

# UNIVATES

CENTRO UNIVERSITÁRIO UNIVATES

CURSO DE FARMÁCIA

## **AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE PROTETORES SOLARES MANIPULADOS**

Intiane Matias

Lajeado, junho de 2016

Intiane Matias

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE PROTETORES SOLARES  
MANIPULADOS**

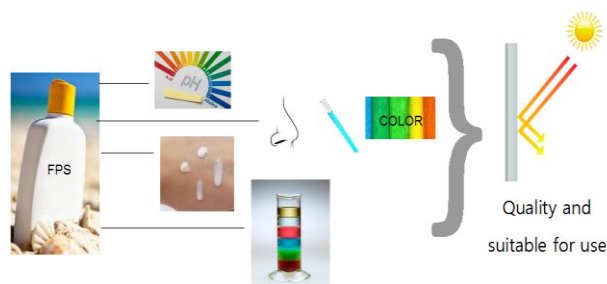
Artigo apresentado na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II, do curso de Farmácia do Centro Universitário Univates, como requisito para obtenção do título de bacharela em Farmácia.

Orientadora: Ms. Marinês Pérsigo Morais Rigo

Lajeado, junho de 2016

## **APRESENTAÇÃO**

Este artigo, intitulado “Avaliação da estabilidade físico-química de protetores solares manipulados”, é o resultado da pesquisa realizada para o Trabalho de Conclusão II, do Curso de Farmácia, o qual segue as normas de publicação da revista Química Nova, que está em documento anexo.



**This article has evaluated the physicochemical stability of manipulated sunscreens, through organoleptic, pH, density, viscosity and spreading properties tests, according to the description in Brazilian Health Surveillance Agency.**

## **AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE PROTETORES SOLARES MANIPULADOS**

**Intiane O. S. Matias<sup>a,\*</sup>, Paula Bianchetti<sup>a</sup> e Marinês P. M. Rigo<sup>a</sup>**

<sup>a</sup> Departamento de Ciências Biológicas e da Saúde, Centro Universitário UNIVATES, 95900-000 Lajeado – RS, Brasil.

Manuscrito com material suplementar

Manuscrito sem material suplementar

\*e-mail: [intiane@bol.com.br](mailto:intiane@bol.com.br)

## STABILITY PHYSICOCHEMICAL EVALUATION OF MANIPULATED SUNSCREENS

Damages due by ultraviolet radiation are cumulative and can be irreversible, which do the population raise the use of sunscreens. These formulations are developed by industry and masterful sector. There is a specific legislation for manipulated products which does not require stability tests, even though they are very important. Regarding the quality control of the finished product is required carrying out a few tests. The aim of this article was to evaluate during 90 days, the physicochemical stability of four manipulated sunscreens through an accelerated stability study. Through evaluation tests of organoleptic characteristics, centrifugation, hydrogenionic potential, density, viscosity and spreading properties, it has been verified that sample A is the most appropriate sunscreen; samples B and C obtained a pH valued as compatible with the skin and, therefore, its use is not indicated; and the sample D demonstrated not to be stable when exposed to high temperature. Based on the develop study, it is concluded that the magisterial preparations are susceptible to physical and chemical changes due to storage conditions. For this reason, stability studies are considered a security parameter.

Keywords: Sunscreen. Manipulation. Stability.

## INTRODUÇÃO

A exposição à luz solar traz inúmeros benefícios aos seres humanos, como sensação de bem estar, síntese de vitamina D e tratamento de doenças de pele. Seus efeitos dependem de vários fatores diretamente relacionados à produção de efeitos benéficos, ou não, aos seres humanos. São eles o tempo e período de exposição, frequência desta exposição, assim como as características individuais da pele de cada indivíduo.<sup>12,23</sup>

Em contrapartida, uma exposição aguda e crônica aos raios solares, sem a devida proteção, pode causar vários efeitos prejudiciais à pele, como eritema, queimaduras, manchas, envelhecimento cutâneo precoce, através da produção de radicais livres e câncer de pele, pois as radiações ultravioletas podem danificar o material genético das células.<sup>1,11</sup>

Devido aos efeitos danosos que as radiações ultravioletas podem causar, vem crescendo a procura por produtos que tenham o objetivo de minimizar ou retardar as características adquiridas e proteger a pele dos efeitos da radiação solar.<sup>11,16</sup>

Assim foram desenvolvidos os fotoprotetores, sendo que sua eficácia na prevenção do fotoenvelhecimento cutâneo e do câncer de pele está comprovada.<sup>26</sup>

O primeiro relato de uso de fotoprotetores no mundo foi na década de 1930, nos Estados Unidos, uma emulsão com dois filtros químicos. No entanto, somente em 1943 foi patenteado o primeiro filtro solar: o ácido para-aminobenzoico. A utilização de outros filtros UVB com maior proteção e filtros com proteção UVA ocorreu a partir de 1970.<sup>9,13,15</sup>

No Brasil, a legislação que regulamenta os protetores solares é a de cosméticos, sendo definidos conforme a Resolução da Diretoria Colegiada nº30 de 2012 como preparações cosméticas que possuem a função de proteger a pele contra as radiações UVA e UVB.<sup>3</sup>

Os fotoprotetores podem ser desenvolvidos tanto pela indústria como pelo setor magistral. A manipulação oferece algumas vantagens em relação ao setor industrial na comercialização de vários medicamentos e de cosméticos. É o caso dos protetores solares, com custo mais baixo, escolha do melhor veículo onde irão ser incorporados os filtros, além da manipulação exata da quantidade utilizada, evitando-se, assim, o desperdício.<sup>7</sup>

