



CENTRO UNIVERSITÁRIO UNIVATES

CURSO DE QUÍMICA INDUSTRIAL

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE UMA EMULSÃO COSMÉTICA
COLD CREAM CONTENDO DIFERENTES TIPOS DE CERAS**

Jaqueline Cardoso de Siqueira

Lajeado, novembro de 2016



Jaqueline Cardoso de Siqueira

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE UMA EMULSÃO COSMÉTICA
COLD CREAM CONTENDO DIFERENTES TIPOS DE CERAS**

Artigo apresentado na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso, do Curso de Química Industrial, do Centro Universitário UNIVATES, como parte da exigência para a obtenção do título de Bacharela em Química Industrial.

Orientadora: Prof.^a Dra. Cleide Borsoi

Lajeado, novembro de 2016

RESUMO

A estabilidade de uma emulsão farmacêutica depende de inúmeros fatores, e para a confiabilidade de qualquer produto farmacêutico, esta é uma condição fundamental. O objetivo do presente trabalho foi desenvolver diferentes formulações de cold cream manipulado, variando os tipos de ceras utilizadas (cera de abelha, MEG, polawax®, lanette® N, álcool cetílico e álcool cetosteárico) e avaliar sua estabilidade físico-química. Para a caracterização da estabilidade, foram avaliados aspecto, teste de centrifugação, viscosidade, pH, perfil de espalhabilidade e microscopia ótica. Por meio da análise de centrifugação e viscosidade observou-se que a formulação A e B apresentaram melhora com relação à formulação padrão. Verificaram-se valores de pH inicial e final elevados para todas as amostras. Duas formulações apresentaram perfis de espalhabilidade semelhantes, porém a fórmula padrão apresentou menor espalhabilidade corroborando com a análise de viscosidade. A análise de microscopia ótica mostra que as amostras apresentam glóbulos pequenos e uniformes, porém apresentam coalescência em alguns pontos. Conclui-se que é possível desenvolver uma emulsão cold cream mais estável, alterando seu tipo de cera, porém faz-se necessário um maior tempo de análise da proporção das matérias e no processo de emulsificação.

Palavras-chave: Emulsão. Cold cream. Estabilidade.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	4
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 A PELE E SEUS CUIDADOS.....	5
2.2 ÓLEOS MINERAIS: BENEFÍCIOS E APLICAÇÕES	7
2.3 FARMÁCIA MAGISTRAL	8
2.4 EMULSÕES COSMÉTICAS	10
3 METODOLOGIA	11
3.1 MATERIAIS	11
3.2 MÉTODOS.....	11
3.3 CARACTERIZAÇÃO	13
3.3.1 ANÁLISE DE CENTRIFUGAÇÃO	13
3.3.2 ANÁLISE DE VISCOSIDADE.....	13
3.3.3 DETERMINAÇÃO DO PH.....	13
3.3.4 DETERMINAÇÃO DA ESPALHABILIDADE	14
3.3.5 MICROSCOPIA ÓTICA	14
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	15
4.1 TESTE DE CENTRIFUGAÇÃO.....	15
4.2 ANÁLISE DA VISCOSIDADE	17
4.3 DETERMINAÇÃO DO PH DAS FORMULAÇÕES	18
4.4 AVALIAÇÃO DA ESPALHABILIDADE.....	19
4.5 MICROSCOPIA ÓTICA	21
5 CONCLUSÃO	23
REFERÊNCIAS.....	24

1 INTRODUÇÃO

A palavra emulsão deriva do latim *emulgeo*, que significa mungir, é aplicada a todas as formulações de aspecto leitoso com as características de um sistema disperso de duas fases líquidas. Contêm triglicerídeos de origem vegetal, animal, sintético ou mineral em suas formulações, deve ter como objetivo proteger a pele contra agressões climáticas, não promover oclusão, ser inodoro ou ter odor suave, não deixar a pele com aspecto oleoso, ser laváveis em água, não irritar a pele, ter pH neutro, não devendo ultrapassar 7,5, ter ação higroscópica, ter boa espalhabilidade, promover emoliência, ser hidratantes e ter FPS, se destinados ao uso diurno (BONTORIM, 2009; GOMES e DAMAZIO, 2009).

O cold cream é a forma mais antiga de aplicação cosmética, são cosméticos de tratamento ou de ação em profundidade, de forma a facilitar a penetração de determinadas substâncias através da epiderme. Aplicados à noite, têm a finalidade de pôr a pele em estado de equilíbrio biológico, são destinados de preferência para peles secas, que precisam de material graxo, de forma a tornar o manto hidrolipídico mais estável e evitar a descamação exagerada (BARATA, 2003; BONTORIM, 2009).

A manipulação de fórmulas farmacêuticas é uma atividade antiga, e ao perceber que existe uma tendência mundial de exigência de qualidade por parte do consumidor, as organizações farmacêuticas e cosméticas buscam assegurar a qualidade de seus produtos, atendendo às exigências do mercado. Farmácias magistrais tem a necessidade de criar e implementar sistemas e procedimentos que promovam uma alta probabilidade de que cada produto farmacêutico e/ou cosmeceutico mantenha suas propriedades homogêneas e suas características, assegurando a segurança e a eficácia clínica da formulação (ANDRADE et al, 2005; SPELLMEIER, 2005; FIRMINO et al, 2011).

Consumidores buscam cada vez mais produtos de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos de qualidade, de aparência estável e que proporcionem agradável sensação de bem estar. Os cremes poderão separar-se em duas fases, já que são feitos de uma mistura de pelo menos duas fases imiscíveis entre si, e, visando na qualidade e estabilidade esperada, as emulsões a serem desenvolvidas

terão uma quantidade significativa de óleo visando que a pele seca necessita de produtos emolientes, umectantes e oclusivos, que são destinados a deixar a pele macia e suave, qualidade que os óleos possuem. Um dos desafios das farmácias de manipulação está relacionado a estabilidade das formulações, pois as mesmas podem ser utilizadas como base para incorporação de diferentes ativos ou mesmo como hidratantes com uma carga elevada de óleo, como é o caso do cold cream.

Como as emulsões podem ser aniônicas, catiônicas ou não iônicas, será feita a utilização de diferentes ceras para uma compará-las e verificar qual mantém sua estabilidade e também para uma melhor adesão ao tratamento. Emulsões que utilizam tensoativos aniônicos em suas formulações são caracterizadas por apresentarem a parte polar carregada negativamente em solução aquosa, enquanto que as emulsões que utilizam tensoativos catiônicos apresentam-se carregada positivamente. Por outro lado, as emulsões que utilizam os tensoativos não iônicos são caracterizadas por possuírem carga neutra quando estão em solução aquosa (LEONARDI, 2008).

