



CENTRO UNIVERSITÁRIO UNIVATES
CURSO DE FARMÁCIA

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DE PROTETORES SOLARES DE FPS 50
ADQUIRIDOS EM FARMÁCIAS MAGISTRAIS**

Gisele Wolschick

Lajeado, junho de 2017

Gisele Wolschick

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DE PROTETORES SOLARES DE FPS 50
ADQUIRIDOS EM FARMÁCIAS MAGISTRAIS**

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, julho de 2017

ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DE PROTETORES SOLARES DE FPS 50 ADQUIRIDOS EM FARMÁCIAS MAGISTRAIS

Gisele Wolschick¹

Marinês Persigo Morais Rigo^{1*}

¹ Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, Centro Universitário UNIVATES, Lajeado, RS, Brasil.

* Autor para correspondência: M. P. M. Rigo. Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, Centro Universitário UNIVATES, Avenida Avelino Tallini, 171, Predio 11, Sala 213, 95900-000 – Lajeado - RS, Brasil. E mail: marinespmrigo@gmail.com

Resumo: O mercado cosmético tem oferecido fotoprotetores industrializados e manipulados, com a finalidade de proteção a saúde. O presente trabalho avaliou a estabilidade físico-química dos protetores solares de FPS 50 manipulados. Conclui-se que as amostras estudadas são sujeitas a alterações quando expostas a diferentes temperaturas a um longo tempo.

Unitermos: Fotoprotetores. Estabilidade. Manipulação.

Abstract: The cosmetic market has offered industrialized and manipulated photoprotectors, for the purpose of health protection. The present work evaluated the physical-chemical stability of the manipulated FPS 50 solar protectors. It is concluded that the studied samples are subject to changes when exposed to different temperatures over a long time.

Uniterms: Photoprotectors. Stability. Manipulation.

Resumen: El mercado cosmético ha ofrecido fotoprotectores industrializados y manipulados, con el fin de proteger la salud. El presente trabajo evaluó la estabilidad físico-química de los protectores solares de FPS 50 manipulados. Se concluye que las muestras estudiadas están sujetas a cambios cuando se expone a diferentes temperaturas a un largo tiempo.

Unitermos: Fotoprotectores. Estabilidad. Manipulación

1INTRODUÇÃO

O Brasil é um país de grande área intertropical, pois está localizado sobre o trópico de Capricórnio e o Equador, tendo assim uma maior intensidade de radiações solares, conseqüentemente há um aumento no número de pessoas com câncer de pele¹.

De acordo com Instituto Nacional do Câncer², o câncer de pele é o câncer mais frequente no país, com cerca de 30% de todos os tumores malignos registrados, sendo considerado como um grave problema de saúde. Estimativas previram aproximadamente 175.760 mil novos casos para 2016, sendo 80.850 homens e 94.910 mulheres.

Em contrapartida a radiação solar é responsável por toda a forma de vida na terra, através da fotossíntese, e tem importante papel no sistema imune, ativando a formação da vitamina D. A energia solar chega até a terra em forma de ondas e é dividida de acordo com o comprimento dessa onda³.

A pele é o maior órgão do corpo humano, representando cerca de 20% do peso corporal, tendo diversas funções como a proteção, defesa, nutrição, absorção, pigmentação, termorreguladora e a transpiração. Devido à radiação solar, a pele sofre danos cumulativos, como o fotoenvelhecimento e é um dos principais fatores de risco para o desenvolvimento do câncer de pele⁴.

O uso de fotoprotetores é indispensável para prevenir e minimizar os efeitos da radiação solar. No mercado encontramos várias marcas e com diferentes fatores de proteção⁵. Para amenizar os efeitos nocivos da radiação solar, a população esta cada vez mais a procura de protetores solares, tantos os industrializados como os manipulados em farmácias magistrais⁶.

Nas farmácias magistrais o controle de qualidade da matéria prima e do produto acabado é de extrema importância para garantir a qualidade e segurança do produto final, onde os resultados devem estar de acordo com as especificações farmacopéias, em legislações vigentes e artigos científicos⁷.

