

# Desenvolvimento de uma máscara facial contendo argila branca e avaliação de sua estabilidade

*Development of a white clay facial mask and evaluation of its stability*

*Isabella Gomes de Sousa Dias*

Graduanda do curso de Farmácia (UNIPAM).

E-mail: gomesisa13@hotmail.com

*Larissa Costa Keles de Almeida*

Professora orientadora (UNIPAM).

E-mail: larissa@unipam.edu.br

---

**Resumo:** A pesquisa objetivou desenvolver e realizar o estudo de estabilidade preliminar e acelerada de uma máscara facial contendo argila branca. A formulação foi definida após revisão de literatura científica e foram produzidos lotes de bancada. Foi realizado o estudo de estabilidade preliminar por meio de testes em triplicatas nas amostras: estresse térmico, centrifugação e ciclos de 24 horas a  $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  e 24 horas a  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  durante 12 dias. O estudo de estabilidade acelerada foi realizado durante 90 dias de análises nos tempos de 24h, 30, 60 e 90 dias. Em ambos os estudos foram avaliadas as características organolépticas e realizados ensaios físico-químicos (pH, densidade, viscosidade e condutividade elétrica). Nos parâmetros físico-químicos analisados no estudo de estabilidade acelerada, houve variação de pH durante os 90 dias de análise, o que indica instabilidade. Sugere-se realizar a modificação da formulação, acrescentando um novo agente antioxidante e repetição dos testes de estabilidade.

**Palavras-chave:** Cosméticos faciais. Argilas cosméticas. Estudo de Estabilidade.

**Abstract:** The objective of the research was to develop and carry out a study about the preliminary and accelerated stability of a white clay facial mask. The formulation was defined after a scientific literature revision and bench batches were produced. The preliminary stability study was carried out through triplicate tests in the samples: thermal stress, centrifugation and 24 hour cycles at  $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  and 24 hours at  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  for 12 days. The accelerated stability study was performed in a 90-day-period of analysis within 24 hours, 30, 60 and 90 days. In both studies the organoleptic characteristics were evaluated and physical-chemical tests were performed (pH, density, viscosity and electrical conductivity). In the physicochemical parameters analyzed in the accelerated stability study, there was pH variation over the 90-day-analysis period, indicating instability. It is suggested that he modification the formulation should be carried out by adding a new antioxidant agent and repeating the stability tests.

**Keywords:** Facial cosmetics. Cosmetic clay. Stability Study.

---

## 1 INTRODUÇÃO

A pele é o órgão que envolve o corpo humano e, por consequência, é o órgão que define o aspecto ou a aparência de uma pessoa. Entre as múltiplas funções da pele

estão regulação térmica e proteção física. A pele exerce a função de barreira entre o meio externo e interno e percepção sensorial, que ocorre através de elementos do sistema nervoso central na derme os quais detectam com precisão a sensação de calor, frio, dor e tato. Além disso, a pele participa de algumas funções biológicas, como a síntese da vitamina D, a cicatrização, o crescimento piloso, a pigmentação, a resposta inflamatória e imune (LARENTES, 2009; OLIVEIRA, 2011).

Segundo Oliveira (2009), com o passar da idade, os efeitos da exposição à luz solar excessiva ou outros fatores ambientais fazem com que a pele sofra algumas alterações, o que a leva a perder sua capacidade de adaptação frente às constantes agressões ambientais, tornando-se envelhecida. Esse envelhecimento é um processo complexo e multifatorial do qual resultam alterações severas em termos estéticos e funcionais, acarretando distúrbios comuns, bem como rugas, flacidez, descamações, aspereza, falta de pigmentação e manchas (PHILLIPS; GILCHREST, 2002). Frente a isso, existem vários cosméticos com propriedades antioxidantes, voltados à linha estética *anti-aging*, visando o tratamento do envelhecimento cutâneo precoce (SANTOS e OLIVEIRA, 2013).

De acordo com Xie *et al* (2012), a população, cada vez mais, tem se preocupado com os cuidados estéticos para com a pele com intuito de minimizar ao máximo os sinais do envelhecimento. Esses consumidores estão cada vez mais rigorosos em relação à sua aparência e também estão dando maior atenção às substâncias que são utilizadas para se obter o benefício desejado, optando por utilizar produtos cosméticos contendo insumos ativos vegetais ou minerais (GUARATINI *et al.*, 2009; PINTO *et al.*, 2013).

As argilas apresentam finalidades terapêuticas e são utilizadas desde os primórdios da civilização para tratamento de feridas, inibição de hemorragias, picadas de animais e tratamentos estéticos. Podem ser utilizadas como produtos cosméticos destinados ao tratamento da pele e dos cabelos. As distintas cores das argilas apresentam particularidades no propósito terapêutico. Assim, a seleção da cor a ser utilizada depende da avaliação do terapeuta, bem como da necessidade de utilizarem-se sinergias para o objetivo do tratamento (MEDEIROS, 2013).

As máscaras faciais argilosas são as preparações cosméticas mais antigas usadas para tratamentos de beleza (SILVA *et al*, 2015; MATTIOLI *et al.*, 2016). Elas podem ser classificadas mediante suas características físicas e químicas. Em relação à forma de apresentação, podem ser em pó, de porcelana, argila, gel, emulsão, líquida e plástica. Quanto à forma de remoção, podem ser do tipo *peel-off* (remoção da película formada), *tissue-type* (remoção com esponja úmida ou papel toalha e depois lavagem com água) e tipo *wash-type* (retirada somente com água) (RIBEIRO, 2006; LEONARDI, 2008).

As argilas são formadas por metais que proporcionam benefícios esperados no meio estético. Esses benefícios se dão por meio da ação adstringente, bactericida, tensora, além de absorver impurezas que propiciam uma melhora da pele por remover o brilho, cobrir manchas, renovar células e hidratar, contribuindo também para a melhora de processos inflamatórios de furúnculos, acnes e úlceras (CHOY *et al.*, 2007).

A argila branca também é chamada de caulim. Ela contém um maior percentual de alumina, caulinita e sílica e possui um pH muito próximo da pele, promovendo ações de fixação da oleosidade sem desidratar a pele. Também catalisa reações

metabólicas do organismo, é clareadora, indicada para o tratamento de manchas em peles sensíveis e delicadas, desidratadas, envelhecidas e acnéicas. Porém, essa indicação é apenas para o rosto, pois em tratamentos corporais não apresenta bons resultados. Atua como anti-inflamatório no tratamento de peles acnéicas, devido à presença de manganês e magnésio. Dentre as argilas utilizadas em tratamentos estéticos, é a que menos resseca a pele. A presença do silício reduz as inflamações, tem ação purificante, adstringente e remineralizante, com efeito antisséptico e cicatrizante (DORNELLAS e MARTINS, 2009).