Com base nestes fatores, o objetivo do trabalho visa estudar uma nova proposta de produção de emulsão cosmética, o cold cream, onde pretende manter uma estabilidade dentro dos padrões exigidos pela legislação, tendo, ao final, um produto cosmético de qualidade, estável e de aparência homogênea evitando que o produto seja instável devido a fatores como: cremeação ou sedimentação, floculação e coalescência.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 A pele e seus cuidados

A pele é considerada o maior órgão do corpo humano constituindo uma barreira entre o meio interno e o meio externo, protegendo-o. Possui atribuições importantes para o funcionamento geral do organismo, tais como controle da temperatura, sensorial, estética, absorção da radiação UV, síntese da vitamina D, absorção e eliminação de substâncias químicas (RIBEIRO, 2010; RASCHE, 2014).

A pele não possui pH neutro, o chamado pH fisiológico da pele é entre 4,5 e 6,0, variando conforme a região do corpo ou a idade. Isso contribui na proteção bactericida e fungicida (RASCHE, 2014). Constitui 16% do peso corporal, podendo ser elástica ou flexível ou mais inelástica e rígida, dependendo da sua origem étnica ou da genética (RIBEIRO, 2010; RASCHE, 2014). Sua espessura varia dependendo da área do corpo, onde a pele mais espessa encontra-se em regiões sujeitas a atritos constantes e pressões. A pele possui duas camadas básicas: a epiderme e a derme. Logo abaixo, a hipoderme, uma camada formada por tecido adiposo (RIBEIRO, 2010).

A epiderme é formada por uma complexa estrutura constituída de diferentes camadas conhecidas como basal, espinhosa, granulosa e córnea, não possui circulação sanguínea e linfática. A lúcida encontra-se entre as camadas córnea e granulosa, sendo uma quinta camada confere maior espessamento da pele nas regiões da palma das mãos e da sola dos pés, ao contrário das demais regiões do corpo onde a pele é mais fina (RIBEIRO, 2010; RASCHE, 2014). Uma característica de sua função protetora é ser praticamente impermeável a todas as substâncias não gasosas. Caso não fosse assim, seria fácil a penetração de microrganismos através da pele (REBELLO, 2011).

A derme proporciona resistência física ao corpo contra agressões mecânicas, pois é um tecido elástico e resistente. Abriga os vasos sanguíneos e linfáticos, os apêndices cutâneos, células de natureza conjuntiva e de origem sanguínea e fornece nutrientes à epiderme (RIBEIRO, 2010).

A hipoderme, camada mais profunda da pele, é altamente vascularizada. Sua função é armazenar energia, participar do isolamento térmico, absorver impactos, modelar o corpo, manter os órgãos em seus devidos lugares preenchendo espaços internos, pois se constitui de células de gordura chamadas de adipócitos (RASCHE, 2014).

A pele seca pode manifestar-se em qualquer indivíduo durante sua vida. Aparece devido à fraca atividade das glândulas sebáceas, onde há uma predisposição genética, mas também a influencia de fatores ambientais, comportamentais, estresse, idade, entre outros fatores (CUNHA et al, 2004;

RIBEIRO, 2010). É fácil reconhecer uma pele seca e desidratada, pois ela fica opaca, áspera, sem brilho, sem elasticidade e sem maciez (COSTA et al, 2004; SOUZA e ANTUNES JR., 2009).

As manifestações clínicas da pele seca são: prurido, queimação, sensação de picamento, sensação de estiramento da pele, descamação, diminuição da flexibilidade, aumento das rugas e marcas de expressão, aspereza ao toque e possível vermelhidão. Os ativos cosméticos destinados a cuidados da pele seca exercem ações através de mecanismos de oclusão, umectação e hidratação ativa ou umectação ativa. Nos cuidados devem-se empregar cosméticos com extratos de plantas com ação emoliente e hidratante de modo a suavizar e lubrificar a pele e usar matérias prima que evitem a evaporação da água (CUNHA et al, 2004; RIBEIRO, 2010). As fórmulas hidratantes mais apropriadas são as emulsões farmacêuticas, pois conseguem carrear fármacos que recompõe a estrutura higroscópica da pele, mantendo-a hidratada (COSTA et al, 2004).

2.2 Óleos minerais: benefícios e aplicações

Frequentemente óleos e outras substâncias emolientes vêm sendo adicionados aos veículos cosméticos, pois melhora a espalhabilidade da formulação, o sensorial e podem apresentar algum efeito benéfico para a pele (SOUZA e ANTUNES JR., 2009). Atuam na prevenção de lesões, nos diversos estágios de cicatrização, também podem exercer ação bactericida, entre outros (MORAIS et al, 2008; SILVA e SILVA, 2009).

O *Petrolatum*, comumente chamado de vaselina, é um derivado do petróleo. Foi descoberta pelo químico britânico Robert Augustus Chesebrough que ficou intrigado com um subproduto natural do processo de perfuração do petróleo. Acredita-se que o nome Vaselina venha da combinação da palavra alemã para água *wasser* e da palavra grega para óleo *oleon*. Foi descobrindo-se muitos usos para vaselina como cuidados e hidratação da pele, em bebês para erupção da fralda, alívio da pele seca e rachada em frios extremos e inclusive na Primeira Guerra Mundial (UNILEVER, 2016).

Sua composição, bastante complexa, é uma mistura de hidrocarbonetos, mas contém, em quantidades peculiares, substâncias específicas, possuindo propriedades hidratantes e cicatrizantes e, há estudos que comprovam que a vaselina é mais eficiente em evitar a perda de água do que outros óleos naturais (SOUZA, 2016).

Devido ao seu carácter altamente lipofílico, vaselina é utilizada como ingrediente essencial nas formulações de produtos cosméticos, sendo utilizada com ingrediente principal numa grande variedade de formulações tópicas de pomada e cremes (PARK e SONG, 2010). Estudos *in vivo* mostram que a vaselina possui um maior potencial hidratante para pele seca do que outros ingredientes naturais como o óleo mineral, o óleo de oliva e a lanolina. Muitas formulações emulsionadas foram desenvolvidas, pois sua textura e sensorial podem ser um tanto desagradáveis se aplicadas diretamente sobre a pele. Essas emulsões contêm água e tensoativos, entre outras substâncias, que reduzem o sensorial oleoso proporcionado pela vaselina facilitando também sua remoção na hora da lavagem (SOUZA, 2016).

2.3 Farmácia magistral

A farmácia magistral (também designada farmácia de manipulação) representa um importante segmento do mercado farmacêutico no Brasil, e o farmacêutico desempenha seu papel diante da sociedade e manipulando fórmulas farmacêuticas há muito tempo, conseguindo atender à clientes de uma forma individual, uma vez que cada cliente possui suas necessidades terapêuticas particulares. O Brasil desenvolveu um modelo de farmácia magistral, com muitos anos de experiência e um grau de qualidade e segurança próprios ao segmento (ANDRADE et al, 2005; FIRMINO et al, 2011; CRF, 2012).