Neste estudo os testes foram conduzidos sob condições que permitiram fornecer informações sobre a estabilidade do produto em menos tempo possível, com isso, as amostras foram armazenadas em condições que aceleram mudanças passíveis de ocorrer durante o prazo de validade do produto. Os testes de estabilidade acelerada têm como objetivo fornecer dados para prever a estabilidade e tempo de vida útil dos produtos, 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.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Tipo do estudo: experimental

2.1 Amostras

A amostra foi composta por quatro loções com Fator de Proteção Solar (FPS) 50, sendo adquiridas em diferentes farmácias de manipulação, e uma delas uma amostra industrializada considerada como padrão. As amostras foram classificadas em ordem alfabética de forma aleatória (A, B, C, P).

2.1.1 Acondicionamento das amostras

Para a realização dos testes as amostras foram acondicionadas em frasco de vidro neutro, transparente, com tampa que garanta uma boa vedação evitando perdas⁸.

2.1.2 Centrifugação

O teste de centrifugação foi realizado durante 30 minutos, a uma velocidade de 3.000rpm.

De acordo com a ANVISA, a força da gravidade atua sobre a amostra fazendo com que suas partículas se movam no seu interior, produzindo um estresse, aumentando a possibilidade das partículas se precipitarem, e se separarem suas fases⁸.

2.1.3 Testes de estabilidade acelerada

De acordo com o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos os testes de estabilidade acelerada têm como objetivo fornecer dados para prever a estabilidade do produto, tempo de vida útil e compatibilidade da formulação com o material de acondicionamento⁸.

As amostras foram armazenadas em três condições distintas de temperatura, conforme o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA.

- Em temperatura ambiente (15C° - 25C°);
- Temperatura elevada, estufa (40C° +- 2C°);
- Temperatura baixa, geladeira (5C° +- 2C°).

O estudo de estabilidade acelerada foi realizado em um período de 30 dias. Os testes de pH, espalhabilidade, e características organolépticas foram realizados no tempo zero, ou seja, no dia da aquisição dos protetores solares, assim como em um, quinze e trinta dias. Já o teste de viscosidade foi realizado no tempo cinco e trinta dias.

Para realizar os testes propostos, as amostras analisadas neste estudo ficaram em repouso por duas horas até atingirem a temperatura ambiente, em torno de 25 °C.

2.1.4 Características Organoléptica

As amostras foram avaliadas em relação às suas propriedades organolépticas por observação visual, como aspecto, cor e odor, comparadas a uma amostra de referência.

2.1.4.1 Odor:

Segundo os critérios do Guia de estabilidade de produtos cosméticos da ANVISA, as amostras foram classificadas em: normal, sem alteração; levemente modificada; modificada; intensamente modificada. Onde através do olfato é comparado o odor da amostra com o odor da amostra padrão⁸.

2.1.4.2 Aspecto:

Este teste foi realizado através da observação visual das características da amostra, verificando se ocorre alguma modificação comparada como a amostra padrão. As amostras foram classificadas em: normal, sem alteração; levemente separado, levemente precipitado ou levemente turvo; separado, precipitado ou turvo⁸.

2.1.4.3 Cor:

Esta análise foi realizada através de uma comparação da cor das amostras com a cor da amostra padrão, sob condições de luz branca natural. Os resultados foram classificados em normal, sem alteração; levemente modificada; modificada; intensamente modificada^{8,9}.

2.1.5 Determinação do valor de pH

A determinação do valor do pH foi realizada 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.

De acordo com a Farmacopéia Brasileira¹⁰, para amostras sólidas ou semissólidas é recomendado a preparação de uma solução aquosa para a determinação do pH. Nesses testes as amostras foram diluídas (1:10) em água destilada. Após a diluição, o eletrodo foi imerso diretamente nesta solução, sendo que foram consideradas as três leituras sucessivas com diferença inferior a 0,05.