É de extrema importância o desenvolvimento de um cosmético para a melhoria do aspecto da pele e para a prevenção de danos que possam acelerar seus processos de envelhecimento. Nesse contexto, os objetivos principais das máscaras de argilas brancas são auxiliar na regeneração, remover oleosidade e sujidades e auxiliar na cicatrização de acnes, devido seu alto teor de silício e alumínio, que reequilibra o organismo e proporciona maciez à pele (SOUZA, 2004; RIBEIRO, 2006).

O objetivo geral do trabalho foi desenvolver e realizar o estudo de estabilidade de uma máscara facial contendo argila branca. Os objetivos específicos foram desenvolver uma formulação na forma de máscara facial contendo argila branca e realizar o estudo de Estabilidade Preliminar e Acelerada (características organolépticas, pH, condutividade elétrica, viscosidade e densidade).

## 2 METODOLOGIA

### 2.1 DELINEAMENTO E DESENVOLVIMENTO DA FORMULAÇÃO

O estudo foi realizado nos laboratórios de Controle de Qualidade e Tecnologia Farmacêutica, situados no segundo piso do Bloco D, do Centro Universitário de Patos de Minas – UNIPAM, na cidade de Patos de Minas – Minas Gerais. Foi desenvolvida uma formulação de máscara facial com argila branca, tomando-se os cuidados com as Boas Práticas de Fabricação. As amostras foram acondicionadas em potes de fundo falso na quantidade de 100,0 g cada e devidamente identificadas. Foram realizados os testes de estabilidade preliminar e acelerada em triplicatas.

A tabela 1 descreve a composição qualitativa da fórmula e as respectivas funções.

**Tabela 1** – Formulação da máscara facial contendo argila branca

<b>Matéria prima</b>	<b>Função</b>	<b>Concentração (%)</b>
<b>FASE A</b>		
EDTA dissódico	Sequestrante	0,1
BHT	Antioxidante	0,1
Água purificada qsp	Veículo	100
<b>FASE B</b>		
Glicerina	Umectante	2,0
Olivem 1000	Emulsionante	7,0
Sensolene	Emoliente	2,0
<b>FASE C</b>		
Argila branca	Ativo	20,0
Ácido hialurônico	Ativo	1,0
PCA-Na	Ativo	5,0
Vitamina E oleosa	Ativo	0,5
Vitamina A	Ativo	3,0
Phenonip	Conservante	0,5
Essência de pitanga	Essência	0,5

**Fonte:** Dados da pesquisa, 2018.

O modo de preparo da formulação (Tabela 1) seguiu as seguintes etapas: 1. Pesaram-se todos os constituintes da formulação; 2. Adicionaram-se primeiramente os constituintes da fase A em um béquer e levou-se para aquecer até atingir 80 °C. Como a fase B atinge a temperatura mais rapidamente que a fase A, colocou-se a mesma para aquecer na chapa um tempo depois que a fase aquosa; 3. Adicionaram-se os constituintes da fase B em outro béquer e levou-se para aquecer até atingir 80° C; 4. Verteu-se a fase A sobre a fase B e, quando ambas atingiram a mesma temperatura, homogeneizou-se lentamente; 5. Adicionou-se phenonip® e homogeneizou-se novamente; 6. Levou-se para o agitador mecânico para completa homogeneização até atingir a consistência desejada; 7. Incorporou-se a argila branca e os outros ativos da fase C, quando a formulação apresentou temperatura igual a 40 °C; 8. Adicionou-se a essência e homogeneizou-se; 9. Acertou-se o pH entre 5,0 e 6,0.

## 2.2 ESTUDO DE ESTABILIDADE

O teste de estabilidade foi realizado conforme as diretrizes da ANVISA, através do Guia para Realização de Estudos de Estabilidade da RE n° 1, de 29 de julho de 2005 (BRASIL, 2005), o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos (BRASIL, 2004) e Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos (BRASIL, 2008).

### 2.2.1 Caracterização da amostra de referência

Para a determinação das características organolépticas da amostra de referência, foram considerados os seguintes itens: aspecto, cor, odor, sensação de tato e processos de instabilidade, como cremação, turvação e separação de fases (BRASIL, 2004).

Segundo o Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos, as características para a amostra padrão serão avaliadas nos ensaios e devem ser determinadas pelo fabricante (BRASIL, 2008).

As características para a amostra de referência (padrão), bem como os defeitos aceitáveis e sérios para as amostras, foram previamente estabelecidos e descritos no Quadro 1.

**Quadro 1** – Características da amostra de referência

Características Organolépticas		Característica padrão	Modificação aceitável	Modificação séria
Aspecto	Homogeneidade	Homogêneo	Levemente modificado	Heterogêneo
	Brilho	Brilho	Levemente modificado	Opaco
Cor		Branco	Levemente modificada	Modificada
Odor		Característico de essência	Levemente modificado	Modificado
Sensação de tato		Liso	Levemente modificado	Áspero

Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

### 2.2.2 Estudo de Estabilidade Preliminar

- **Centrifugação:** o teste de centrifugação foi realizado em triplicata, e as amostras foram submetidas à centrifugação a 3000 rpm durante 30 minutos em centrífuga. Após a centrifugação, as amostras foram avaliadas visualmente, a fim de verificar se ocorreu ou não algum processo de instabilidade, como separação de fases (BRASIL, 2004).

- **Estresse térmico:** as amostras foram submetidas a ensaios de temperaturas elevadas e ciclos gelo-degelo. Para o ensaio de temperatura elevada, as amostras foram mantidas em banho-maria por 10 minutos, nas temperaturas de 40°C, 50°C, 60°C e 70°C, respectivamente. Após o arrefecimento das amostras à temperatura ambiente, estas foram analisadas visualmente para verificar se houve ou não algum processo de instabilidade como turvação ou separação de fases.

- Nos ciclos gelo-degelo, as amostras foram submetidas por 12 dias a: 24 horas a 40°C ± 2°C em estufa elétrica da marca Nova Ética, sem modelo definido, e 24 horas a 4°C ± 2°C em geladeira, sendo caracterizado um ciclo. Foram avaliados diariamente os seguintes parâmetros (Quadro 2): avaliação das características organolépticas, determinação dos valores de pH, da condutividade elétrica, da viscosidade e da densidade (BRASIL, 2004).