As farmácias de manipulação devem seguir a Resolução da Diretoria Colegiada – RDC nº. 67, de 8 de outubro de 2007, que dispõe sobre Boas Práticas de Manipulação de Preparações Magistrais e Oficiniais para Uso Humano em farmácias, seguindo às normas de controle de qualidade para estabelecimentos farmacêuticos, estabelecendo testes de controle microbiológico e físico-químico, para as matérias primas, bases farmacêuticas e produtos acabados, garantindo ao

consumidor um produto de qualidade e isento de contaminações (ANVISA, 2007; FIRMINO et al, 2011).

A Lei 13.021/2014 estabelece que farmácia seja uma unidade de prestação de serviços destinada a dar assistência farmacêutica, assistência à saúde e orientação sanitária, na qual se processe a manipulação e/ou dispensação de medicamentos magistrais, officinais, farmacopeias ou industrializados, cosméticos, insumos farmacêuticos, produtos farmacêuticos e correlatos. No Brasil existem mais de 10 mil farmácias de manipulação registradas no Conselho Federal de Farmácia (JORNAL DO BRASIL, 2016).

Um fator totalmente contrário a uma atividade lucrativa vem chamando a atenção para esse tipo de segmento: a falta de preparo quando o assunto é a manipulação incorreta que coloca as farmácias em xeque e causa danos variados a quem busca na manipulação a particularidade não encontrada nas drogarias. Uma das dicas para reconhecer estabelecimentos confiáveis é verificar se os documentos fornecidos pela ANVISA, pelo CRF (Conselho Regional de Farmácia) e pela vigilância sanitária local estão expostos aos clientes e dentro do prazo de validade (JORNAL DO BRASIL, 2016).

O farmacêutico, é o profissional habilitado a manipular as matérias-primas, a conhecer as formas farmacêuticas e a técnica correta para se conseguir um medicamento desejado, é também o responsável por toda implementação da qualidade e garantia no setor magistral, além de se considerar a importância do nível técnico-científico que os farmacêuticos no setor precisam alcançar, em contínuo desenvolvimento e aperfeiçoamento (ALMEIDA e NASCIMENTO FILHO, 2010; CRF, 2012).

Acredita-se que o maior obstáculo das farmácias com manipulação hoje, seja a falta de credibilidade, junto à suposta falta de um rígido controle de qualidade, tanto das matérias-primas, quanto dos produtos acabados, nas análises de teor e uniformidade (homogeneidade). Esta conquista de credibilidade é fundamental para a estabilidade e consolidação do setor magistral. A farmácia magistral precisa, para se manter variável, melhorar continuamente seus serviços e diminuir, dentro do possível, seus custos de produção (ALMEIDA e NASCIMENTO FILHO, 2010).

2.4 Emulsões cosméticas

As emulsões vêm se destacando como a melhor forma farmacêutica. São muito utilizadas em produtos cosméticos, pois possuem bom aspecto visual, sendo agradáveis ao toque e ao olho humano (CASTRO, 2014). As emulsões são constituídas por uma mistura entre dois líquidos imiscíveis, geralmente consistem na mistura de uma fase aquosa com vários óleos e/ou ceras. Na terminologia das emulsões, a fase dispersa é conhecida como fase interna e o meio dispersante como fase externa, assim, as que têm fase interna oleosa e fase externa aquosa são conhecidas como emulsões óleo em água (O/A), e as que têm fase interna aquosa e fase externa oleosa são conhecidas como emulsões água em óleo (A/O) (LEONARDI, 2008; SILVA e SILVA, 2009).

A nomenclatura tradicional para essa e outras emulsões, inicia-se sempre com a fase dispersa e, elas podem ser do tipo água/óleo (A/O), óleo/água (O/A), micro emulsões ou ainda emulsões múltiplas (BONTORIM, 2009). O emprego da forma emulsão como veículo para preparações de uso tópico deriva do primeiro “cold cream” criado por Galeno, sendo a forma mais antiga de aplicação cosmética, e esse tipo de produto poderia ser usado pelas pessoas independentemente do sexo, pois servia como creme que embelezavam e perfumavam a pele (BARETTA, 2009; BONTORIM, 2009; CASTRO, 2014).

O cold cream é uma emulsão tipo água/óleo (A/O), e quando aplicada forma um filme protetor oleoso, conferindo um efeito refrescante à pele, pois permanece mesmo após a evaporação da água. Em sua formulação possui ceras e óleos que são emulsificados em água com borato de sódio e há aproximadamente 60% de óleo na sua constituição (SILVA e SILVA, 2009).

Uma das classificações dos produtos cosméticos baseia-se em suas funções, que podem ser: higienizar, conservar/proteger, reparar/corrigir e maquilar/enfeitar. Outra classificação dos produtos cosméticos tem por critério sua forma cosmética: creme, leite ou loção cremosa, loção, gel, espuma (mousse), aerossol, suspensão, pó, sérum e emulsão (REBELLO, 2011). O creme possui forma consistente,

emulsionada. Destina-se à limpeza, hidratação ou nutrição, dependendo das substâncias utilizadas em sua formulação. A loção é uma solução que se constitui da mistura de substâncias químicas, podendo ser transparente ou opaca, incolor ou colorida. Seu veículo pode ser constituído de água, álcool/água, água/propilenoglicol e, podem ser denominadas loções tônicas, adstringentes, antissépticas, calmantes, hidratantes entre outros, de acordo com a ação a que se destinam. Já a emulsão é um sistema heterogêneo, é a mistura de dois líquidos imiscíveis: água e óleo. A viscosidade das emulsões pode variar bastante dependendo de seus constituintes, as mais comuns consistem de cremes (semisólidos e unguentos) e loções (mais fluidas) para o cuidado da pele (BONTORIM, 2009; REBELLO, 2011; CASTRO, 2014).

3 METODOLOGIA

3.1 Materiais

Para os desenvolvimentos das diferentes formulações foram utilizados os seguintes materiais: bórax - borato de sódio (Homeofarm); propilparabeno (Delaware); EDTA - ácido etilenodiamino tetra-acético (Nuclear); cera de abelha (Delaware); BHT - hidroxitolueno butilado (Alpha Química); MEG - monoestearato de glicerila (Mapric); Polawax® - álcool cetosteárilico monoestearato de sorbitano polioxietileno (Delaware); Lanette® N - álcool cetosteárilico e cetosteáril sulfato de sódio (Alpha Química); álcool cetílico (Mapric); álcool cetosteárilico (ALZ); vaselina líquida (Delaware) e água destilada.