2.1.6 Espalhabilidade

Para a determinação da espalhabilidade, foi utilizado uma placa molde de vidro circular com um orifício central, que foi posicionada sobre um papel milimetrado colado em uma caixa de madeira com uma fonte luminosa. A amostra foi colocada no centro da placa molde de vidro, retirou-se cuidadosamente a placa molde e sobre a amostra colocou-se uma placa previamente pesada. Após um minuto foi realizada a leitura dos diâmetros abrangidos pela amostra, em duas posições opostas, com auxílio do papel milimetrado¹¹.

A espalhabilidade (E_i) foi determinada através da equação:

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

Em que:

E_i : espalhabilidade da amostra para o peso i (mm^2)

d : diâmetro médio (mm)

$\pi = 3,14$

2.1.7 Viscosidade

A viscosidade foi determinada através de um viscosímetro rotacional Brookfield Alemmar, modelo RV-DVI+, spindle 29, à temperatura ambiente ($15^\circ\text{C} - 25^\circ\text{C}$). Os valores da velocidade de rotação empregados foram 10 rpm e torque entre 10 e 100%. Este teste foi realizado no tempo 5 e 30 dias. Após 1 minuto de rotação foi anotado o valor da viscosidade (cp).

2.1.8 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 $p < 0,05$.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Centrifugação

Essa análise gera um estresse na amostra, pois a força da gravidade atua sobre a amostra fazendo com que as partículas se movam no seu interior, antecipando assim uma possível instabilidade.

As amostras de protetores solares estudados não apresentaram alterações em relação ao aspecto inicial do ensaio. Isso demonstrou que todas as amostras de protetor solar poderiam ser submetidas aos testes de estabilidade.

3.2 Avaliação das características organolépticas

A avaliação das características organolépticas de um produto fornece resultados rápidos do estado da amostra através de análises comparativas com uma amostra padrão, com o objetivo de observar possíveis alterações como, separação de fases ou precipitação, além de determinar a aceitação do produto pelo consumidor⁸.

Os resultados obtidos foram analisados de acordo com os critérios estabelecidos pela ANVISA e apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Resultados das características organolépticas

| AMOSTRA A | | | | |
|-----------------------|----------|----------|-----------|-----------|
| Tempo (dias) | 0 | 1 | 15 | 30 |
| Geladeira | - | N | N | N |
| Estufa | - | N | N | LMC |
| Temp. ambiente | N | N | N | N |
| AMOSTRA B | | | | |
| Tempo (dias) | 0 | 1 | 15 | 30 |
| Geladeira | - | N | N | N |
| Estufa | - | N | LMC | LMC |
| Temp. ambiente | N | N | N | LMC |
| AMOSTRA C | | | | |
| Tempo (dias) | 0 | 1 | 15 | 30 |
| Geladeira | - | N | N | N |
| Estufa | - | N | N | N |
| Temp. ambiente | N | N | N | N |
| AMOSTRA P | | | | |
| Tempo (dias) | 0 | 1 | 15 | 30 |
| Geladeira | - | N | N | N |
| Estufa | - | N | N | N |
| Tem. Ambiente | 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.

De acordo com o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA, estas alterações que ocorreram nas características organolépticas nas amostras A e B, em temperaturas elevadas são aceitáveis.

3.4 Determinação do valor do pH

A pele tem pH levemente ácido (4,6 – 5,8), o que protege contra a ação bacteriana e fungicida na sua superfície. O pH da pele é frequentemente mudado em consequência do uso de produtos tópicos inadequados, expondo a pele a microrganismos agressores, sendo assim, as secreções cutâneas apresentam uma importante propriedade tamponante¹².

Os valores de pH obtidos para a amostra A apresentaram valor máxima de 6,96 (temperatura 5°C , tempo 1) e mínima de 5,10 (temperatura 25°C, tempo 30 dias). Para a amostra B, a variação mínima foi de 6,97 (temperatura 25 °C, tempo 30 dias) e máxima de 7,59 (temperatura 25 °C, tempo 1).A amostra C obteve o resultado mínimo de pH de 6,04 (temperatura de 5 °C, tempo 30 dias) e máximo de 6,91 (temperatura 25 °C, tempo 1 dias). Já a amostra P demonstrou valor mínimo de 4,94 (temperatura 40°C, tempo 30 dias) e valor máximo de 5,68 (temperatura de 25°C, tempo 1). Em relação à análise estatística, quando comparadas às amostras A, B, C com o padrão nas respectivas temperaturas há diferença estatística entre todas as amostras para $p < 0,05$ com o teste Anova seguido de Tukey, exceto para a amostra A no tempo de 30 na temperatura ambiente.

