

## PROTOCOLO PARA ENSAIOS DE ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE FITOCOSMÉTICOS

Raphael Marques Ferreira<sup>1</sup>; Ricardo Antonio Zatti<sup>2</sup>.

**Resumo:** *O uso de ativos da biodiversidade brasileira levou ao desenvolvimento de inúmeros produtos nas mais diferentes formas cosméticas. Todavia, o uso de ativos naturais dificulta a padronização de protocolos experimentais para atestar a estabilidade dessas preparações cosméticas. Com a crescente demanda por produtos cosméticos estáveis, seguros e eficazes, tem-se exigido da comunidade científica estudos cada vez mais complexos e utilização de técnicas eficientes para a determinação da estabilidade desses. Embora no Brasil não exista um protocolo que padronize os ensaios a serem realizados para a determinação da estabilidade de fitocosméticos, vários estudos foram realizados nos meios acadêmicos para a determinação da estabilidade de matérias-primas específicas.*

**Palavras-chave:** *estabilidade físico-química; fitocosméticos.*

### Introdução

Define-se Fitocosmético todo aquele produto que contenha ativo natural, de origem vegetal, seja um extrato, óleo ou óleo essencial, cuja ação define a atividade do mesmo. Esse tipo de cosmético precisa passar por várias etapas de pesquisa: proposição, criação e desenvolvimento, incluindo os testes de estabilidade, para assegurar a atividade durante toda a vida útil (ISAAC, 2008).

As formulações fitocosméticas utilizam, na maioria das vezes, a incorporação de ativos naturais na forma de extratos, o que confere maior dificuldade na realização de ensaios de estabilidade e doseamento. Extratos são preparações concentradas, de consistência líquida, sólida ou intermediária, obtidos a partir de matéria vegetal ou animal (Farmacopéia Brasileira, 2001),

---

<sup>1</sup>Graduando em Farmácia – FACISA/UNIVIÇOSA. Email: phaelmarques0511@yahoo.com.br

<sup>2</sup>Gestor do curso de Farmácia – FACISA/UNIVIÇOSA. Email: zatti@univicoso.com.br

usando como solvente etanol, água ou uma mistura entre eles, ou ainda, outro líquido extrator que seja apropriado ao uso (SCHULZ et al., 2002). O estudo de estabilidade fornece indicações sobre o comportamento do produto, em determinado intervalo de tempo, frente a condições ambientais a que possa ser submetido, desde a fabricação até o término da validade (BRASIL, 2004).

Para o teste de estabilidade, as condições de armazenagem mais comuns são: temperatura (elevada, do ambiente e baixa), exposição à luz e ciclos de congelamento e descongelamento (ISAAC, 2008).

Neste trabalho de revisão, os ensaios de estabilidade propostos estão descritos de maneira geral e devem ser empregados adequadamente ao estudo da estabilidade de cada forma cosmética.

### **Objetivo**

Realizar um levantamento bibliográfico e definir um protocolo para a realização de testes físico-químicos de estabilidade de fitocosméticos.

### **Metodologia**

Após uma revisão detalhada dos ensaios físico-químicos aplicados na avaliação da estabilidade de cosméticos, foram compilados e adaptados os testes para avaliação em preparações fitocosméticas. Os ensaios necessários para estudos de estabilidade desses cosméticos são apresentados a seguir.

### **Estabilidade Preliminar**

O teste de estabilidade preliminar consiste em submeter a amostra a condições extremas de temperatura e realizar os ensaios em relação aos vários parâmetros de acordo com a forma cosmética estudada. Esse teste tem duração de 15 dias, sendo a primeira avaliação realizada no tempo  $(t_1)$ , que corresponde a 24 horas após a manipulação. As outras avaliações devem ser realizadas diariamente. Alguns dos parâmetros analisados para cada amostra são: aspecto, cor, odor, pH, viscosidade, densidade, condutividade elétrica e

devem ser apresentados como a média aritméticas dos valores obtidos dos testes realizados em triplicata (ISAAC, 2008).

### **Estabilidade Acelerada**

Esse teste tem como objetivo fornecer dados para prever a estabilidade do produto, tempo de vida útil e compatibilidade da formulação com o material de acondicionamento (BRASIL, 2004). As amostras devem ser acondicionadas em frascos de vidro neutro ou na embalagem final, o que pode antecipar a avaliação de compatibilidade entre a formulação e a embalagem. O teste de estabilidade acelerada tem duração de 90 dias, embora possa ser estimado para seis meses ou um ano, em função das características do produto analisado (BRASIL, 2004). As amostras devem ser submetidas a aquecimento em estufas, resfriamento em resfriadores, exposição à radiação luminosa e ao ambiente, com controle da temperatura e analisadas em relação aos vários parâmetros, de acordo com a forma cosmética estudada (ISAAC, 2008).

### **Teste de Prateleira**

A amostra acondicionada em embalagem apropriada e mantida à temperatura ambiente deve ser analisada periodicamente, até o término do prazo de validade, em relação aos vários parâmetros de acordo com a forma cosmética estudada (ISAAC, 2008).