3.2 Métodos

Para a preparação das emulsões as matérias-primas foram separadas conforme sua hidro ou lipofilia, pois todo tensoativo possui, na mesma molécula, um grupo polar e outro apolar, onde na presença de água e óleo, a porção hidrofílica é atraída pela água enquanto a lipofílica é atraída pelo óleo (LEONARDI, 2008; REBELLO, 2011). Os componentes da fase aquosa (borato de sódio,

propilparabeno, EDTA e água destilada) foram dissolvidos em chapa de aquecimento, à temperatura de 80 °C e os componentes da fase oleosa (cera de abelha, BHT, MEG, Polawax®, Lanette® N, álcool cetílico, álcool cetoestearílico e vaselina líquida) foram fundidos em banho-maria, em uma temperatura de 75 °C. Depois de atingidas as temperaturas da fase aquosa e oleosa, adicionou-se lentamente a fase aquosa sobre a fase oleosa, sob agitação constante de 72 rpm, com misturador mecânico (IKA RW 20n) até o arrefecimento. A agitação mecânica foi feita com uma hélice do tipo âncora. Todas as formulações foram preparadas com base em uma massa final de 1 kg. O desenvolvimento das mesmas foi realizado no Laboratório de Controle de Qualidade do Curso de Farmácia, localizado no Centro Universitário UNIVATES. A Tabela 1 apresenta a identificação e composição das diferentes formulações de cold cream avaliadas.

Tabela 1 – Identificação e composição das diferentes formulações avaliadas

Materiais (%)	Fórmula Padrão	Fórmula A	Fórmula B	Fórmula C	Fórmula D
FASE AQUOSA					
Borato de sódio	1	1	1	1	1
Propilparabeno	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
EDTA	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Água destilada	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp
FASE OLEOSA					
Cera de abelha	15	15	9	-	-
BHT	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
MEG	-	2,5	1,5	-	-
Polawax®	-	-	6	-	-
Lanette® N	-	-	-	12	-
Álcool cetílico	-	-	-	-	5
Álcool cetoestearílico	-	-	-	-	3
Vaselina líquida	50	50	50	50	50

Fonte: Da autora, 2016.

Conforme podemos observar na Tabela 1, os componentes da fase aquosa não serão alterados nas formulações, sendo alterada apenas a quantidade e o tipo de cera da fase oleosa. A Tabela 1 apresenta a quantidade de todos os componentes das formulações onde fica evidente a utilização de 50% de vaselina líquida em todas as formulações.

3.3 Caracterização

3.3.1 Análise de centrifugação

O ensaio de centrifugação das emulsões foi realizado em centrífuga Macro EV:04. As amostras foram submetidas a uma velocidade de 3000 rpm por 30 minutos e temperatura de 25 °C. A análise foi realizada em triplicata após 24 horas da obtenção das formulações (BRASIL, 2004). Esta análise foi realizada no Laboratório de Controle de Qualidade do Curso de Farmácia da UNIVATES.

3.3.2 Análise de viscosidade

Para determinação da viscosidade, utilizou-se um viscosímetro de Brookfield, onde o *spindle* adequado foi o de número 29. Mergulhou-se o fuso verticalmente nas amostras com temperatura estabilizada até a marca da haste do fuso, selecionou-se a rotação de 1,5 rpm e procedeu-se a leitura da viscosidade (BRASIL, 2008). Para determinação da viscosidade em viscosímetro de Brookfield, coloca-se cuidadosamente a amostra no redutor de amostra, de modo que não forme bolhas de ar e que o *spindle* fique mergulhado nela. Deve-se então acoplá-lo no suporte para o redutor de amostra, inserindo-o de baixo para cima e girando-o até que encontre o encaixe do mesmo. Após, girar o *spindle* no sentido anti-horário para que fique fixado no suporte. Esta análise foi realizada no Laboratório de Controle de Qualidade do Curso de Farmácia da UNIVATES.

3.3.3 Determinação do pH

Determinou-se o pH utilizando-se uma solução a 10% (m/v), obtida pela dispersão de 10 g da formulação em água destilada com o auxílio do agitador magnético. Esta solução foi aquecida a uma temperatura de 70 °C, resfriada e então filtrada em algodão (BRASIL, 2008; LANGE, HERBELE e MILÃO, 2009). Esta

análise foi realizada no Laboratório de Controle de Qualidade do Curso de Farmácia da UNIVATES.

3.3.4 Determinação da espalhabilidade

Para determinar a espalhabilidade das amostras, colocou-se uma placa molde circular de vidro (diâmetro de 20 cm e espessura de 0,3 cm), com orifício central de 1,2 cm de diâmetro, sobre uma placa suporte de vidro (20 cm x 20 cm). Posicionou-se sob essa placa uma folha de papel milimetrado e uma fonte luminosa. A amostra foi introduzida no orifício da placa e a superfície nivelada com espátula, após a placa molde, cuidadosamente, foi removida. Sobre a amostra foi colocada uma placa de vidro de peso pré-determinado. Depois de um minuto, foi calculada a superfície abrangida, através da medição do diâmetro em duas posições opostas, com auxílio da escala do papel milimetrado, com posterior cálculo do diâmetro médio. Este procedimento foi repetido acrescentando-se novas placas, em intervalos de um minuto, registrando-se a cada determinação a superfície abrangida pela amostra e o peso da placa adicionada até um número máximo de 19 placas (SPELLMEIER, 2005; LANGE, HERBELE e MILÃO, 2009).

A espalhabilidade foi determinada a 25 °C sendo calculada através da Equação 1:

$$E_i = \frac{d^2 \times \pi}{4} \quad (1)$$

Onde: E_i = espalhabilidade da amostra para peso i (mm^2); d = diâmetro médio (mm). A espalhabilidade máxima foi considerada como o ponto no qual a adição do peso não ocasionou alterações significativas nos valores da espalhabilidade. Esta análise foi realizada no Laboratório de Controle de Qualidade do Curso de Farmácia da UNIVATES.

3.3.5 Microscopia ótica

A microscopia das emulsões foi realizada em Microscópio ótico BW Optics, modelo MPL620-2. A emulsão foi colocada em lâmina coberta com lamínula e

visualizada na lente objetiva com 10 e 60X de aumento. As imagens foram obtidas através de uma câmera digital embutida no microscópio, com finalidade de auxiliar na caracterização das emulsões. Esta análise foi realizada no Tecnovates da UNIVATES.