O pH desejável para protetores solares deve estar entre 6,0 e 7,0. Conforme o resultado obtido neste teste, o protetor solar que obteve melhor resultado foi o da amostra C. O que é muito preocupante, pois um pH ácido pode modificar a localização dos elétrons na molécula dos filtros solares, e o produto passa a absorver radiação solar num comprimento de onda fora do desejado, o que prejudica a sua eficácia¹³.

Nas formulações cosméticas os valores do pH podem vir a refletir na estabilidade de um produto, pois são indicativos de reações químicas que ocorreram. Também pode fornecer informações sobre a qualidade da matéria prima e ate mesmo do produto final, como também sobre possíveis erros vindos da formulação¹⁴.

3.5 Espalhabilidade

A espalhabilidade é uma das características essenciais para as formas farmacêuticas destinadas à aplicação tópica, pois está relacionada com a aplicação destas formulações no

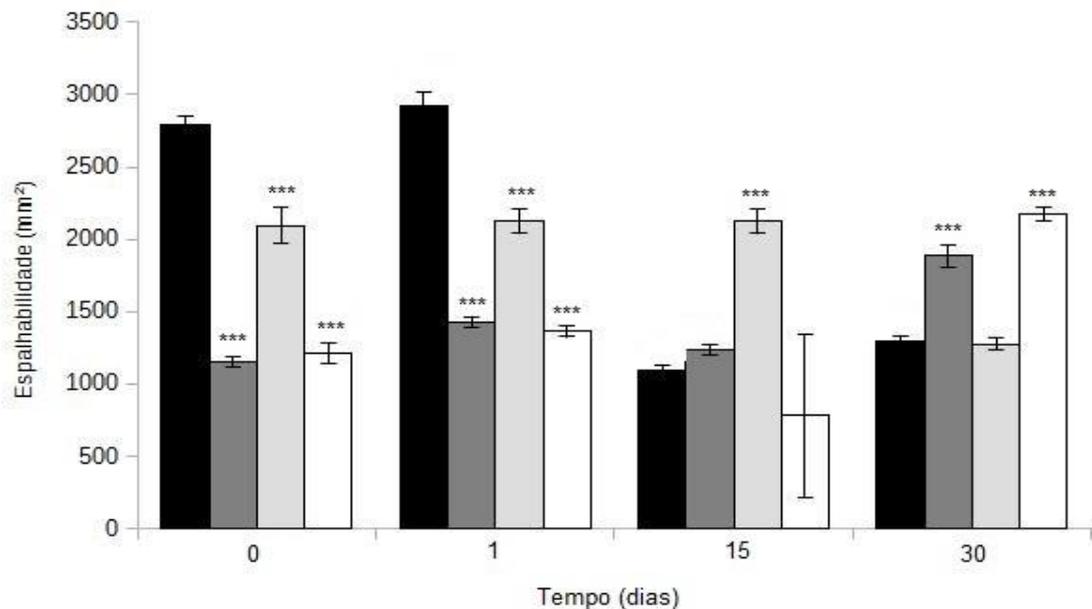
local de ação, por isso, os cosméticos contendo filtros solares devem propiciar fácil espalhamento sobre a pele para garantir o FPS¹¹.

Os filtros solares de alto FPS geralmente não apresentam sensorial muito agradável, uma vez que para se conseguir formulações desse tipo de exigência, é necessário o acréscimo de filtros químicos e físicos, sendo esses últimos muitas vezes de difícil espalhabilidade¹⁵.

A análise estatística mostrou os seguintes resultados para as amostras nas respectivas temperaturas:

Na temperatura ambiente houve diferença estatística entre todas as amostras, podendo-se afirmar que a espalhabilidade da amostra padrão diminuiu com o passar dos dias, já para as amostras A e C houve um aumento.