### 2.2.3 Análises físico-químicas

**Quadro 2** – Análises físico-químicas realizadas na formulação

<b>Reação</b>	<b>Considerações</b>
<b>Características Organolépticas</b>	Foram observados aspectos em relação à cor, a odor e à aspecto da formulação.
<b>Determinação do pH</b>	Para a determinação do pH, foi utilizado um pHmetro digital da marca Gehaka, PG1800, previamente calibrado com as soluções tampão 4,0 e 7,0 a temperatura ambiente. O eletrodo foi inserido diretamente nas amostras. A análise foi realizada em triplicata.
<b>Determinação da Condutividade Elétrica</b>	Foi utilizado um condutivímetro da marca Gehaka, modelo CG 2000, previamente calibrado com a solução 1413,0 $\mu$ S/cm a temperatura ambiente.
<b>Determinação da Viscosidade</b>	Foi utilizado viscosímetro rotacional de Brookfield, em que o aparelho gira um cilindro ou um disco (haste) em velocidade constante e uniforme, mergulhado nas amostras. Essa rotação determina uma força necessária para vencer a resistência que a viscosidade do material fluido, em estudo, oferece ao movimento rotacional.
<b>Determinação da Densidade</b>	Foi determinada utilizando-se um picnômetro de 25,0mL de vidro. A massa do picnômetro vazio foi determinada e em seguida a massa do mesmo com amostra e com água purificada. Todas as pesagens foram realizadas em triplicata. A densidade foi determinada pela razão da massa da amostra pela massa da água, conforme a fórmula a seguir: $D = \frac{P_{Amostra} - P_{Vazio}}{P_{Água} - P_{Vazio}}$ .

**Fonte:** Adaptado de Farmacopeia, 2010.

#### 2.2.4 Estudo de Estabilidade Acelerada

As amostras foram submetidas a aquecimento em estufa a 40°C, resfriamento em refrigerador abaixo de 25°C e exposição ao ambiente. As amostras foram analisadas em relação aos vários parâmetros, de acordo com a forma cosmética estudada. As análises foram feitas em triplicata para a amostra e o padrão nos tempos 24h, 30, 60 e 90 dias, avaliando os parâmetros: avaliação das características organolépticas, determinação dos valores de pH, da condutividade elétrica, da densidade e da viscosidade.

#### 2.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A avaliação estatística dos dados foi realizada por meio de análise de variância (ANOVA) utilizando o programa Microsoft Excel 2010.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Máscaras são formulações destinadas à aplicação facial; devem conter uma camada aproximadamente espessa, de forma que seus constituintes líquidos evaporem

e formem um filme fino e aderente sobre a pele. Essa película que se forma sobre a pele pode ser de cores, texturas e aspectos variados, dependendo do tipo de constituintes usados no preparo da formulação. Podem causar hiperemia após sua aplicação desencadeada pela oclusão, pois provoca um leve aquecimento local e estimulam a vasodilatação, promovendo a penetração mais eficiente do produto, e também protegem a pele da face do meio externo, formando uma espécie de barreira (RIBEIRO, 2006).

A máscara é do tipo *wash-type* (retirada somente com água) e sua aplicação deve ser feita utilizando a ponta dos dedos, pincéis ou espátulas. O tempo que a máscara deve permanecer sobre a face após sua aplicação varia de 3 a 5 minutos ou mais, posteriormente deve ser retirada com água e pode ser aplicada de 1 a 3 vezes por semana.

Para o desenvolvimento de uma formulação cosmética estável, segura e eficaz, devem-se escolher adequadamente excipientes que sejam compatíveis entre si e com as substâncias ativas selecionadas para atender a indicação de uso do produto (ANCONI, 2008). As matérias-primas utilizadas foram descritas anteriormente na Tabela 1 e os resultados da revisão de literatura científica realizada estão descritos a seguir.

A argila branca promove efeitos de suavizar rugas, linhas de expressão e manchas causadas pela exposição excessiva ao sol. É a mais indicada para esfoliação facial, por ter seus grânulos arredondados e não irregulares, como os grânulos das argilas coloridas (CLAUDINO, 2010; MEDEIROS, 2013).

Os óleos conferem propriedades clareadoras, hidratantes e emolientes, podem ser naturais (origem vegetal ou animal), modificados ou sintéticos. Nos óleos, devem ser acrescentados e solubilizados os constituintes lipossolúveis da formulação. Os emolientes favorecem a espalhabilidade das emulsões sobre a pele e proporcionam suavidade, maciez e proteção à pele por serem substâncias oleosas. Os óleos utilizados na formulação foram sensolene e olivem 1000 (GOMES e DAMAZIO, 2009; FERREIRA, 2010).

Os tensoativos ou emulsionantes são compostos anfifílicos que agem reduzindo a tensão interfacial entre a fase dispersa e a dispersante durante o processo de emulsificação e podem imediatamente prevenir a instabilidade e, conseqüentemente, a separação de fases (MORAIS, 2006; GOMES e DAMAZIO, 2009). Além de atuar diminuindo a tensão interfacial entre as partes, um tensoativo, para ser ideal, deve possuir outras características fundamentais, como ser específico (lipofílico ou hidrofílico), ser quimicamente estável, ser inodoro, incolor, não causar irritação à pele, e ser compatível com outros constituintes da formulação (GOMES e DAMAZIO, 2009).

Os umectantes impedem a formação de crostas superficiais, evitando a quebra da emulsão e equilibrando a troca de gás entre o produto e o ar, garantindo assim a umidade da massa, além de possibilitar a hidratação superficial da epiderme pelo alto poder higroscópico. Os mais utilizados são glicerina, propilenoglicol e sorbitol (GOMES e DAMAZIO, 2009; CORRÊA *et al.*, 2012).

Os antioxidantes previnem ou bloqueiam o processo de degradação por oxidação dos óleos e gorduras presentes na emulsão, evitando alterações nas características organolépticas. Devem ser solúveis na fase oleosa e, em alguns casos, na

fase aquosa. Os mais utilizados são butil hidroxianisol, butil hidroxitolueno (FERREIRA, 2010; CORRÊA *et al.*, 2012).

Os conservantes inibem o crescimento de fungos e bactérias no produto acabado e são fundamentais para a formulação. Devem ter boa solubilidade, baixa toxicidade e inocuidade, serem inodoros e incolores, compatíveis e efetivos. O utilizado na formulação foi phenonip (FERREIRA, 2010; CORRÊA *et al.*, 2012).

Os sequestrantes atuam complexando e inativando íons metálicos provenientes da água ou de matérias-primas da formulação. Eles são responsáveis pelo aumento da estabilidade da emulsão, uma vez que a presença de íons pode ocasionar vários problemas na emulsão. O mais utilizado em formulações é o EDTA dissódico (FERREIRA, 2010).