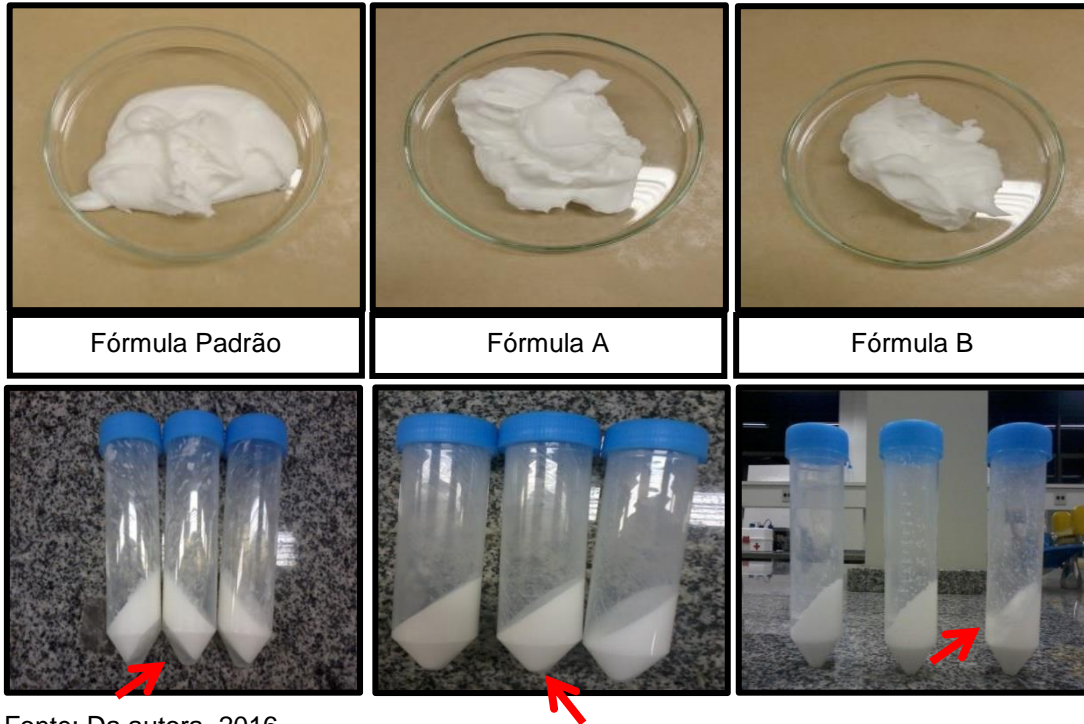
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Teste de centrifugação

A centrifugação foi realizada como análise preliminar, a fim de determinar qualquer sinal de instabilidade indicativa de necessidade de reformulação (BRASIL, 2004). Para Firmino e colaboradores (2011) o teste de centrifugação é utilizado para avaliar a estabilidade física dos cremes, assim, quando submetidos à centrifugação, caso o creme não tenha boa estabilidade, haverá a tendência de separação dos componentes.

A Figura 1 apresenta o aspecto das amostras antes (superior) e após a realização do teste de centrifugação (inferior). Após o teste de centrifugação observou-se que as formulações, padrão, A e B, apresentaram pouca alteração em relação ao seu aspecto original, leve separação das fases água e óleo, o que mostra que nenhuma das amostras avaliadas apresenta-se ideal e estável, como esperado, indicando assim que ainda existem aprimoramentos a serem feitas nas fórmulas. Contudo, pode ser observado na Figura 1 que a formulação padrão e a formulação A apresentaram separação das fases (indicado pela seta). Assim, de acordo com Spellmeier (2005) o teste de centrifugação possui finalidade de acelerar a floculação da fase interna, sendo possível verificar os fenômenos de cremeação, sedimentação ou coalescência. A coalescência pode ser ocasionada pela seleção inadequada dos componentes da formulação, ou ainda, reações químicas como hidrólise, oxído-redução, processos fotoquímicos, entre outras, podem causar a instabilidade.

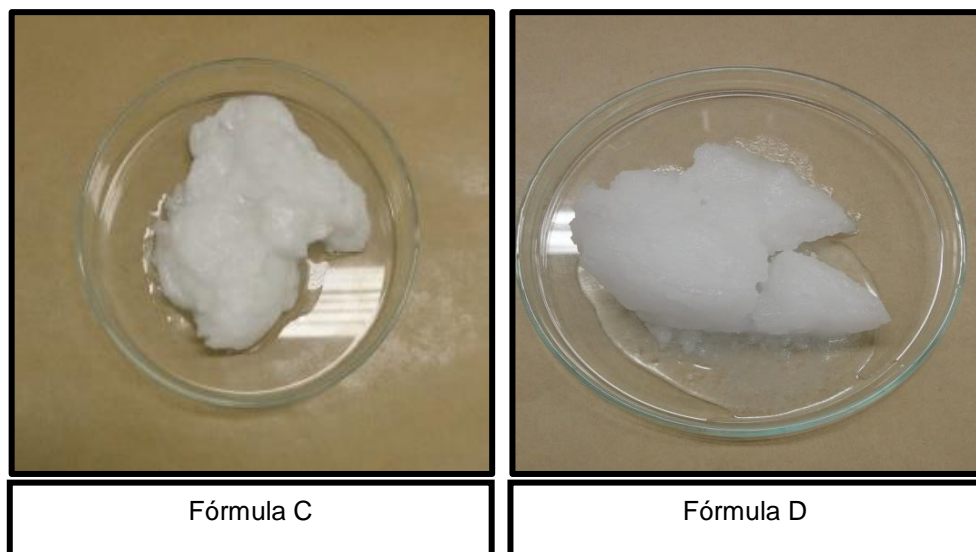
Figura 1 – Aspecto das amostras antes (superior) e após (inferior) a realização do teste de centrifugação



Fonte: Da autora, 2016.

As formulações C e D apresentaram instabilidade e separação das fases antes mesmo do teste, o que as levou à eliminação e as tornou impróprias para serem utilizadas em manipulações dermatológicas. A Figura 2 apresenta o aspecto das formulações C e D.

Figura 2 – Aspecto das formulações C e D



Fonte: Da autora, 2016.

4.2 Análise da viscosidade

Para realização da análise de viscosidade foi realizada uma homogeneização preliminar das formulações em temperatura de 25 °C, para manter um padrão de aspecto das amostras. A Tabela 2 apresenta os resultados obtidos para a análise de viscosidade.

Tabela 2 – Resultados obtidos da análise de viscosidade

Amostra	cP	Torque (%)
Padrão	530000	79,5
A	96660	14,5
B	66000	10
C	89330	13,4
D	3333	0,5

Fonte: Da autora, 2016.

Podemos observar na Tabela 2 as amostras desenvolvidas, os valores de viscosidade (cP – centipoise) e o torque, sendo valores de torque abaixo de 10% ou acima 100% não seguros, devendo o *spindle* ser trocado ou a velocidade ser aumentada caso apareça no visor um torque menor que 10% ou, deve-se trocar o *spindle* ou diminuir a velocidade caso apareça um torque maior que 100%.