Diferentemente dos medicamentos e produtos industrializados, as fórmulas magistrais são isentas de registro junto a ANVISA, sendo assim não são exigidos os mesmos testes de comprovação científica de eficácia e segurança para obtenção de registro, como é o caso do medicamento e produto industrializado.<sup>2</sup>

A realização do controle de qualidade das formulações magistrais para comprovação de sua estabilidade, segurança e eficácia é indispensável, mas a realização destes testes muitas vezes apresenta um custo elevado, necessitando de equipamentos e infraestrutura física adequada. Devido a estes fatores, a realização do controle de qualidade nas farmácias de manipulação é dificultada por falta, principalmente, de recursos financeiros, levando ao questionamento da qualidade de suas formulações.<sup>6</sup>

Diante deste cenário, este trabalho propôs-se a avaliar, através de ensaios físico-químicos, a estabilidade dos protetores solares manipulados, submetidos à diferentes condições de armazenamento em um período pré-determinado de tempo, verificando a conformidade com os padrões de qualidade exigidos pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária.

## **PARTE EXPERIMENTAL**

### **Amostras**

As amostras foram compostas por quatro loções O/A FPS 30 adquiridas em diferentes farmácias de manipulação de um município. As amostras foram classificadas em ordem alfabética de forma aleatória (A, B, C, D), sendo todas com validade de seis meses.

### **Acondicionamento das amostras**

No momento da chegada das amostras ao laboratório, as mesmas foram acondicionadas em frascos de vidro do tipo Shot, com tampa, conforme orientação do Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA. Para as análises organolépticas cada amostra foi dividida em três frascos diferentes para realização das análises em triplicata.<sup>4</sup>

### **Amostra padrão**

Para comparação dos resultados organolépticos foi analisada, juntamente com as demais, uma amostra de referência padrão, armazenada em temperatura entre 15 °C – 25 °C, em material de acondicionamento idêntico ao das outras. Esta foi uma amostra industrializada que segue os critérios de legislação quanto ao controle de qualidade do produto final para produtos industrializados.<sup>4</sup>

## **Testes de estabilidade acelerada**

Para a realização do teste de estabilidade acelerada, as amostras foram armazenadas em três condições diferentes de temperatura. Temperatura ambiente (15 °C – 25 °C), temperatura elevada (40 °C ± 2 °C) acondicionadas em estufa da marca Biopar, modelo S3305D, e temperatura baixa (5 °C ± 2 °C) dispostas em geladeira da marca Consul, modelo CRA 34D.<sup>4</sup> Para o controle das temperaturas foi utilizado termômetros da marca Incoterm, modelo L-095/06 e termohigrômetro marca Incoterm.

Aplicaram-se os testes de centrifugação, pH, densidade, espalhabilidade, viscosidade e características organolépticas no tempo zero, isto é, no dia da aquisição dos protetores solares, assim como em um, sete, quinze, trinta, sessenta e noventa dias.

As amostras analisadas neste estudo, nas diferentes temperaturas de armazenamento, ficaram em repouso por duas horas até atingirem a temperatura ambiente (em torno de 25 °C) para somente depois realizar-se os testes propostos.

Todos os ensaios foram realizados em triplicata para maior confiabilidade dos resultados, e possível análise estatística.

## **Centrifugação**

Para o teste de estabilidade à centrifugação, as amostras foram submetidas a uma velocidade de 3000 rotações por minuto (rpm), em centrífuga da marca Excelsa II - Fanem, modelo 206BL, por 30 minutos.<sup>4</sup>

## **Avaliação das Características Organolépticas**

Durante a avaliação macroscópica foram observadas características como aspecto, cor e odor das quatro amostras de protetores solares, nos tempos determinados. As amostras foram classificadas de acordo como preconizado pela ANVISA, como: Odor - normal, sem alteração; levemente modificada; modificada; intensamente modificada. Aspecto - normal, sem alteração; levemente separado, levemente precipitado ou levemente turvo; separado, precipitado ou turvo. Cor - normal, sem alteração; levemente modificada; modificada; intensamente modificada.<sup>4,5</sup>



Na avaliação do aspecto, cor e odor, o produto deverá manter-se íntegro durante todo o teste, exceto em temperaturas elevadas, em que pequenas alterações são aceitáveis.<sup>4</sup>

### **Determinação do valor de pH**

Determinou-se o pH após diluição 1:10 das amostras em água destilada.<sup>10</sup> As determinações foram realizadas através de um Phmetro de bancada, modelo DM20 e marca Digimed, previamente calibrado com soluções pH 4,0 e 7,0 para determinação da sensibilidade do eletrodo, que foi sempre acima de 95 %, para maior confiabilidade dos resultados. Foram consideradas as três leituras sucessivas com diferença inferior a 0,05.<sup>10</sup>

O valor compatível com o pH cutâneo, foi usado como um dos critérios no teste de estabilidade.