### 3.1 DESENVOLVIMENTO E ESTUDO DA ESTABILIDADE

A Tabela 2 apresenta os testes (lotes de bancada: FM1-FM2) da formulação da máscara facial. A formulação FM1 apresentou-se com viscosidade adequada, porém não apresentou o resultado esperado de ação hidratante e esfoliante. Na formulação FM2, optou-se por aumentar a concentração de argila branca para 20,0%, PCA-Na para 5,0%, vitamina E oleosa para 0,5% e acrescentar vitamina A a 3,0% para aumentar a ação hidratante. Houve um aumento de suavidade e maciez, ação esfoliante, atendendo aos critérios estabelecidos no trabalho. Portanto, a formulação foi escolhida como formulação final, apresentando aspecto homogêneo, cor e odor característicos e toque suave.

De acordo com Gomes e Damazio (2009), a vitamina A possui ação antioxidante e antiinfecção, já a vitamina E oleosa possui ação de retardar o envelhecimento, ativar a microcirculação e nutrir a pele. Todas as concentrações utilizadas no segundo teste (FM2) estão em valores viáveis para uso.

**Tabela 2** – Lotes de bancada máscara facial (FM)

<b>Matéria- prima</b>	<b>FM1(%)</b>	<b>FM2(%)</b>
Argila Branca	10,0	20,0
Ácido Hialurônico	1,0	1,0
PCA-Na	2,0	5,0
Vitamina E oleosa	0,2	0,5
Vitamina A	-	3,0
Glicerina	2,0	2,0
EDTA Dissódico	0,1	0,1
Olivem 1000	7,0	7,0
Sensolene	2,0	2,0
BHT	0,1	0,1
Phenonip	0,5	0,5
Essência	0,5	0,5
Água purificada qsp	100,0	100,0

**Fonte:** Dados da pesquisa, 2018.



A centrifugação é considerada pela Anvisa como teste de triagem e não deve necessariamente indicar a estabilidade física real das preparações cosméticas, porém é eficiente para pré-selecionar as formulações que devem ser submetidas aos testes de estabilidade. Em muitos campos de pesquisa e controle de produto, a centrifugação vem sendo regularmente empregada na padronização de análises para garantia de precisão de resultados. O teste de centrifugação produz estresse na amostra simulando um aumento na força de gravidade, aumentando a mobilidade das partículas e antecipando possíveis instabilidades, representando, portanto, uma ferramenta importante na avaliação dos produtos (BRASIL, 2004).

Após o teste, observou-se separação de fases devido ao aumento da força exercida pela centrífuga em conjunto com a densidade da argila na formulação. Apesar disso, optou-se por continuar os testes, para avaliar se a argila ficará homogeneamente distribuída no produto durante os testes de estabilidade preliminar e acelerada. Após os testes, observou-se a ausência de precipitação da argila nas amostras.

O teste de estresse térmico é determinado por valores crescentes de temperatura que devem ser compatíveis com a estabilidade das formulações. Ele é feito elevando-se de forma gradativa o valor inicial (40°C) e mantendo-se por um certo tempo até chegar ao valor máximo (70°C); elevando-se a temperatura em intervalos de 5 a 10°C e mantendo aproximadamente de 10 a 30 minutos para cada valor de temperatura (BABY, 2005).

Após o arrefecimento das amostras à temperatura ambiente, analisou-se que, durante o banho-maria, na temperatura de 40°C, não houve instabilidade. Porém, durante os testes em banho-maria submetidos nas temperaturas de 50, 60 e 70°C, as amostras apresentaram separação de fases. De acordo com Cavalcanti (2006), a vitamina A mostra instabilidade em temperaturas acima de 40°C, o que sugere que a instabilidade obtida nos resultados se deve a isto. Com base nesses resultados, sugere-se armazenar o produto em temperaturas abaixo de 40°C, por exemplo, temperatura ambiente.

Em relação às características organolépticas, as formulações apresentaram-se com coloração normal, odor característico, aspectos homogêneos e toque suave em todo o período de estudo correspondente à estabilidade preliminar. No estudo de estabilidade acelerada, apenas durante o teste de estufa, em que formulações foram submetidas a temperaturas entre 40°C – 42°C, foram observadas alterações na coloração das amostras no tempo de 90 dias, tendo sido apresentado aspecto amarelado, sugerindo instabilidade da vitamina A e oxidação de toda fase oleosa.

De acordo com Brasil (2004), as altas temperaturas aceleram as reações físico-químicas, causando alterações nas atividades de componentes, viscosidade, aspecto, cor e odor das formulações. O aspecto de um cosmético, em relação à homogeneidade e coloração do produto, é importante do ponto de vista comercial, uma vez que pode influenciar positivamente o consumo quando apresentam boa aparência (SILVA *et al.*, 2015).

### 3.1.1 Determinação do pH

A determinação e o controle do pH de uma preparação para aplicação cutânea, sob o ponto de vista cosmético e/ou dermatológico, é de extrema importância, pois é necessário determinar um pH para cada produto que seja compatível com a região do corpo onde se aplica (OLIVEIRA, 2009).

Segundo Leonardi (2004), o valor do pH de um produto deve ser mantido durante seu prazo de validade, pois, caso ocorra alguma alteração, este pode ser considerado uma instabilidade da formulação. A variação de pH de uma formulação pode modificar as características físico-químicas do produto veiculado, influenciando características como sua estabilidade, biodisponibilidade e biocompatibilidade, comprometendo a segurança e a eficácia terapêutica da formulação (PASTAFIGLIA, 2011). Sendo assim, todas as formulações tiveram o pH ajustado ao final de seu desenvolvimento, o que mostra que o produto deve ser adequado visando garantir a sua estabilidade.

O chamado pH fisiológico ou natural da pele origina-se das secreções das glândulas apócrinas e endócrinas, que são responsáveis pela formação de uma película protetora sobre toda a superfície cutânea, denominada de filme hidrolipídico. Este se comporta como barreira frente a microorganismos como bactérias e fungos. A pele tem normalmente um pH médio entre 4,5 e 6,0, embora este valor possa variar nas distintas zonas do corpo (OLIVEIRA, 2009). O pH final da formulação (5,5 – 6,0) foi definido através de pesquisas de estabilidade dos componentes e pH da pele.

Na determinação do pH, os resultados mostraram que não houve diferenças estatisticamente significativas entre os valores encontrados no Estudo de Estabilidade Preliminar, uma vez que para a formulação o valor de F (1,000753) é menor que o valor de F crítico (3,284918), indicando que a formulação se mostrou estável em relação a esse parâmetro durante todo o estudo.