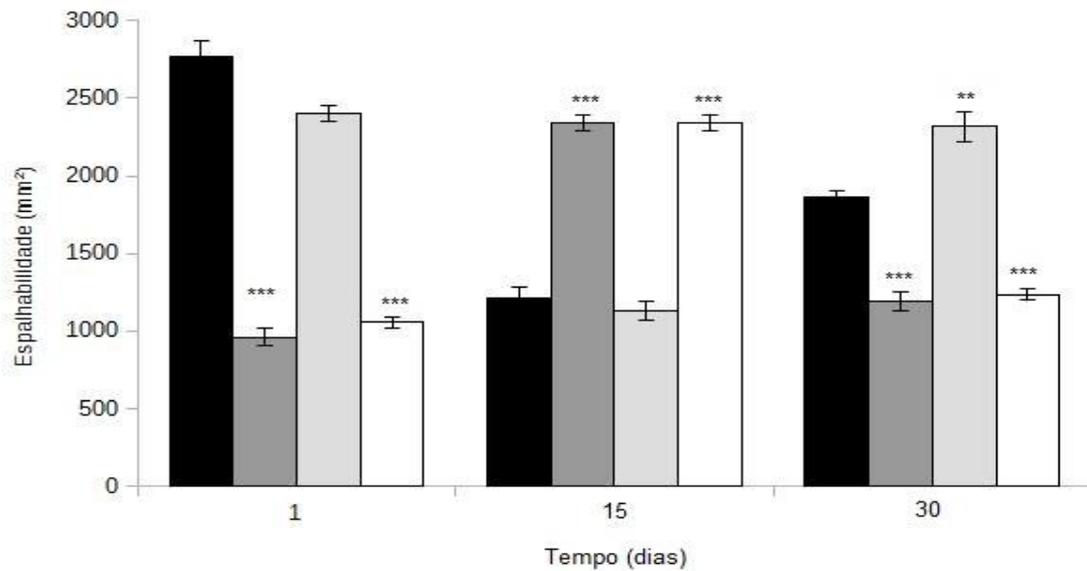
Gráfico 1 - Resultados do ensaio de espalhabilidade em temperatura ambiente



No gráfico: coluna preta = padrão; coluna cinza escuro = amostra A; coluna cinza claro = amostra B e coluna branca = amostra C.

Na geladeira houve diferença estatística entre todas as amostras.

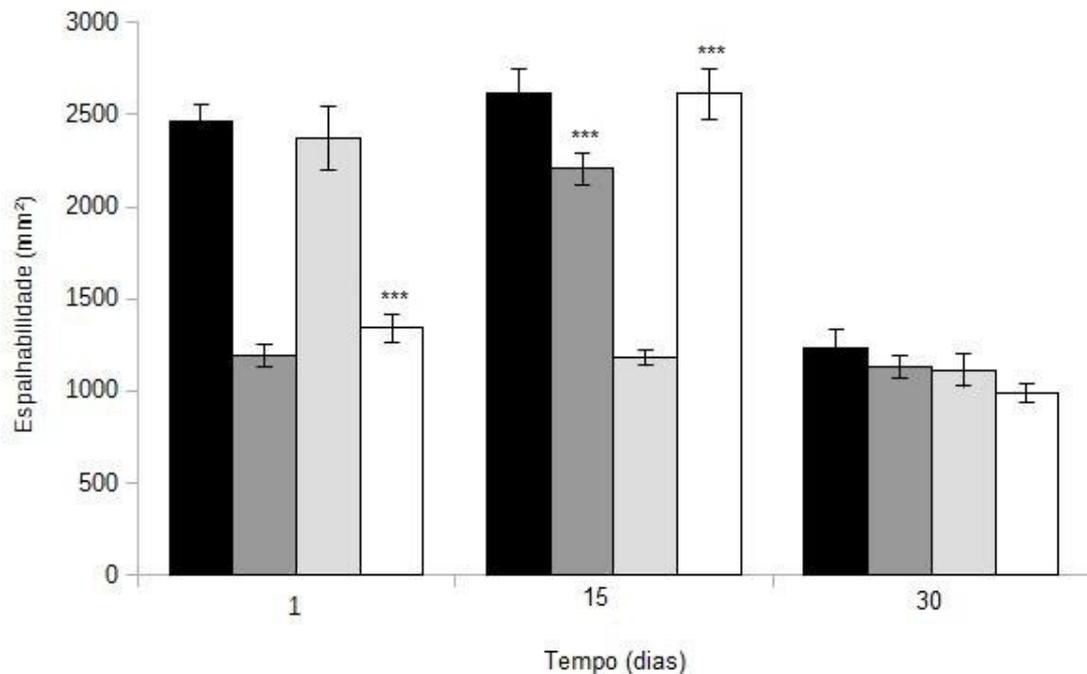
Gráfico 2 – Resultados do ensaio de espalhabilidade na geladeira