### **Espalhabilidade**

A determinação da espalhabilidade foi realizada através de uma placa suporte de vidro, posicionada sobre um papel milimetrado colado em uma caixa de madeira e, dentro desta caixa, uma fonte luminosa. Com o auxílio de uma placa molde circular contendo um orifício central, a amostra foi colocada no centro da placa suporte e nivelada com o auxílio de uma espátula. Retirou-se a placa molde circular cuidadosamente e sobre a amostra colocou-se uma placa previamente pesada. Neste momento foi acionado o cronômetro, marca Herweg, e após um minuto foi realizada a leitura dos diâmetros abrangidos pela amostra, em duas posições opostas. Esse procedimento foi repetido até a obtenção de valores constantes.<sup>14,25,8</sup>

A espalhabilidade foi determinada através da Equação 1.<sup>8</sup>

$$\text{Equação 1. } E_i = \frac{d^2 \cdot \pi}{4}$$

Em que:

$E_i$ : espalhabilidade da amostra para o peso  $i$  (mm<sup>2</sup>)

$d$ : diâmetro médio (mm)

$\pi = 3,14$

## Densidade

Para o ensaio de densidade, foi utilizado picnômetro de vidro, que foi pesado vazio em balança analítica da marca Bioprecisa, modelo FA2104N. A seguir, foi colocada no instrumento água purificada e pesou-se novamente. Após limpar e secar o picnômetro, este foi preenchido com a amostra e pesado.<sup>5</sup>

O cálculo da densidade da amostra foi realizado conforme descrito na Equação 2.<sup>5</sup>

$$\text{Equação 2. } d = \frac{P2 - P0}{P1 - P0}$$

Onde:

d= densidade

P0= massa do picnômetro vazio em gramas.

P1= massa do picnômetro com água purificada, em gramas.

P2= massa do picnômetro com a amostra, em gramas.

## Viscosidade

A viscosidade foi determinada com o auxílio de um viscosímetro rotacional Brookfield Alemmar, modelo RV-DVI+, spindle 29, à temperatura ambiente (15 °C - 25 °C). Os valores da velocidade de rotação empregados foram 2,0; 10,0 e 50,0 rpm e torque entre 10 e 100 %<sup>42</sup>. Com ajuda de um cronômetro da marca Herweg, foi determinado o tempo de um minuto para que as leituras fossem realizadas.

## Análise de dados

Para análise dos resultados obtidos, foram realizados testes estatísticos no programa PRISM 5, com aplicação de teste estatístico de ANOVA seguido de Tukey, para  $p < 0,05$ .

## **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### **Análise de estabilidade e avaliação físico-química**

Os testes de estabilidade acelerada tem por objetivo fornecer dados para prever a estabilidade e tempo de vida útil dos produtos.<sup>4</sup> Já os ensaios físico-químicos são utilizados para avaliar possíveis modificações na estrutura da formulação, que podem ser decorrentes da falta de estabilidade entre os ingredientes da formulação.<sup>4</sup>

### **Centrifugação**

O ensaio de centrifugação gera estresse na amostra, pois simula um aumento na força da gravidade. Sendo assim, a mobilidade das partículas é aumentada, antecipando possíveis instabilidades.<sup>4</sup> Durante um período de tempo determinado, a aplicação de rotações moderadas (entre 2000 e 5000 rpm) são bastante úteis para averiguar o comportamento das gotículas emulsionadas.<sup>21</sup> Desta forma, este teste qualifica a amostra para posterior avaliação de estabilidade.

Nenhuma das amostras de protetores solares estudados apresentou alteração em relação ao seu aspecto inicial no ensaio de centrifugação. A realização do teste sem a ocorrência de separação de fases demonstrou que todas as amostras de protetor solar poderiam ser submetidas aos testes de estabilidade.<sup>4</sup>

### **Avaliação das características organolépticas**

A avaliação das características organolépticas de um produto fornece resultados imediatos do estado da amostra por meio de análises comparativas com uma amostra de referência, a fim de observar possíveis alterações como, por exemplo, separação de fases ou precipitação, além de determinar a aceitação do produto pelo consumidor.<sup>4,5</sup>

Os resultados obtidos foram analisados de acordo com os critérios estabelecidos pela ANVISA<sup>10,11</sup> e apresentados na Tabela 1.

**Tabela 1.** Resultados dos aspectos organolépticos (aparência, cor, odor) das amostras analisadas durante o período de 90 dias

Amostra A							
Tempo (dias)	0	1	7	15	30	60	90
Geladeira	-	N	N	N	N	N	N
Estufa	-	N	N	N	N	N	N
Temperatura ambiente	N	N	N	N	N	N	N
Amostra B							
Tempo (dias)	0	1	7	15	30	60	90
Geladeira	-	N	N	N	N	N	N
Estufa	-	N	ALS	ALS	ALS	ALS	ALS
Temperatura ambiente	N	N	LMC	LMC	LMC	LMC	LMC
Amostra C							
Tempo (dias)	0	1	7	15	30	60	90
Geladeira	-	N	N	N	N	N	N
Estufa	-	N	N	N	N	ALS	ALS
Temperatura ambiente	N	LMC	LMC	LMC	LMC/ ALS	LMC/ ALS	LMC/ ALS
Amostra D							
Tempo (dias)	0	1	7	15	30	60	90
Geladeira	-	N	N	N	N	N	N
Estufa	-	AS	AS	AS	AS	AS	AS
Temperatura ambiente	N	N	N	N	N	N	N

N: normal; ALS: aspecto levemente separado; ALM: aspecto levemente precipitado; ALT: aspecto levemente turvo; LMC: leve modificação da cor; LMO: leve modificação do odor; AS: aspecto

separado; AP: aspecto precipitado; AT: aspecto turvo; MC: modificação da cor; MO: modificação do odor; IMC: intensamente modificação da cor; IMO: intensamente modificação do odor.

Tanto as pequenas alterações detectadas na amostra B, quanto na C, que ocorreram em temperatura elevada são aceitáveis, conforme o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA.<sup>4</sup>

De acordo com estudos de Melo & Siqueira<sup>20</sup>, as gotículas de óleo na superfície das amostras B e C podem ser explicadas devido ao aumento da temperatura, causando uma motilidade, tanto das gotículas, quanto do próprio agente emulsificante. Já Isaac *et al.*,<sup>14</sup> diz que a mudança de coloração destas mesmas amostras em temperatura ambiente, expostas a luz natural, pode ter ocorrido devido a oxidação de componentes da formulação. Isso poderia ser resolvido com a adição de um conservante antioxidante.