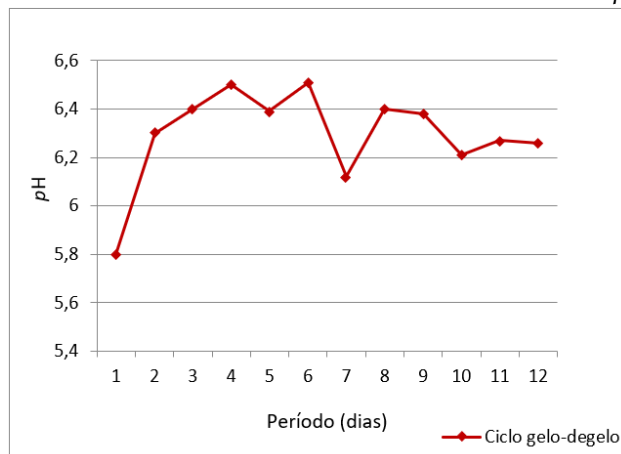
No Estudo de Estabilidade Acelerada, observou-se uma diminuição do pH das amostras (ambiente, estufa e geladeira) avaliadas no tempo de 90 dias, sendo indicativo de instabilidade. Além disso, observou-se a não eficácia ou alterações das substâncias ativas usadas, como, por exemplo, o ácido hialurônico, que é instável a pH abaixo de 5,5.

Observando os resultados do Gráfico 2, nota-se que houve um aumento do pH nos primeiros 30 dias e, logo após, iniciou-se uma diminuição deste valor, o que condiz com os valores do estudo de estabilidade preliminar Gráfico 1 (avaliação durante 12 dias). Portanto os dois estudos estão coerentes, apesar da alteração dos valores de pH não ser satisfatória.

A diminuição do pH pode representar uma oxidação da fase oleosa com formação de hidroperóxidos ou mesmo a hidrólise de triglicerídeos, levando à formação de ácidos graxos (FRANGE e GARCIA, 2009). Sugere-se acrescentar mais um agente antioxidante solúvel em fase aquosa, como metabissulfito de sódio ou ascorbosilane C, e outro solúvel em fase oleosa, como o BHA, auxiliando o BHT já utilizado na formulação, com o objetivo de aumentar o poder oxidante e proteger a formulação de possíveis reações de oxidação.

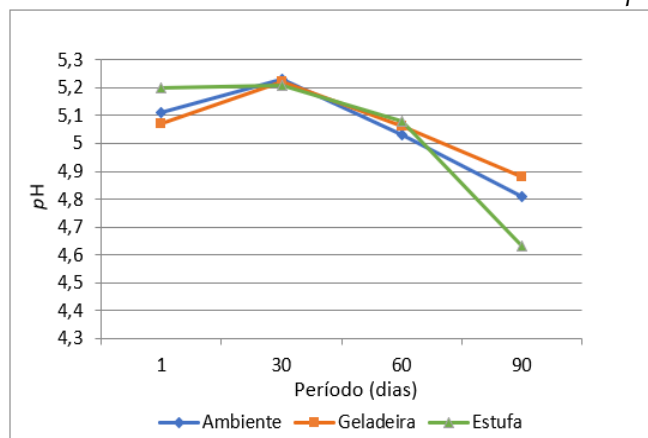
Apesar dos valores de  $pH$  da formulação sofrerem queda nos estudos de estabilidade para os três ambientes, vale ressaltar que os valores de  $pH$  das formulações mantiveram-se dentro da faixa indicada para o  $pH$  cutâneo levemente ácido, entre 4,5 e 6,0. Além disso, não apresentaram diferenças estatisticamente significativas, pois o valor de  $F$  (0,194108) foi menor que o valor de  $F$  crítico (2,305313).

**Gráfico 1** – Estudo de Estabilidade Preliminar:  $pH$



Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

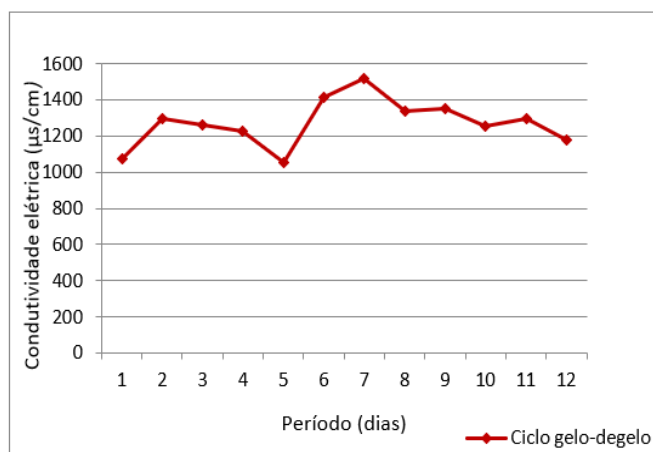
**Gráfico 2** – Estudo de Estabilidade Acelerada:  $pH$



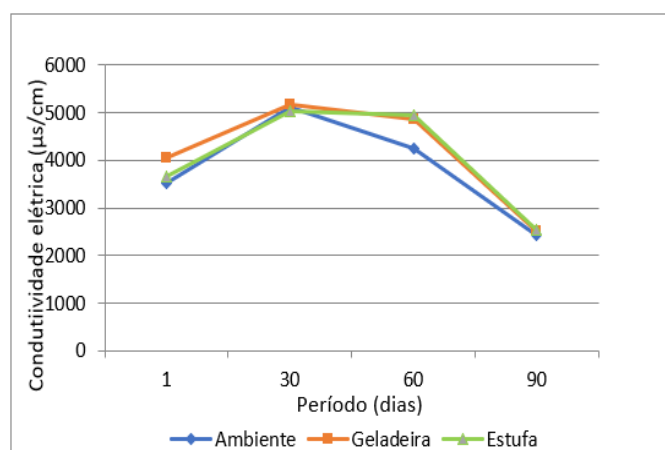
Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

### 3.1.2 Determinação da condutividade elétrica

Na determinação da condutividade elétrica, no Estudo de Estabilidade Preliminar representado no Gráfico 3, não houve diferença estatisticamente significativa, sendo o valor de  $F$  (0,024147) menor que o valor de  $F$  crítico (3,284918), indicando que a formulação se mostrou estável. No Estudo de Estabilidade Acelerada (Gráfico 4), foram comparados todos os valores, seguindo o mesmo raciocínio do teste anterior, e também não houve diferenças estatisticamente significativas, pois o valor de  $F$  (0,395192) foi menor que o valor de  $F$  crítico (2,305313).

**Gráfico 3** – Estudo de Estabilidade Preliminar: condutividade elétrica

Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

**Gráfico 4** – Estudo de Estabilidade Acelerada: condutividade elétrica

Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

Diferentes íons variam na habilidade de conduzir corrente elétrica, mas, em geral, a maior concentração de íons na água natural corresponde à maior condutividade. Pode-se utilizar o parâmetro da condutividade elétrica para obter uma noção da quantidade de sais na água, uma vez que está diretamente ligada à quantidade de sólidos dissolvidos totais (MACHADO, 2006).