No gráfico: coluna preta = padrão; coluna cinza escuro = amostra A; coluna cinza claro = amostra B e coluna branca = amostra C.

Na estufa houve diferença estatística entre todas as amostras. Através do gráfico abaixo é possível afirmar que o valor da espalhabilidade diminuiu no tempo de 30 dias para todas as amostras.

Gráfico 3 - Resultados do ensaio de espalhabilidade na estufa



No gráfico: coluna preta = padrão; coluna cinza escuro = amostra A; coluna cinza claro = amostra B e coluna branca = amostra C.

3.6 Viscosidade

De acordo com o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos, a viscosidade é uma variável que caracteriza reologicamente um sistema, essa análise ajuda a determinar se um produto apresenta a consistência ou fluidez apropriada e pode indicar se a estabilidade é adequada ao longo tempo.

Nesse estudo foi utilizado um viscosímetro rotacional, somente com *spindle*, 29, para avaliar a estabilidade e rotações pré-estabelecidas de 10 rpm, os resultados que apresentaram torque menor que dez foram desconsiderados, como diz o manual do equipamento em que se foi realizado o ensaio.

A avaliação demonstrou que as amostras B e C se mantiveram estáveis durante os 30 dias nas diferentes temperaturas. A amostra A, após exposição à temperatura baixa, no tempo 30 dias, apresentou uma viscosidade um pouco aumenta. Já a amostra P no tempo de 30 dias, na temperatura ambiente apresentou um aumento na viscosidade e na geladeira uma diminuição. No tempo de 30 dias não foi possível a realização do ensaio das amostras acondicionadas na estufa, pois as mesmas se apresentaram muito densas.

De acordo com Milan (2007)¹⁶ a viscosidade de uma emulsão pode ser alterada pela composição de lipídios na sua fórmula, como pela proporção entre fase aquosa e oleosa, e também pela concentração dos emulsionantes¹⁶.

4CONCLUSÃO

Com os testes realizados, notou-se uma grande diferença entre os resultados dos testes avaliados das formulações magistrais, entre si e em relação ao produto industrializado.

Em relação às características organolépticas as amostras A e B apresentaram levemente uma modificação da cor em temperatura alta ao longo tempo, sendo que as outras amostras se mantiveram estáveis durante todo o período do teste. Já na avaliação do pH a amostra que mostrou melhor resultado foi C, pois se manteve dentro do pH desejável para protetores solares.No teste de espalhabilidade das amostras houve diferença estatística entre todas elas nas diferentes temperaturas e tempo. A realização do teste de viscosidade das amostras acondicionadas na estufa no período de 30 dias não foi possível, pois as mesmas se apresentaram muito densas. Essas características são muito importantes para um produto cosmético de aplicação tópica, pois a aceitação pelo consumidor é dada pela aparência e pela sensação do contato com a pele após a aplicação.

Através destes resultados pode-se concluir que as amostras estudadas estão sujeitas a alterações físico-químicas quando expostas a diferentes temperaturas a um longo período de tempo.