No estudo de Singh *et al.*,<sup>26</sup> foi analisada a estabilidade de emulsões magistrais com FPS, e os achados encontrados estão em concordância com os desse estudo. Nele, uma amostra magistral de FPS 25 apresentou quebra do sistema disperso com um dia de exposição à temperatura elevada, assim como a amostra D deste estudo. Segundo os autores, isso pode ser explicado, pois as altas temperaturas podem provocar degradação do sistema disperso devido à ruptura da estrutura química do sistema, assim demonstrando que essa amostra, quando armazenada em temperatura elevada (40 °C) não é estável.

### **Determinação do valor pH**

O potencial hidrogeniônico da pele é ligeiramente ácido, sendo compreendido entre 5,5 e 6,5 contribuindo para que ocorra proteção bactericida e fungicida em sua superfície.<sup>22,24</sup> A determinação desse é de extrema importância, pois deve haver compatibilidade entre o pH das formulações e o pH da pele onde será aplicado o produto.<sup>4,17</sup>

Os valores de pH obtidos para a amostra A apresentaram variação mínima de 6,06 (temperatura 25 °C, tempo 60 dias) e máxima de 6,76 (temperatura 25 °C, tempo 0). Para a amostra B, a variação mínima foi de 7,88 (temperatura 40 °C, tempo 60 dias) e máxima de 8,63 (temperatura 25 °C, tempo 0). A amostra C obteve o resultado mínimo de pH de 6,99 (temperatura de 25 °C, tempo 15 dias) e máximo de 7,47 (temperatura 5 °C, tempo 30 dias). Já a amostra D demonstrou valor mínimo de 4,82 (temperatura 40 °C, tempo 60 dias) e valor máximo de 5,39 (temperatura de 25 °C, tempo 0).

Em relação à análise estatística, a amostra A, quando exposta a temperatura alta e baixa, apresentou

diferença significativa para  $p < 0,05$  de todos os tempos em relação ao tempo 0. Quando exposta à temperatura ambiente, apenas o tempo 15 dias não apresentou diferença estatística em relação ao tempo 0. Apesar desta diferença estatística, a amostra permaneceu com pH adequado para uso tópico, mantendo em todas as condições de exposição pH compatível com o cutâneo. Conforme Guia da ANVISA, este resultado pode ser explicado, pois muitas vezes os resultados obtidos nos testes são estatisticamente significativos, mas não são analiticamente importantes.<sup>4</sup>

A amostra B, quando exposta a temperatura elevada, apresentou diferença estatística para  $p < 0,05$  em todos os tempos em relação ao tempo 0, com exceção do tempo 1 dia. Em relação à baixa temperatura e temperatura ambiente, todos os tempos apresentaram diferença estatística para  $p < 0,05$  em relação ao tempo 0. Essa amostra ainda apresentou pH elevado, bem acima do cutâneo.

As amostras C e D apresentaram diferença significativa para  $p < 0,05$  entre o tempo 0 em relação aos demais tempos nas diferentes condições de temperatura. A amostra C ainda apresentou pH levemente alcalino, enquanto a amostra D apresentou pH compatível com o cutâneo.

Segundo Volochchuk *et al.*,<sup>27</sup> amostras que apresentam pH elevado, fora da compatibilidade com o pH cutâneo, podem interferir na microbiota normal presente na pele, podendo haver proliferação de alguns tipos de microorganismos presentes, sendo um problema para uma pele acneica, por exemplo, pois a acne é um acometimento advindo da colonização do folículo pilo-sebáceo pela bactéria *Propionibacterium acnes*, bactéria essa que em condições alcalinas pode se proliferar.

## **Densidade**

A determinação da densidade baseia-se na razão entre a massa e o volume de uma determinada amostra. Densidade relativa é a relação entre a densidade absoluta de uma substância e a densidade absoluta de outra substância, previamente estabelecida como padrão.<sup>5</sup>

Foi possível observar que durante os noventa dias em que se realizou o teste de estabilidade, a variação entre os valores de densidade de todos os protetores solares analisados frente às condições à que estavam expostos foi pequena, não havendo diferença estatística para  $p < 0,05$  entre seus grupos. Os valores de densidade obtidos nesse estudo estão apresentados nas Figuras 1, 2, 3 e 4, sendo que os mesmos correspondem à média de três determinações.

