após o uso.

A segurança de um protetor solar aerossol exige atenção adicional à inalação. Mesmo quando ZnO e lignina são adequados para aplicação tópica, a geração de partículas finas modifica a via de exposição. A formulação deverá privilegiar gotas não respiráveis, limitar partículas livres e incluir instruções que evitem pulverização direta no rosto. Ensaio de citotoxicidade, irritação, sensibilização e avaliação ecotoxicológica são indispensáveis antes de qualquer alegação de produto seguro ou sustentável. A origem renovável da lignina é uma vantagem, mas sustentabilidade também envolve solventes do processo de clarificação, recuperação de metanol e anidrido acético, consumo energético e descarte ao final da vida útil.

Do ponto de vista tecnológico, os resultados indicam três rotas de continuidade. A primeira é aperfeiçoar a formulação a 5%, que apresentou o melhor compromisso entre atividade antioxidante e proteção UV. A segunda é reduzir a coloração por controle mais rigoroso do fracionamento e por produção de partículas de lignina com distribuição estreita, abordagem que pode melhorar transparência e estabilidade (Widsten e Tamminen, 2020). A terceira é avaliar combinações com menores teores de filtros convencionais, buscando efeito sinérgico sem extrapolar o desempenho *in vitro* para alegações comerciais. Essas etapas permitirão transformar a prova de conceito em plataforma formulativa tecnicamente comparável a produtos de mercado.

CONCLUSÃO

A clarificação por fracionamento e acetilação reduziu a coloração da lignina Kraft, com rendimentos de 55,2 e 89,4% nas etapas sucessivas, e tornou o material mais compatível com a emulsão. A formulação otimizada permaneceu homogênea, apresentou pH compatível com uso cosmético e manteve integridade física entre 0,3 e 37 °C. A lignina acetilada conservou 90% de inibição de DPPH após 24 h e, associada ao ZnO, promoveu aumento dependente da concentração na proteção UV. Com 5% de lignina, o FPS *in vitro* atingiu 3,86 e o índice de transmitância ponderada caiu 54,6% em relação ao ZnO isolado; o aumento de ZnO e SDS

elevou o FPS a 4,08. Conclui-se que a lignina Kraft clarificada é um coativo renovável promissor para sistemas fotoprotetores, combinando ação antioxidante, absorção UV e auxílio à estabilização. Antes de aplicação comercial, são necessários ensaios regulatórios, estabilidade prolongada e caracterização quantitativa da microencapsulação.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Suzano pela doação da lignina Kraft; ao Centro Universitário FEI e ao Centro de Laboratórios Químicos pela infraestrutura; e aos professores Ronaldo Gonçalves dos Santos, Rodrigo Cella e Andréia de Araujo Morandim-Giannetti pelo apoio técnico e científico.

REFERÊNCIAS

- ALVIM, I. D.; GROSSO, C. R. F. Microparticles obtained by complex coacervation: influence of the type of reticulation and the drying process on the release of the core material. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 30, n. 4, p. 1069-1076, 2010.
- AZIM, S. A. et al. Sunscreens part 1: mechanisms and efficacy. *Journal of the American Academy of Dermatology*, 2024. DOI: 10.1016/j.jaad.2024.02.065.
- CEFALI, L. C. et al. Flavonoid-enriched plant-extract-loaded emulsion: a novel phytocosmetic sunscreen formulation with antioxidant properties. *Antioxidants*, v. 8, n. 10, 443, 2019.
- DARMAWAN, M. et al. Natural sunscreen formulation with a high sun protection factor (SPF) from Tengawang butter and lignin. *Industrial Crops and Products*, v. 177, 114466, 2022.
- GUTIERREZ-HERNANDEZ, J. M. et al. Use of Agave tequilana-lignin and zinc oxide nanoparticles for skin photoprotection. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, v. 163, p. 156-161, 2016.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 24443:2012: Cosmetics — Determination of sunscreen UVA photoprotection *in vitro*. Geneva: ISO, 2012.
- MANAIA, E. B. et al. Inorganic UV filters. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 49, p. 201-209, 2013.
- MCCLEMENTS, D. J. Food emulsions: principles, practice, and techniques. 3. ed. Boca Raton: CRC Press, 2016.
- MISHRA, K.; OJHA, H.; CHAUDHURY, N. K. Estimation of antiradical properties of antioxidants using DPPH assay: a critical review and results. *Food Chemistry*, v. 130, n. 4, p. 1036-1043, 2012.
- QIAN, Y. et al. Reaction-free lignin whitening via a self-assembly of acetylated lignin. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 53, n. 24, p. 10024-10028, 2014.
- QIAN, Y.; QIU, X.; ZHU, S. Lignin: a nature-inspired sun blocker for broad-spectrum sunscreens. *Green Chemistry*, v. 17, p. 320-324, 2015.
- RUMPF, J.; BURGER, R.; SCHULZE, M. Statistical evaluation of DPPH, ABTS, FRAP, and Folin-Ciocalteu

assays to assess the antioxidant capacity of lignins. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 233, 123470, 2023.

SCHATZER, C. A. F. et al. Microencapsulation of sunscreen reduces toxicity of its components to *Artemia salina*: biochemical, behavioral and morphological studies. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, v. 281, 116586, 2024.

TIWARI, R. et al. Formulation and evaluation of herbal sunscreens: an assessment towards skin protection from ultraviolet radiation. *Pharmacophore*, v. 13, n. 3, p. 41-49, 2022.

WIDSTEN, P. Lignin-based sunscreens: state-of-the-art, prospects and challenges. *Cosmetics*, v. 7, n. 4, 85, 2020.

WIDSTEN, P.; TAMMINEN, T. Natural sunscreens based on nanoparticles of modified kraft lignin (CatLignin). *ACS Omega*, v. 5, p. 13438-13446, 2020.

WU, Y. et al. Sustainable design and synthesis of high-performance lignin-based sunscreen ingredients. *International Journal of Biological Macromolecules*, 135494, 2024.

ZHANG, H. et al. A practicable process for lignin color reduction: fractionation of lignin using methanol/water as a solvent. *Green Chemistry*, v. 19, p. 5152-5162, 2017.

ZHANG, H. et al. High-value utilization of kraft lignin: color reduction and evaluation as sunscreen ingredient. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 133, p. 86-92, 2019.