Alteração na condutividade elétrica de sistemas dispersos pode ser indicativa de instabilidades. O aumento da condutividade pode estar relacionado com a coalescência e a diminuição, com a agregação (BRASIL, 2004).

### 3.1.3 Determinação da viscosidade

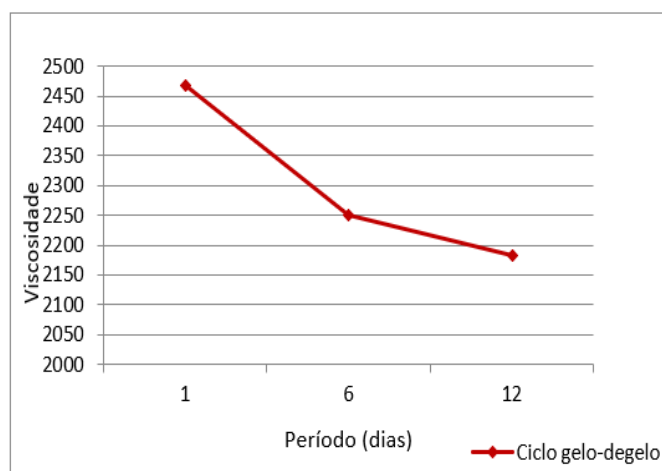
A análise estatística no Estudo de Estabilidade Preliminar (Gráfico 5) mostrou também que não houve diferença significativa, vez que o valor de F (0,4567) foi menor que o valor de F crítico (5,143253), indicando que a formulação se mostrou estável em relação a esse parâmetro durante todo o estudo. No Estudo de Estabilidade Acelerada (Gráfico 6), foram comparados todos os valores e o resultado obtido não apresentou

diferenças estatisticamente significativas, pois o valor de F (0,153477) foi menor que o valor de F crítico (2,305313).

O teste de viscosidade caracteriza reologicamente um sistema. Através deste método é possível determinar se um produto oferece a consistência ou fluidez adequada, fornecendo indicação sobre o comportamento do produto ao longo do tempo em relação a sua estabilidade (MARIOTTI e FRASSON, 2011).

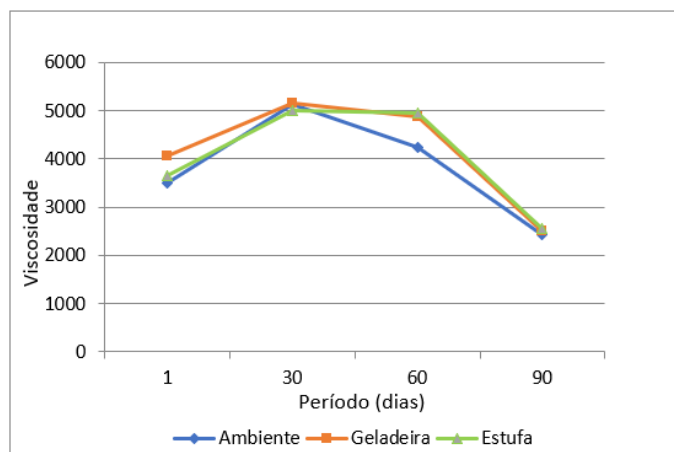
Apesar de a análise estatística não indicar diferenças estatisticamente significativas, sugere-se que a queda da viscosidade possa estar relacionada com alterações químicas presentes na formulação, como a oxidação de ácidos graxos e consequente queda do pH. Essa diminuição, portanto, não foi satisfatória.

**Gráfico 5** — Estudo de Estabilidade Preliminar: viscosidade



Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

**Gráfico 6** — Estudo de Estabilidade Acelerada: viscosidade



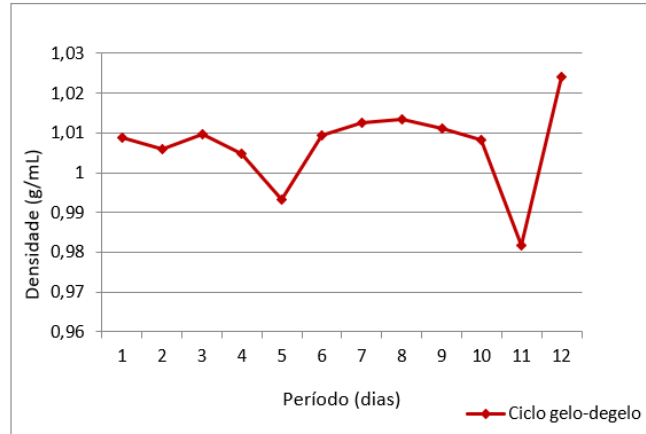
Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

#### 3.1.4 Determinação da densidade

No Estudo de Estabilidade Preliminar (Gráfico 7), também não houve diferença estatisticamente significativa, pois o valor de F (1,580582) foi menor que o valor de F

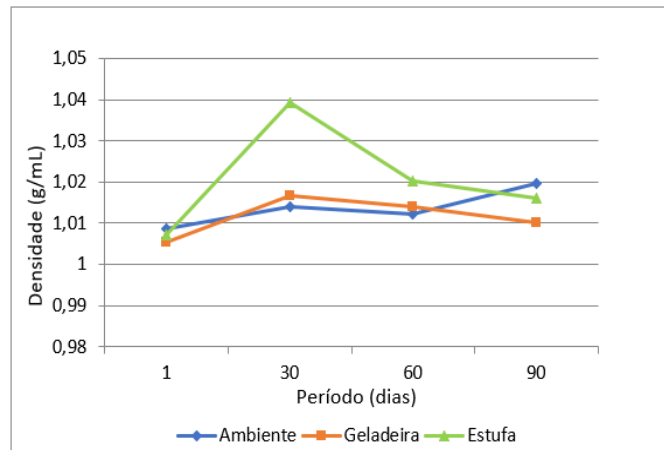
crítico (3,284918), indicando que a formulação se mostrou estável. No Estudo de Estabilidade Acelerada (Gráfico 8), foram comparados todos os valores, resultando em uma diferença estatisticamente não significativa, pois o valor de F (0,808116) foi menor que o valor de F crítico (2,305313) nas formulações.

**Gráfico 7** — Estudo de Estabilidade Preliminar: densidade



Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

**Gráfico 8** — Estudo de Estabilidade Acelerada: densidade



Fonte: Dados da pesquisa, 2018.

A densidade é uma propriedade física importante e pode ser utilizada para distinguir um material puro de um impuro, pois a densidade dos materiais é uma função da sua composição. Ela também pode ser utilizada na identificação e no controle de qualidade de um determinado produto industrial, bem como ser relacionada com a concentração de soluções (CÉSAR; DE PAOLI; ANDRADE, 2004).