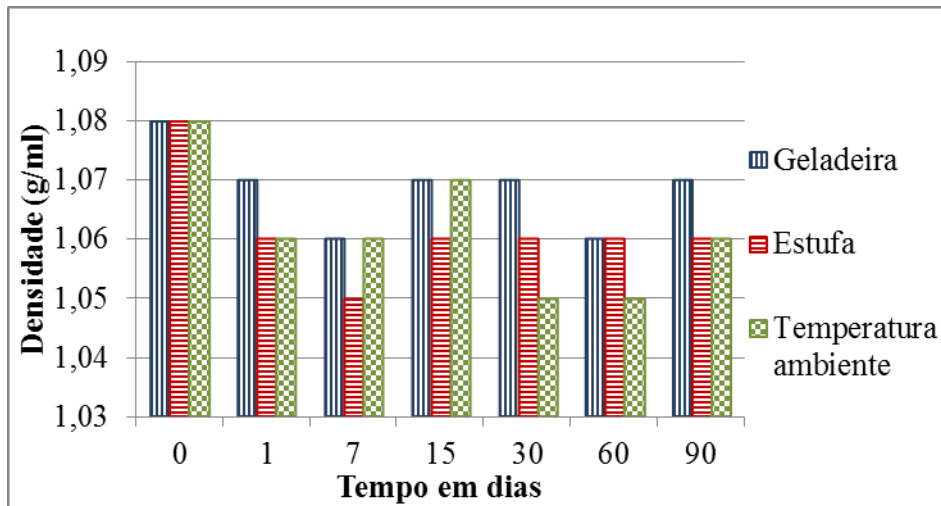


Figura 1. Resultados do ensaio de densidade obtidos para a amostra A

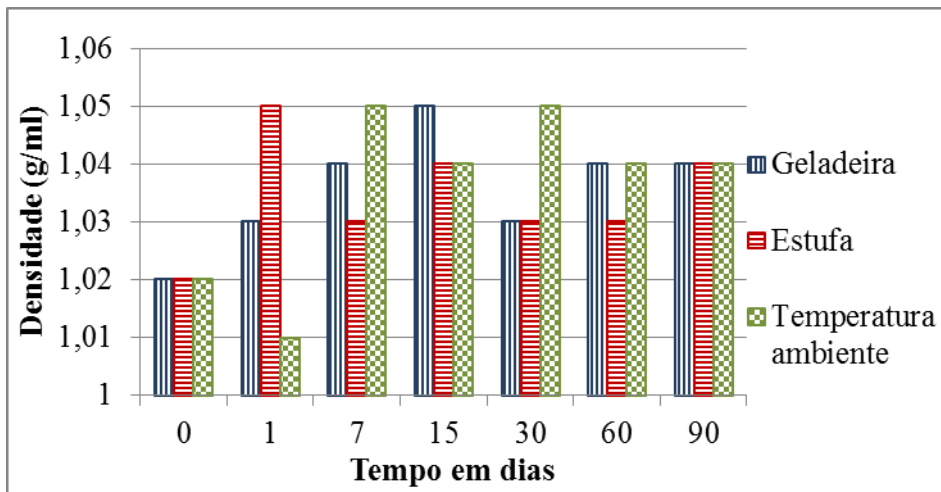


Figura 2. Resultados do ensaio de densidade obtidos para a amostra B

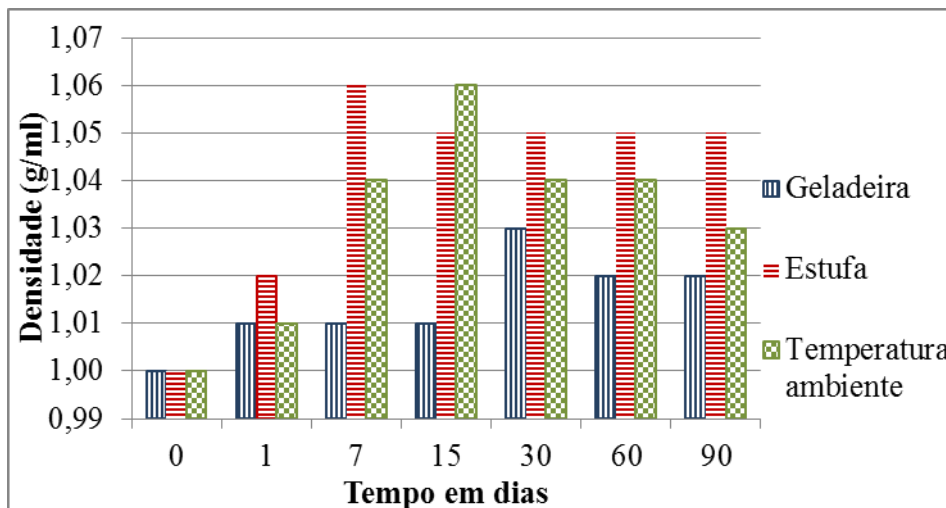
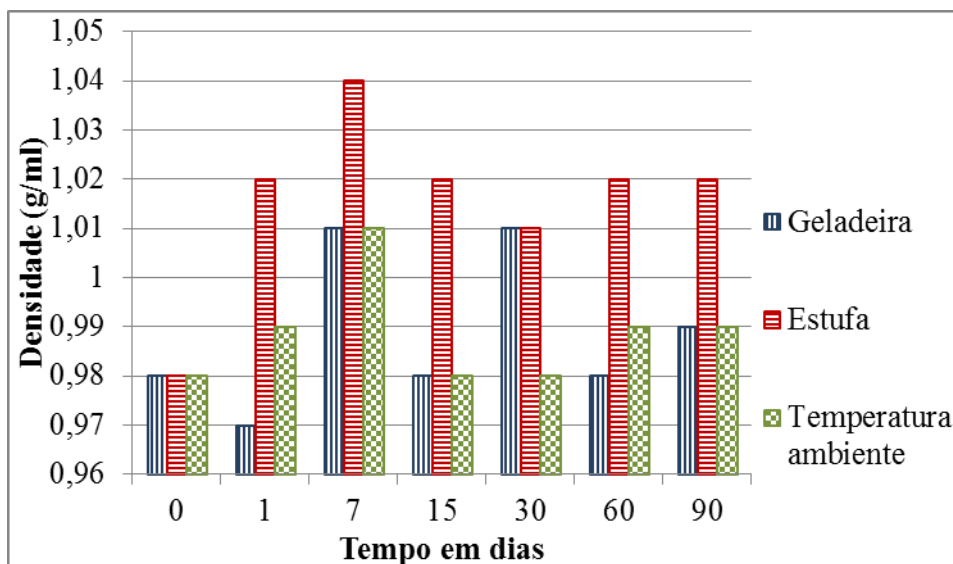


Figura 3. Resultados do ensaio de densidade obtidos para a amostra C



**Figura 3.** Resultados do ensaio de densidade obtidos para a amostra D

Através da análise das figuras, podemos observar que a amostra D obteve valores de densidade mais baixos, se comparada às outras amostras, quando exposta à temperatura ambiente e baixa, pois esta se apresentava visualmente menos consistente, enquanto que em temperatura elevada os valores foram aproximados das demais. Isso pode ser explicado através do ensaio de aspecto na avaliação das características organolépticas realizado neste estudo, pois a amostra D, quando acondicionada em temperatura elevada, apresentou quebra do sistema disperso com um dia de exposição. Através desta ruptura química devido à temperatura elevada, a densidade pode ter sido aumentada.