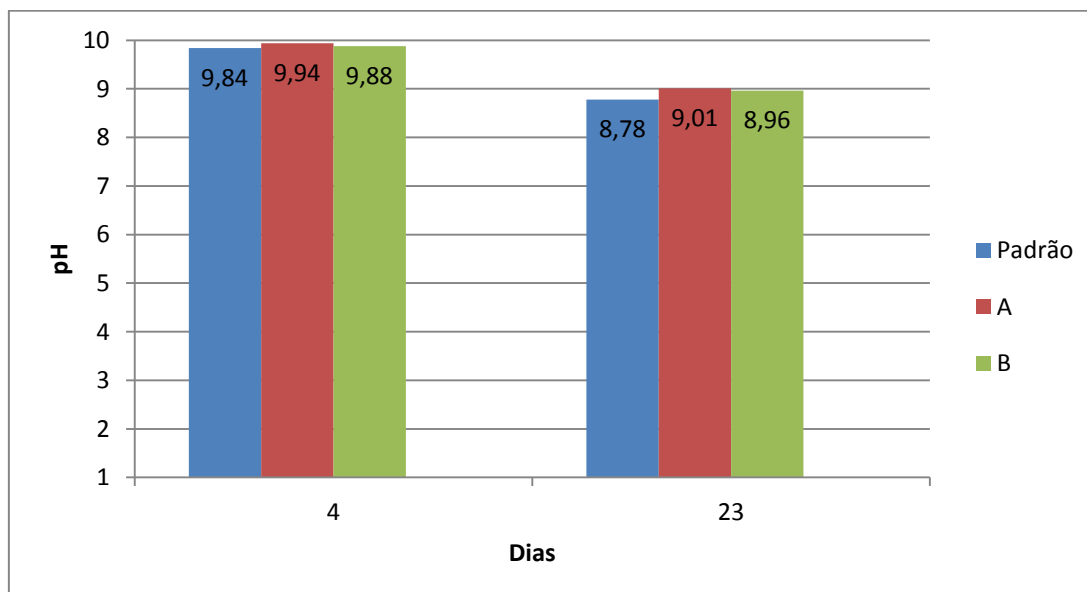
Com relação à viscosidade observa-se que a utilização de diferentes ceras proporcionou uma diminuição da viscosidade, estando diretamente relacionada a cera utilizada. A formulação B apresentou uma diminuição significativa de aproximadamente 464000 cP em relação a formulação padrão, o que pode ser observado com relação ao torque utilizado para as duas análises. A mesma, também utilizou 6% a menos de cera de abelha e acrescentou-se 1,5% de MEG e 6% de Polawax® em relação à formulação padrão. Já a formulação A possui 1% a mais de MEG em relação à formulação B, sendo essa cera considerada por Costa (2010) um espessante, o que pode ser observado nos resultados da análise de viscosidade. Estas duas ceras são utilizadas como emulsionantes, e, segundo

Leonardi (2008) são compostas de dois tipos distintos de ingredientes: tensoativo e material graxo, sendo que a principal função do material graxo esta relacionada em proporcionar viscosidade à emulsão.

4.3 Determinação do pH das formulações

A Figura 3 apresenta os valores de pH obtidos para as formulações após 4 e 23 dias, de preparo das formulações. Observa-se que após 23 dias do preparo das formulações houve uma diminuição do pH das formulações o que pode estar relacionado com oxidação da fase oleosa com formação de cadeias oxiladas, hidrólise de triglicerídeos manifestada pela formação de ácidos graxos livres, processos fotoquímicos, destruição microbiana de componentes da emulsão, eletrólitos e calor ou frio (LEONARDI, 2008; BONTORIM, 2009). Segundo Rebello (2011) a alcalinidade aumenta a permeabilidade cutânea e para produtos de curta permanência sobre a pele, o pH pode ser ligeiramente alcalino (até 8,0), pois as matérias-primas utilizadas atuam bem dentro desse pH. Já os extremos de pH (abaixo de 3,0 ou acima de 8,0) podem causar ressecamento da pele devido à desestruturação da queratina ou remoção excessiva do sebo.

Figura 3 – Avaliação do pH das formulações em 4 e 23 dias do preparo



Fonte: Da autora, 2016.

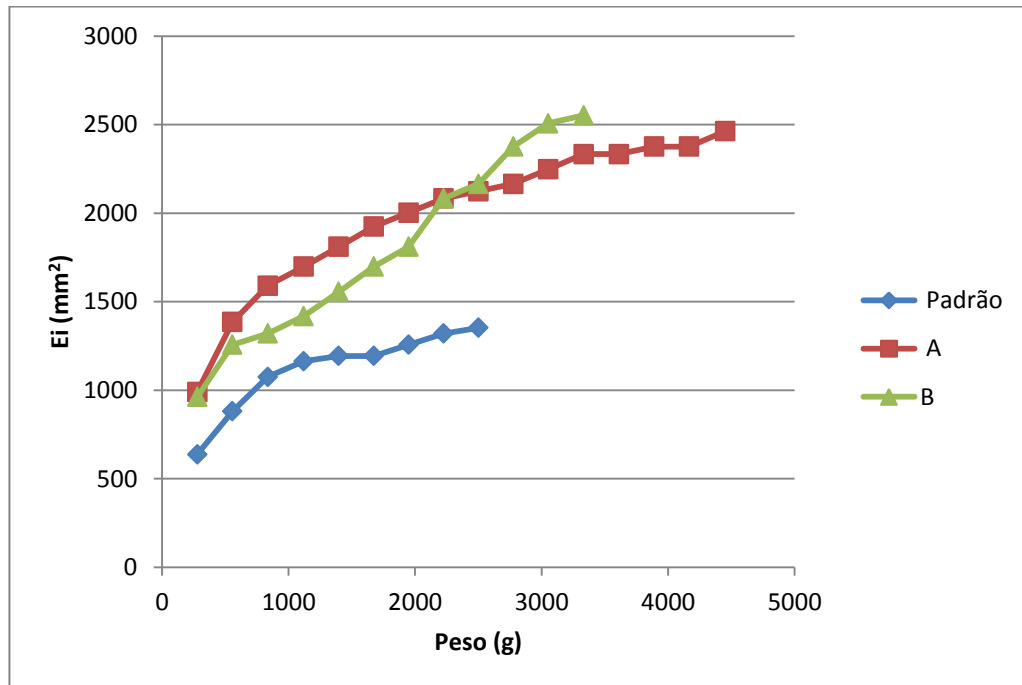
Observa-se na Figura 3 que os valores obtidos estão acima em relação ao pH neutro, que é determinado como sendo 7,0 e em relação ao pH fisiológico da pele que varia de 4,5 a 6,0. No controle do produto acabado a avaliação do pH reflete a sua estabilidade, pois é indicativo da reação química em andamento. Ésteres podem sofrer hidrólise originando ácidos graxos livres e, a estabilidade dos ingredientes da formulação, eficácia e segurança do produto podem ser relacionados ao valor de pH (BRASIL, 2004; SPELLMEIER, 2005). Embora a maioria dos cremes ou emulsões sejam à base de estearatos, o seu pH não deve ultrapassar 7,5 tendo um pH neutro ou ligeiramente ácido como o pH cutâneo (BARATA, 2003; GOMES e DAMAZIO, 2009).

De acordo com dados da literatura, para emulsões aniônicas e não-iônicas, os valores de pH foram observados abaixo de 7,0 (SPELLMEIER, 2005; LANGE, HERBELE e MILÃO, 2009) o que indica que há necessidade de correção de pH do presente trabalho. Assim, verifica-se a importância de repetir as formulações e realizar as correções, pois de acordo com Firmino e colaboradores (2011) o pH é fundamental para a estabilidade de ativos, principalmente os contidos em bases farmacêuticas.

4.4 Avaliação da espalhabilidade

A Figura 4 apresenta a análise de avaliação da espalhabilidade das formulações com relação aos diferentes pesos adicionados. Pela análise da espalhabilidade, foi possível observar que existe diferença significativa entre as formulações padrão, A e B.