O aumento da densidade pode estar relacionado com a formação de novos compostos devido às instabilidades presentes na formulação. Pode-se sugerir que o aumento da densidade está relacionado com o abaixamento do pH e da viscosidade, conforme justificado anteriormente, devido ao surgimento de novos compostos após o processo de oxidação da fase oleosa da formulação.

#### 4 CONCLUSÃO

Durante toda análise do estudo de estabilidade preliminar, a formulação final (FM2) manteve estável. Nos parâmetros físico-químicos analisados no estudo de estabilidade acelerada, houve variação de *pH* durante os 90 dias de análise, o que indica instabilidade, podendo tornar o produto inadequado para uso após determinado tempo.

Houve diminuição da viscosidade e aumento da densidade, que podem ser relacionados com a diminuição do *pH* das formulações, devido ao processo de oxidação da fase oleosa da formulação. Em relação à avaliação das características organolépticas, observou-se alteração na coloração bem visível (escurecimento) nas amostras armazenadas em estufa e não se observou o mesmo nas outras amostras (geladeira e temperatura ambiente). Esse fato pode ser justificado pela oxidação da fase oleosa da formulação mais pronunciada nas amostras em estufa por causa da alta temperatura, evidenciado pela maior diminuição do *pH* nessa fase em relação à geladeira e temperatura ambiente.

Apesar disso, as análises estatísticas para o ensaio de determinação de *pH* e todas as outras análises físico-químicas demonstraram que não houve diferenças estatisticamente significativas ao longo dos períodos de análises.

Sugere-se uma continuação do trabalho com modificação da formulação, na qual poderá ser acrescentado um agente antioxidante como o ascorbosilane C (precursor de colágeno) para inibir oxidações e a reavaliação da mesma nos estudos de estabilidade preliminar e acelerada. Sugere-se, ainda, a realização do Estudo de estabilidade de longa duração para se estimar o prazo de validade do produto. Além disso, pesquisas e avaliações de embalagem final podem ser realizadas, como, por exemplo, embalagens *airless*, as quais são invioláveis e apresentam alta resistência de funcionamento, impedindo que o produto tenha contato com ar.

#### REFERÊNCIAS

- ANCONI, G. L. **Aplicação de peptídeos em cosméticos: desenvolvimento de formulações, eficácia e segurança.** 2008. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/60/60137/tde-31032009-144332/publico/Simplificada.pdf> Aplicação de peptídeos em cosméticos: Desenvolvimento de formulações, eficácia e segurança. Acesso em: 23 ago. 2018.
- BABY, A. R. **Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de formulações cosméticas anticelulíticas contendo o extrato comercial de *Trichilia catigua* Adr. Juss (e) *Ptychopetalum olacoides* Bentham, padronizado em flavonóides totais.** 2005. 183 f. Dissertação (Mestrado em Área de Produção e Controle Farmacêuticos) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/9/9139/tde-04102007-192348/pt-br.php>. Acesso em: 05 ago. 2018.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Brasília: ANVISA. p. 52, 2004. Disponível em: [http://portal.anvisa.gov.br/resultado-de-busca?p\\_p\\_id=101&p\\_p\\_lifecycle=0&p\\_p\\_state=maximized&p\\_p\\_mode=view&p\\_p\\_col\\_id=column-1&p\\_p\\_col\\_count=1&\\_101\\_struts\\_action=%2Fasset\\_publisher%2Fview\\_content&\\_101\\_assetEntryId=108217&\\_101\\_type=document](http://portal.anvisa.gov.br/resultado-de-busca?p_p_id=101&p_p_lifecycle=0&p_p_state=maximized&p_p_mode=view&p_p_col_id=column-1&p_p_col_count=1&_101_struts_action=%2Fasset_publisher%2Fview_content&_101_assetEntryId=108217&_101_type=document). Acesso em: 18 jan. 2018.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução nº 1, de 29 de julho de 2005**. Guia para Realização de Estudos de Estabilidade. ANVISA, 2005. Disponível em: [http://www.tifnet.com.br/informacoes\\_sobre\\_vigilancia\\_e\\_legislacao\\_sanitaria/Registro\\_de\\_produtos/RE%2001%20de%202005%20estabilidade.doc](http://www.tifnet.com.br/informacoes_sobre_vigilancia_e_legislacao_sanitaria/Registro_de_produtos/RE%2001%20de%202005%20estabilidade.doc). Acesso em: 16 jan. 2018.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos**. 2. ed. Brasília: ANVISA, 2008. Disponível em: [http://www.anvisa.gov.br/cosmeticos/material/guia\\_cosmetico.pdf](http://www.anvisa.gov.br/cosmeticos/material/guia_cosmetico.pdf). Acesso em: 16 jan. 2018.

CAVALCANTI, L. C. **Incompatibilidades farmacotécnicas na farmácia magistral: causa, recomendação e uso terapêutico**. São Paulo: Pharmabooks, 2006.

CÉSAR, J.; DE PAOLI, M. A.; ANDRADE, J. C. Determinação de densidade de sólidos e líquidos. Chemkeys - Liberdade para aprender, Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, 2004. p. 2. Disponível em: <http://objetoseducacionais2.mec.gov.br/bitstream/handle/mec/11544/open/file/articleI.pdf?sequence=3>. Acesso em: 05 ago. 2018.

CHOY, J. H. *et al.* Clay minerals and layered double hydroxides for novel biological applications. **Applied Clay Science**, Amsterdam, v. 36, p. 122-132, 2007.

CLAUDINO, H. **Argila medicinal: propriedades benéficas e uso na saúde e estética**. Bom Retiro: Ed. Elevação, 2010.

CORRÊA, M. A. *et al.* Emulsões. In: CORRÊA, M. A. *et al.* **Cosmetologia: ciência e técnica**. São Paulo: Medfarma, cap. 7, p. 337-408, 2012.

DORNELLAS, E.; MARTINS, S. **O poder das argilas: geoterapia**. 2009. Disponível em: <http://www.casaclean.com.br/downloads/OpoderdasArgilas.pdf>. Acesso em: 7 jan. 2018.

FERREIRA. Anderson de Oliveira. **Guia prático da farmácia magistral**. 4. ed. São Paulo: Pharmabooks, v. 1, 2010.



FRANGE, R. C. C.; GARCIA, M. T. J. Desenvolvimento de emulsões óleo de oliva/água: avaliação da estabilidade física. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 30, n. 3, p. 263-271, 2009. Disponível em:

[http://servbib.fcfa.unesp.br/seer/index.php/Cien\\_Farm/article/viewArticle/1278](http://servbib.fcfa.unesp.br/seer/index.php/Cien_Farm/article/viewArticle/1278). Acesso em: 07 set. 2018.