### **Espalhabilidade**

As características de espalhamento de um protetor solar sobre a pele é de extrema importância, tanto do ponto de vista sensorial como de eficiência. Um fotoprotetor deve fornecer a sensação correta e esperada pelo consumidor, além de ter um bom espalhamento para garantir o FPS adequado sobre a pele.<sup>14</sup>

Definida como a expansão de uma formulação semi-sólida sobre uma superfície após um período pré-determinado de tempo, a espalhabilidade é uma característica importante das formas farmacêuticas que são destinadas à aplicação tópica, pois está inteiramente relacionada com a aplicação destas formulações no local de ação.<sup>8</sup>

A avaliação estatística demonstrou que as amostras A, B e C quando expostas à temperatura elevada, apresentaram diferença estatística para  $p < 0,05$  entre seus grupos, atestando assim que esta



condição de exposição pode modificar, com o tempo, os valores de viscosidade.

Como a amostra D após exposição a esta temperatura apresentou-se muito líquida, não foi possível a realização do ensaio. As amostras nas demais condições de exposição não apresentaram diferença estatística entre os seus grupos.

Os valores de espalhabilidade obtidos para amostras estudadas estão representados nas Figuras 5 e 6, sendo que os mesmos correspondem à média de três determinações.

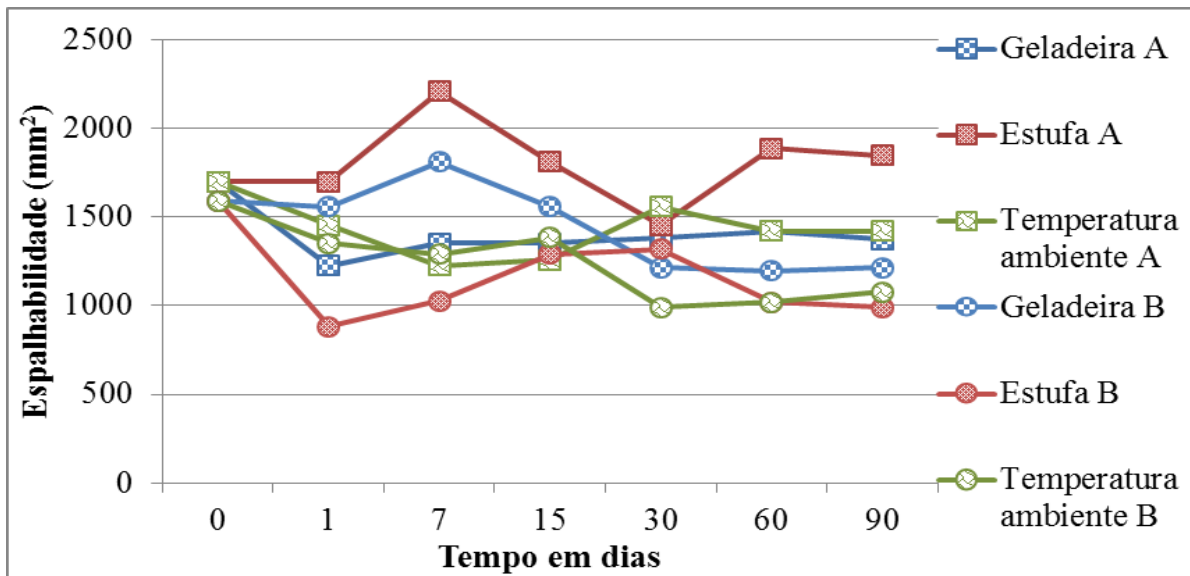


Figura 5. Resultados do ensaio de espalhabilidade obtidos para a amostra A e B

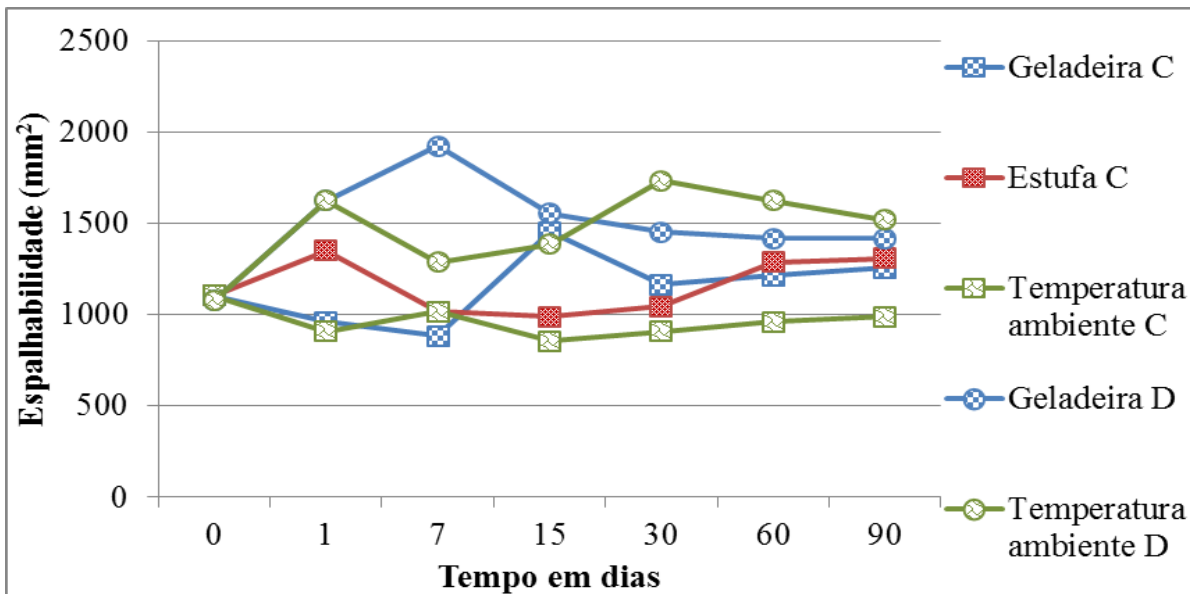


Figura 6. Resultados do ensaio de espalhabilidade obtidos para a amostra C e D

## Viscosidade

O ensaio de viscosidade é utilizado para caracterização reológica de um sistema, avaliando se a

formulação possui boa consistência e se a estabilidade está adequada ao longo do tempo.<sup>4</sup> A avaliação deste parâmetro com ensaios rotacionais ajuda a determinar se o produto analisado apresenta fluidez adequada.<sup>28</sup>

De acordo com o manual do equipamento viscosímetro em que se foi realizado o ensaio de viscosidade, quando o torque obtido no ensaio for menor que dez, não se pode considerar o resultado como confiável. Sendo assim, deve-se selecionar uma velocidade maior e/ou uma spindle maior. No caso deste estudo, como foi escolhido somente uma spindle para avaliar a estabilidade e rotações pré-estabelecidas, os resultados que apresentaram torque menor que dez foram desconsiderados.<sup>19</sup>

A avaliação estatística para amostras submetidas a temperaturas elevadas (estufa) demonstrou que: a amostra A nos tempos e rotações 1, 7, 15 e 90 dias (2 rpm); 1, 30 e 60 dias (10 rpm) e 1, 7, 15, 30, 60 e 90 dias (50 rpm); amostra B e C em todos os tempos e rotações, apresentaram diferença estatística para  $p < 0,05$  quando comparadas à amostra inicial (tempo 0); na amostra D não pode se realizar análise estatística, devido à quantidade de resultados desconsiderados.