Figura 4 – Avaliação da e espalhabilidade das formulações em relação ao peso adicionado



Fonte: Da autora, 2016.

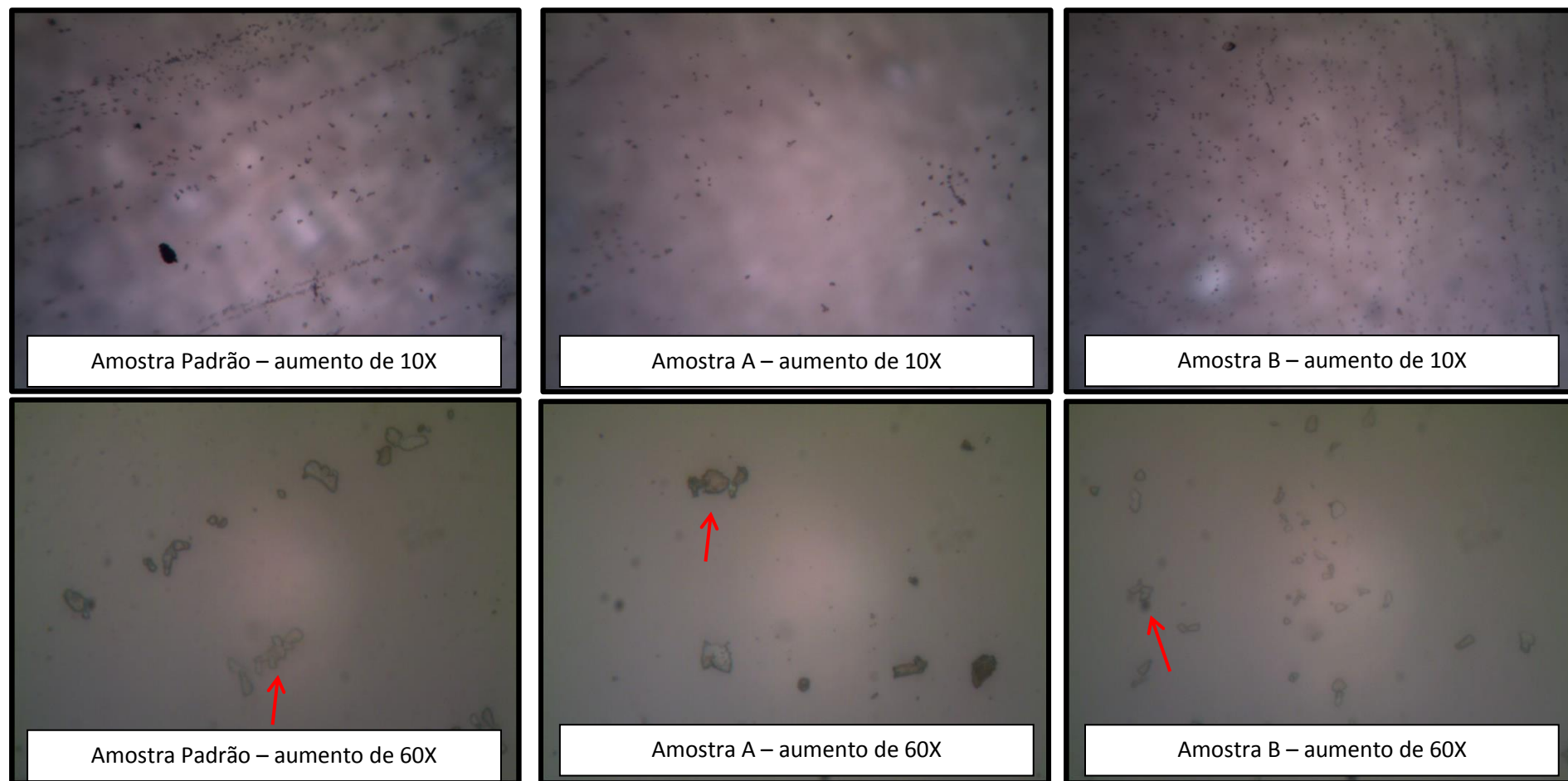
Observa-se que há uma diferença considerável entre as três amostras, onde as amostras A e B apresentam um aumento de aproximadamente 60% na espalhabilidade em relação à padrão, onde o peso máximo utilizado foi de 2501,31g. A amostra padrão é a que possui menor espalhabilidade o que corrobora com a análise de viscosidade e este resultado é positivo, pois verifica-se que o melhoramento da formulação proporciona uma melhora na espalhabilidade do cold cream, por meio da substituição da cera de abelha. Já entre as amostras A e B a diferença é pouca, mas a amostra A ainda possui uma melhor espalhabilidade, alcançando o máximo de espalhabilidade após esforço-limite de 4452,43g, apesar de a amostra B conter 6% de cera polawax® possuindo um grande teor lipídico (BITTENCOURT, 2008). O que pode ser explicado pelo fato da amostra A ter 2,5% de cera MEG em sua formulação, com relação a padrão, pois este é indicado para peles secas e massagem corporal por proporcionar boa espalhabilidade sobre a pele e, por apresentar facilidade de manuseio, é o mais simples dos compostos não-iônicos e o mais largamente empregado tanto em emulsões do tipo O/A como A/O, para uso interno ou externo.

O teste de espalhabilidade faculta determinar a capacidade que uma formulação apresenta de se espalhar quando for submetida a uma determinada força, procurando reproduzir as condições de esforço necessárias para aplicação na pele (SPELLMEIER, 2005). Os valores obtidos no teste de espalhabilidade estão abaixo dos encontrados na literatura por Spellmeier (2005) que obteve valores de aproximadamente 1600 mm² até 5000 mm² e por Lange, Herbele e Milão (2009), que obtiveram valores de 1500 mm² até 4500 mm² tanto para emulsões aniônicas como para não-iônicas, apesar de ter uma carga oleosa muito mais elevada por ser destinado à pele seca.

4.5 Microscopia ótica

A Figura 5 apresenta o aspecto das amostras através da análise de microscopia ótica. Em uma emulsão derivada da mistura de duas fases (água e óleo) é imprescindível verificar o tamanho, o formato e a distribuição dos glóbulos dispersos em uma emulsão, pois, estes influenciam diretamente na sua estabilidade. Para Costa e colaboradores (2004) uma emulsão estável é obtida com a proporção adequada dos tensoativos e correto processo de emulsificação. A partir destas imagens, é possível observar que as emulsões apresentam glóbulos pequenos e uniformemente distribuídos. As amostras apresentam pequenos pontos de coalescência (destacado no aumento de 60X) o que indica uma formulação mais estável principalmente devido à incorporação de 50% de vaselina líquida.

Figura 5 – Análise por microscopia ótica das diferentes emulsões



Fonte: Da autora, 2016

5 CONCLUSÃO

Por meio dos resultados obtidos observou-se que é possível manipular uma emulsão cosmética cold cream com outros tipos de ceras e não somente com cera de abelha e ainda obter uma emulsão estável e que atenda aos padrões exigidos pela legislação vigente. Estas formulações necessitam de modificações, principalmente com relação ao pH para poder ser utilizada nas farmácias de manipulação.