GOMES, R. K.; DAMAZIO, M. G. Formulação cosmética. In: GOMES, R. K.; DAMAZIO, M. G. **Cosmetologia**: descomplicando os princípios ativos. 3. ed. São Paulo: Livraria Medica Paulista, cap. 16, p. 135-142, 2009.

GUARATINI, T. *et al.* Fotoprotetores derivados de produtos naturais: perspectivas de mercado e interações entre o setor produtivo e centros de pesquisa. **Química Nova**, São Paulo, v. 32, n. 3, p. 717-21, 2009. Disponível em:

[http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0100-40422009000300015](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-40422009000300015). Acesso em: 14 jan. 2018.

LARENTES, I. A. **Avaliação preliminar da estabilidade de cremes fotoprotetores de farmácias magistrais**. 2009. 36 f. Monografia (Graduação licenciatura em Química) – Faculdade Integrada da Grande Fortaleza, Maringá, 2009. Disponível em:

[http://www.nead.fgf.edu.br/novo/material/monografias\\_quimica/ITAMAR\\_DE\\_ABREU\\_LARENTES.pdf](http://www.nead.fgf.edu.br/novo/material/monografias_quimica/ITAMAR_DE_ABREU_LARENTES.pdf). Acesso em: 10 jan. 2018.

LEONARDI, G. R. Eleito do ultrassom na permeação cutânea do tiratricol: análise histológica. **Revista Brasileira de Fisioterapia**, São Paulo, v. 8, n. 1, p. 53-60, 2004.

LEONARDI, G. R. **Cosmetologia aplicada**. 2. ed. São Paulo: Livraria e Editora Santa Isabel, 2008.

MACHADO, B. C. **Avaliação da qualidade dos efluentes das lagoas de estabilização**. 2006. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/77081>. Acesso em: 07 set. 2018.

MARIOTTI, D.; FRASSON, A. P. Z. Avaliação da estabilidade e atividade antioxidante de formulações cosméticas contendo extrato etanólico dos frutos de *Fragaria vesca* L. (morango). **Infarma**, Brasília, v. 23, n. 3/4, 2011. Disponível em:

<http://revistas.cff.org.br/?journal=infarma&page=article&op=view&path%5B%5D=45&path%5B%5D=38>. Acesso em: 05 ago. 2018.

MATTIOLI, M. *et al.* Mineralogical characterization of commercial clays used in cosmetics and possible risk for health. **Applied Clay Science**, Amsterdam, v. 119, p. 449-454. 2016.

MEDEIROS, G. M. S. **O poder da argila medicinal**: princípios teóricos, procedimentos terapêuticos e relatos de experiências clínicas. Blumenau: Nova Letra, 2013.

MORAIS, G. G. **Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de emulsões O/A com cristais líquidos acrescidas de xantina para tratamento da hidrolipodistrofia ginóide (celulite)**. 2006. 181f. Dissertação (Mestrado em Medicamentos e Cosméticos) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Ribeirão Preto, 2006. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/60/60137/tde-17012007-150546/en.php>. Acesso em: 06 ago. 2018.

OLIVEIRA, A. Z. M. **Desenvolvimento de formulações cosméticas com ácido hialurônico**. 2009. 100 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Farmacêutica) – Universidade Porto, Porto, 2009. Disponível em: <https://repositorio-aberto.up.pt/bitstream/10216/44681/2/DISSERTA%C3%83O.pdf>. Acesso em: 12 jan. 2018.

OLIVEIRA, L. F. O. **Análise morfológica e imunológica da pele, de acordo com as características epidemiológicas de idosos autopsiados**. 2011. 63 f. Dissertação (Mestrado em Patologia Geral) – Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, 2011. Disponível em: [http://www.uftm.edu.br/pgcs/imagem/Tese\\_LiviaFOliveiraME.pdf](http://www.uftm.edu.br/pgcs/imagem/Tese_LiviaFOliveiraME.pdf). Acesso em: 12 jan. 2018.

PASTAFIGLIA, N. B. **Desenvolvimento de um sabonete líquido íntimo**. 2011. 18 f. Monografia (Graduação bacharelado em Farmácia) – Universidade do Extremo Sul Catarinense, 2011. Disponível em: <http://repositorio.unesc.net/bitstream/1/621/1/Nicolas%20Bruno%20Pastafiglia.pdf>. Acesso em: 05 ago. 2018.

PHILLIPS, T. J.; GILCHREST, B. A. **Alterações e distúrbios cutâneos: manual de geriatria**. 10. ed. São Paulo: Roca, 2002.

PINTO, M. R. **Utilização de materiais de origem vegetal em produtos farmacêuticos e cosméticos de aplicação cutânea**. 2013. 46 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências Farmacêuticas, Universidade Lusófona de Humanidades e Tecnologias, Lisboa, 2013. Disponível em: [http://recil.ulusofona.pt/bitstream/handle/10437/3291/Mariana\\_Rocha\\_Pinto.pdf?sequence=1](http://recil.ulusofona.pt/bitstream/handle/10437/3291/Mariana_Rocha_Pinto.pdf?sequence=1). Acesso em: 16 jan. 2018.

RIBEIRO, C. J. **Cosmetologia aplicada à dermoestética**. 2 ed. São Paulo: Pharmabooks, 2006.

SANTOS, M. P.; OLIVEIRA, N. R. F. Ação das vitaminas antioxidantes na prevenção do envelhecimento cutâneo. **Disciplinarum Scientia**. Série: Ciências da Saúde, Santa Maria, v. 15, n. 1, p. 75-89, 2013. Disponível em: <http://sites.unifra.br/Portals/36/CSAUDE/2014/09%20A%E2%82%AC%C3%87O%20DA%20VITAMINAS%20ANTIOXIDANTES.pdf>. Acesso em: 12 jan. 2018.

SILVA, L. C. *et al.* Delineamento de formulações cosméticas com óleo essencial de *Lippia gracilis* Schum (Alecrim-de-Tabuleiro) de origem amazônica. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, Araraquara, v. 36, n. 2, p. 319-326, 2015. Disponível em: <http://seer.fcfar.unesp.br/rcfba/index.php/rcfba/article/view/248>. Acesso em: 07 set. 2018.

SOUZA, V. **Ativos dermatológicos**: guia de ativos dermatológicos utilizados na farmácia de manipulação para médicos e farmacêuticos. 2. ed. São Paulo: Tecnopress, 2004.

XIE, J. *et al.* A Study of Hand Back Skin Texture Patterns for Personal Identification and Gender Classification. **Sensors**, Hong Kong, v. 12, n. 7, p.869-709, 26 jun. 2012.