As amostras submetidas a temperaturas baixa (geladeira) demonstrou que: a amostra A em todos os tempos com rotação de 2 rpm, nenhum dos tempos com rotação de 10 rpm e 30, 60 e 90 dias com rotação de 50 rpm; amostra B em todos os tempos com rotação de 2 rpm, nos tempos 1, 7, 15 e 30 dias com rotação de 10 rpm e nos tempos 1, 7, 15, 60 e 90 na rotação de 50 rpm; amostra C todos os tempos e rotações com exceção do tempo 1 dia nas rotações de 10 e 50 rpm; amostra D em todos os tempos e rotações apresentaram diferença estatística para  $p < 0,05$  quando comparadas a amostra inicial (tempo 0).

Para as amostras mantidas em temperatura ambiente a partir da análise estatística verificou-se que: a amostra A nos tempos 7, 15, 30, 60 e 90 com rotação de 2 e 50 rpm e nos tempos 30 e 60 dias com rotação de 10 rpm; amostra B nos tempos 7, 15, 30, 60 e 90 com rotação de 2 e 10 rpm e nos tempos 15, 30, 60 e 90 dias com rotação de 50 rpm; amostra C nos tempos 7, 15, 30, 60 e 90 com rotação de 2 e 50 rpm e 15, 30, 60 e 90 dias com rotação de 10 rpm apresentaram diferença estatística para  $p < 0,05$  quando comparadas a amostra inicial (tempo 0). A amostra D apresentou torque abaixo de 10 % em todos os resultados nas rotações de 2 e 10 rpm e no tempo 60 e 90 dias em 50 rpm, sendo apenas avaliados os tempos de 0 a 30 dias. Desses, os tempos 7, 15 e 30 dias apresentaram diferença estatística para  $p < 0,05$  quando comparadas à amostra inicial (tempo 0).

Através da análise dos resultados obtidos, pode-se observar que as amostras não apresentaram estabilidade no ensaio de viscosidade, nas diferentes condições de exposição e durante o período analisado, pois houve um grande número de diferença estatística entre os grupos.

A amostra D ainda apresentou os menores valores de viscosidade, quando comparada às outras e, na exposição à temperatura elevada, esses valores ainda foram diminuindo consideravelmente. Assim, verificou-se que a aplicação da mesma sobre a pele não ocorreria de maneira satisfatória, desatendendo o que se espera de um protetor solar como ser facilmente aplicável, devendo permanecer em contato com a pele e produzir uma sensação agradável ao indivíduo que o está utilizando.<sup>28</sup>

A diferença de viscosidade que esta amostra apresentou em relação às demais pode ter sido ocasionada pela alteração na composição de lipídeos na formulação, pela proporção entre a fase aquosa e oleosa, assim como pela concentração dos agentes emulsionantes. Sendo assim, a formulação da mesma deveria ser revista. Singh *et al.*,<sup>26</sup> diz ainda que a diminuição da viscosidade ocorre em razão do agente de consistência sofrer alterações sob algumas condições de exposição.