A realização deste estudo pode tornar mais econômica a manipulação de formulações em farmácias magistrais, pois muitas utilizam em suas fórmulas o cold cream comercial ao invés do manipulado, devido à sua instabilidade. Contudo, fica evidente a necessidade de mais estudos e de melhoramento das formulações utilizadas, seja por questões de custo ou de estabilidade.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, Maria L C.; NASCIMENTO FILHO, Armando, P. Análise das cápsulas manipuladas segundo a RDC 67/2007 da ANVISA/MS para a garantia da qualidade. **Revista Brasileira de Farmácia**, p. 1-7, 2010.
- ANDRADE, Flávia R O. et al. Análises microbiológicas de matérias primas e formulações farmacêuticas magistrais. **Revista Eletrônica de Farmácia**, Goiânia, v. 2, p. 1-7, nov. 2005.
- ANVISA. Ministério da Saúde. **Resolução – RDC nº 67, de 08 de outubro de 2007**. Dispõe sobre Boas Práticas de Manipulação de Preparações Magistrais e Oficinas para Uso Humano em farmácias. ANVISA. 2007.
- BARATA, Eduardo A F. **A cosmetologia – Princípios básicos**. 3. ed. São Paulo: Tecnopress, 2003.
- BARETTA, Jocyane R. Beleza, vaidade e estética por meio da cultura material na Porto Alegre oitocentista. **Métis: história e cultura**, Porto Alegre, v. 8, n. 16, p. 157-185, dez 2009.
- BITTENCOURT, Felipe O. **Desenvolvimento e avaliação da atividade antimicrobiana contra *Candida albicans* de formulações semi-sólidas contendo própolis vermelha**. 2008. 74 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Saúde e Ambiente, Universidade Tiradentes, Aracaju, 2008.
- BONTORIM, Gisela. **Estudo de estabilidade de emulsão cosmética utilizando reologia e técnicas convencionais de análise**. 2009. 74 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Química, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de controle de qualidade de produtos cosméticos**. 2. ed. 120 p. Brasília, 2008.
- BRASIL, Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de estabilidade de produtos cosméticos**. 1. ed. v. 1, 52 p. Brasília, 2004.

CASTRO, Rafaella M L de. **Emulsão: uma revisão bibliográfica**. 2014. 59 f. Monografia (Graduação) – Curso de Farmácia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 02 dez. 2014.

COSTA, C K. et al. **Um estudo da pele seca: produtos emulsionados para seu tratamento e busca de sensorial agradável para o uso contínuo**. v. 5, n. 2, p. 69-78, Curitiba, dez. 2004.

COSTA, Priscilla H G S. **Síntese de monoestearato de glicerila para uso cosmético: comparação entre as vias química e enzimática**. 2010. 233 f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

CRF. **Atualidades, evolução e inovação na Farmácia Magistral**. 2012. Disponível em: <<http://www.crf-pr.org.br/site/noticia/visualizar/id/3784/Atualidades-evolucao-e-inovacao-na-Farmacia-Magistral>>. Acesso em 04 dez. 2016.

CUNHA, António P da. et al. **Plantas e produtos vegetais em cosmética e dermatologia**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 2004.

FIRMINO, Clara R. et al. Avaliação da qualidade de bases farmacêuticas manipuladas no município de Jundiaí – SP. **Revista Multidisciplinar da Saúde**, ano 3, n. 05, p. 2-14, São Paulo, 2011.

GOMES, Rosaline K.; DAMAZIO, Marlene G. **Cosmetologia: descomplicando os princípios ativos**. 3. ed. São Paulo: Livraria Médica Paulista Editora, 2009.

JORNAL DO BRASIL. **Farmácia de manipulação: uma questão de segurança**. 2015. Disponível em: <<http://www.jb.com.br/ciencia-e-tecnologia/noticias/2015/08/11/farmacia-de-manipulacao-uma-questao-de-seguranca/>>. Acesso em: 03 set. 2016.

LANGE, Marcela K.; HERBELE, Graziela.; MILÃO, Denise. Avaliação da estabilidade e atividade antioxidante de uma emulsão base não-iônica contendo resveratrol. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**. v. 45, n. 1, 2009.

LEONARDI, Gislaire R. **Cosmetologia aplicada**. 2. ed. São Paulo: Santa Isabel, 2008.

MORAIS, Gilsane G. et al. Attainment of O/W emulsion containing liquid Crystal from Anatto Oil (*Bixa orellana*), Coffee Oil, and Tea Tree Oil (*Melaleuca alternifolia*) as Oily phase using HLB system and ternary phase diagram. **Journal of Dispersion Science and Technology**, Ribeirão Preto, São Paulo, Ouro Preto, Brasil, 2008.

PARK, Eun-Kyoung; SONG, Ki-Won. Rheological evaluation of petroleum jelly as a base material in ointment and cream formulations with respect to rubbing onto the human body. **Korea-Australia Rheology Journal**, v. 22, n. 4, p. 279-289, 2010.

RASCHE, W D. **Formulação e análise de gel-creme hidratante facial**. Artigo (Curso Técnico) – Curso Técnico em Química, Centro Universitário UNIVATES, Lajeado, nov. 2014.

REBELLO, Tereza. **Guia de produtos cosméticos**. 9. ed. rev. e ampl. São Paulo: Senac, 2011.

RIBEIRO, Cláudio J. **Cosmetologia aplicada a dermoestética**. 2. ed. São Paulo: Pharmabooks, 2010.

SILVA, Priscilla M da.; SILVA, Marcolina A E da. Índice de saponificação de óleo vegetal constituinte de uma emulsão. **12º Congresso de iniciação científica: 6ª mostra de pesquisa da Pós-Graduação**. São Paulo, p. 952-955, 2009.

SOUZA, Ivan. **O uso do petrolato e de outros derivados de petróleo nos cabelos**. 2016. Disponível em: <<http://www.cosmeticaemfoco.com.br/2016/04/o-uso-do-petrolato-e-de-outros-derivados-de-petroleo-nos-cabelos.html>>. Acesso em: 03 set. 2016.

SOUZA, Valéria M de.; ANTUNES JR., Daniel. **Ativos dermatológicos**: guia de ativos dermatológicos utilizados na farmácia de manipulação para médicos e farmacêuticos. rev. e ampl. v. 1 a 4. São Paulo: Pharmabooks, 2009.

SPELLMEIER, Fernanda. **Estudo comparativo entre dois métodos de produção de bases emulsionadas através da estabilidade acelerada**. 2005. 98 f. Monografia (Graduação) – Curso de Farmácia, Centro Universitário UNIVATES, Lajeado, nov. 2005.

UNILEVER. **The Vaseline® story**. 2016. Disponível em: <<http://www.vaseline.us/article/vaseline-history.html>>. Acesso em 02 nov. 2016.