REFERÊNCIAS

1. LDL Cabral, SO Pereira, AKPartata. Filtros solares e fotoprotetores mais utilizados nas formulações no Brasil. *Revista Científica do ITPAC*, Araguaina, 4(3), 2011. Disponível em <http://www.itpac.br/arquivos/Revista/43/4.pdf>. Acesso em 22 mai 2017.
2. INCA - Instituto Nacional de Câncer. Dados. Online. Disponível em <http://www.inca.gov.br>. Acesso em 20 mar 2017.
3. SR Doria et al. Proteção solar, uma questão de saúde pública: avaliação das informações contidas nos rótulos dos protetores solares mais comercializados no Brasil. *Revista Instituto Adolfo Lutz*, Rio de Janeiro, 68(3), 2009. Disponível em <http://revistas.bvsvet.org.br/rialutz/article/view/6820/6959>. Acesso em 22 abr 2017.
4. MHF Tofetti, VR Oliveira. A importância do uso do filtro solar na prevenção do fotoenvelhecimento e do câncer de pele. *Investigação. Revista Científica da Universidade de Franca*. São Paulo. 6(1):59-66 jan./abr., 2006. Disponível em <http://publicacoes.unifran.br/index.php/investigacao/article/viewFile/183/137%20.%20%20>. Acesso em 11 mai 2017.
5. CF Silva. Testes para avaliação do fator de proteção solar em produtos cosméticos fotoprotetores. 2007. 44f. (monografia). Centro Universitário das Faculdades Metropolitanas Unidas. Faculdade de Farmácia FMU, São Paulo, 2007. Disponível em <http://arquivo.fmu.br/prodisc/farmacia/cfs.pdf>. Acesso em 5 mai 2017.
6. IA Larentes. Avaliação preliminar da estabilidade de cremes fotoprotetores de farmácias magistrais. 2009. 198f. (monografia). Faculdade Integrada da Grande Fortaleza, Paraná, 2009. Disponível em http://www.nead.fgf.edu.br/novo/material/monografias_quimica/ITAMAR_DE_ABREU_LARENTES.pdf. Acesso em 11 mai 2017.
7. MF Silva, LL Silva. Análise microbiológica de três formulações magistrais. *Cadernos da Escola de Saúde*, Paraná, 2(6):117-130, 2011. Disponível em

<http://revistas.unibrasil.com.br/cadernossaude/index.php/saude/article/view/105/104>. Acesso em 2 abr 2017.

8. Brasil. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos. 1. ed. Brasília: ANVISA, 2004.

9. 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.

10. Farmacopéia Brasileira. 5 ed. São Paulo: Anvisa; 2010 p. 81-161. v. 1.

11. GS Borghetti, M Knorst. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física de loções O/A contendo filtros solares. *Rev. Bras. Cien. Farma.* 42(4): p. 531-537, 2006.

12. GR Leonardi, LR Gaspar, PMBGC Campos. Estudo da variação do pH da pele humana exposta à formulação cosmética crescida ou não das vitaminas A, E ou de ceramida, por metodologia não invasiva. *Anais Brasileiros de Dermatologia*, Rio de Janeiro, 77(5):563-569, set./out., 2002. Disponível em http://www.scielo.br/pdf/%0D/abd/77n5/en_v77n5a06.pdf. Acesso em 6 mai 2017.

13. C Ribeiro. Fotoproteção e fotoprotetores. In: *Cosmetologia aplicada à Dermoestética*. São Paulo: Pharmabooks, cap. 6, p. 77-115, 2006.

14. CS Novicki. Avaliação do pH dos tônicos faciais. (monografia) Universidade do Vale do Itajaí, Balneário Camboriú – Santa Catarina, 2009.

15. M Chorilliet al. Desenvolvimento e estudos preliminares de estabilidade de formulações fotoprotetoras contendo Granlux GAI-45 TS. *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada.* 27(3):237-246, 2006. Disponível em http://serv-bib.fcfar.unesp.br/seer/index.php/Cien_Farm/article/viewFile/387/371. Acesso em 5 abr 2017.

16. ALK Milan et al. Estudo da hidratação da pele por emulsões cosméticas para xerose e sua estabilidade por reologia. *Rev. Bras. Ciênc Farm.* 43(4):649-657, 2007.