Quando a amostra D foi exposta à temperatura elevada, os resultados obtidos no ensaio de viscosidade corroboram com os obtidos no ensaio de espalhabilidade e densidade deste estudo. Como essa amostra apresentou os menores valores de viscosidade, não foi possível a realização do ensaio de espalhabilidade, pois a mesma se apresentava muito líquida e na densidade apresentou um valor maior quando comparada às outras condições de exposição.

## CONCLUSÃO

Com base no estudo desenvolvido, foi verificado que a amostra A foi a mais adequada em todo o período de testes. Somente no ensaio de espalhabilidade e viscosidade, foi relatada diferença estatística.

As amostras B e C, além de obterem leve alteração na cor em temperatura ambiente, ainda possuíam um pH elevado, acima do cutâneo, não sendo indicada a sua utilização, havendo a necessidade de os formuladores darem uma atenção especial a este parâmetro. Além disso, também apresentaram diferença estatística no ensaio de espalhabilidade e viscosidade.

Os resultados para a amostra D demonstraram claramente a susceptibilidade desta preparação quando exposta à temperatura elevada. A loção não apresentou características desejáveis para um produto cosmético de aplicação tópica. A realização do ensaio de espalhabilidade, por exemplo, nem foi possível, pois não havia condição física para sua execução, sendo que essa é uma característica muito importante do produto cosmético para uma melhor aceitação do consumidor.

Diante dos resultados, pode-se concluir que as preparações magistrais são susceptíveis a alterações físico-químicas, quando expostas a diferentes temperaturas ao longo do tempo. Por esse motivo, os

estudos de estabilidade são considerados um importante padrão de segurança para o fabricante e consumidor que faz o uso destes produtos.

## REFERÊNCIAS

1. Araujo, T. S.; Souza, O. S.; *Sci. Plena* **2008**, *4*, 1.
2. Braga, G. K.; *Tese de Doutorado*, Universidade de São Paulo, Brasil, 2009.
3. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. RDC n°30 de 01 de junho de 2012. Aprova o regulamento Técnico MERCOSUL sobre Protetores solares em cosméticos e dá outras providencias. Diário Oficial da União, Brasília (DF), 2012.
4. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos. 1. ed. Brasília: ANVISA, 2004.
5. BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Guia de controle de qualidade de produtos cosméticos: Uma abordagem sobre os ensaios Físicos e químicos. 2. ed. Brasília: ANVISA, 2008.
6. Bonfilio, R.; Emerick, G. L.; Júnior, A. N.; Salgado, H. R. N.; *Revista Baiana de Saúde Pública* **2010**, *34*, 653.
7. Bonfilio, R.; Santos, O. M. M.; Novaes, Z. R.; Matinatti, A. N. F.; Araújo, M. B.; *Revista de Ciências Farmacêuticas Básicas e Aplicadas* **2013**, *34*, 527.
8. Borghetti, G. S.; Knorst, M. T.; *Rev. Bras. Cienc. Farm.* **2006**, *42*, 532.
9. Collado, C. I. A.; Costa, M. E. V.; Dabbur, F. S.; *Cosmet. Toiletries* **2014**, *26*, 62.
10. *Farmacopeia Brasileira*. 5° ed., Anvisa: São Paulo, 2010.

11. Ferreira, A. O.; *Guia prático da Farmácia Magistral*. 3º ed., Pharmabooks: São Paulo, 2008.
12. Flor, J.; Davolos, M. R.; Correa, M. A.; *Quim. Nova* **2007**, 30, 153.
13. Hommos, A.; *Dissertação de Doutorado*, Freie Universität Berlin, Berlin, 2008.
14. Isaac, V. L. B.; Cefali, L. C.; Chiari, B. G.; Oliveira, C. C. L. G.; Salgado, H. R. N.; Corrêa, M. A.; *Revista de Ciências Farmacêuticas Básicas e Aplicadas* **2008**, 29, 81.
15. Ladeira, A. D. S.; Oliveira, G. S.; Silva, V. R. L.; *Cosmet. Toiletries* **2013**, 25, 34.
16. Larentes, I. A.; *Monografia de Licenciatura em Química*, Faculdade Integrada da Grande Fortaleza, Brasil, 2009.
17. Leonardi, G. R.; Gaspar, L. R.; Campos, P. M. B. G.; *Anais Brasileiros de Dermatologia*, Rio de Janeiro, Brasil, 2002.
18. Lorca, B. S. S.; *Tese de Doutorado*, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, 2012.
19. Manual Brookfield Digital Viscosimeter, Model DV-I+, nº M/92-021-N0902.
20. Melo, M. R.; Siqueira, A. P. N. D. F.; *Perquirere* **2012**, 9, 81.
21. Moraes, J. D. D.; *Dissertação de Pós Graduação*, Universidade Estadual Paulista, Brasil, 2011.
22. Mundstock, M. H.; Frasson, A. P. Z.; *Revista contexto & saúde* **2005**, 5,57.
23. Santos, H.; *Cosmet. Toiletries* **2010**, 22, 58.
24. Silva, C. F.; *Monografia de Graduação*, Faculdades Metropolitanas Unidas, Brasil, 2007.
25. Silva, S. H.; Guedes, S. M. M.; Pires, M.; *Cosmet. Toiletries* **2012**, 24, 50.

26. Singh, M.V.; Gomes, J. P.; Guimarães, P. R.; Baranhuk, B. F.; *Cosmet. Toiletries* **2006**, *18*, 5.

27. Volochtchuk, O. M.; Fujita, E. M.; Fadel, A. P. C.; Auada, M. P.; Almeida, T.; Marinoni, L. P.; *Anais Brasileiros de Dermatologia*, Rio de Janeiro, Brasil, 2000.

28. Zanon, A. B.; *Monografia de Graduação*, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, 2010.