### **Centrifugação**

Em um tubo de ensaio para centrífuga cônico, graduado de 10 g de capacidade, devem ser pesados em balança semianalítica cerca de 5g da amostra a ser analisada, os quais devem ser submetidos a rotações crescentes de 980, 1800 e 3000 rpm, em centrífuga, durante quinze minutos e em cada rotação à temperatura ambiente (IDSON, 1988; 1993a; 1993b; RIEGER, 1996). A não separação de fases não assegura sua estabilidade, pois somente indica que o produto pode ser submetido sem necessidade de reformulação aos testes de estabilidade (ISAAC, 2008).

## Estresse Térmico

Em embalagem adequada, semelhante àquela a ser usada para a comercialização do produto cosmético, 10g da amostra devem ser submetidos a condições extremas de temperatura, como 5°C e 45°C, para detecção de sinais de instabilidade a mudanças de temperaturas e sob manutenção de temperaturas baixas e elevadas por um determinado intervalo de tempo. A não ocorrência de separação de fases deve ser indicativa de estabilidade do produto ensaiado (ISAAC, 2008).

### *Ciclos de Congelamento e Descongelo*

Em embalagem adequada, semelhante àquela a ser usada para comercialização do produto cosmético, cerca de 10 g da amostra devem ser submetidos a condições extremas de temperaturas, nos chamados ciclos, sendo considerada para efeito de estudo de estabilidade preliminar a realização de pelo menos seis ciclos. Os ciclos de congelamento e descongelamento alteram 24 horas em temperaturas elevadas e 24 horas em temperaturas baixas (ISAAC, 2008).

### *Aspecto, Cor, Odor, pH*

A amostra deve ser analisada em relação ao padrão a fim de avaliar as características macroscópicas para a verificação de sinais de instabilidade; a não ocorrência de separação de fases é indicativo de estabilidade da amostra. Ela pode ser descrita como normal, sem alteração; levemente separada, precipitada, turva; separada, precipitada, turva (ISAAC; 2008).

A colorimetria deve ser realizada pela comparação visual sob condições de luz branca e espectrofotométrica pela análise na região espectral do visível, da cor da amostra com a cor do padrão, armazenado nas mesmas condições de embalagem que a amostra. Cerca de 1,5 g da amostra ensaiada diluídos em água destilada, na proporção de 1:1 (p/p) devem ser submetidos à colorimetria espectrofotométrica pela análise da varredura, na região do visível, e em comparação com a varredura padrão. A amostra pode ser classificada em relação à cor como: normal, sem alterações; levemente modificada; modificada; intensamente modificada (Isaac, 2008).

O odor da amostra ensaiada deve ser comparado ao odor do padrão diretamente através do olfato, classificando igualmente como o de cor (ISAAC, 2008).

A determinação de pH deve ser realizada em uma dispersão aquosa a 10% (p/p) da amostra ensaiada em água recém destilada, usando-se peagâmetro digital, e avaliando-se a diferença de potencial entre dois eletrodos imersosna amostra em estudo (Brasil, 2004). O eletrodo deve ser inserido diretamente na dispersão aquosa (DAVIS & BORBAGE, 1997; ISAAC, 1998a; FARMACOPÉIA BRASILEIRA, 2001) e valores mantidos entre 5,5 e 6,5 compatíveis com o pH cutâneo devem ser mantidos como critério (ISAAC, 2008).

#### *Densidade*

A determinação da densidade específica deve ser realizada em picnômetro, acoplado com termômetro, previamente pesado vazio para a determinação da massa. A amostra deve ser inserida no picnômetro e a temperatura deve ser ajustada para 20°C, pesando-se então o picnômetro. A diferença da massa do picnômetro vazio em relação à ao aparelho cheio é a massa da amostra. A relação entre a massa da amostra e a massa da água, ambas a 20°C, representa a densidade específica da amostra ensaiada (FARMACOPÉIA BRASILEIRA, 2001).

#### *Viscosidade*

A viscosidade depende das características físico-químicas e das condições de temperatura do material, (BRASIL, 2007). Essa, pode ser determinada em viscosímetro rotativo coaxial, acoplado a banho termostatizado e a computador para uso de software específico para o equipamento, que tem como princípio a velocidade de rotação de eixos metálicos imersos no material ensaiado, e consiste na medição do torque requerido para rodar o sensor imerso da amostra. Podem ser traçadas curvas ascendentes e descendentes, a fim de serem classificados os materiais como aqueles que apresentam ou não viscosidade constante sob qualquer condição (ISAAC, 2008).

#### *Espalhabilidade*

A determinação da espalhabilidade da amostra deve ser realizada a partir

da leitura dos diâmetros abrangidos pela amostra em um sistema formado por uma placa molde circular de vidro, com orifício central, sobre uma placa de suporte de vidro posicionada sobre uma escala milimetrada, (ISAAC, 1998a; KNORST & BORBAGE, 2006). A espalhabilidade pode ser determinada quando cerca de 4mg de cada amostra de fotoprotetores, por exemplo, forem aplicados no lado interno do antebraço e espalhados por um período de 10 minutos sobre a pele. Devem ser mantidos em condições ambientais propícias, tais como temperatura de 23°C e umidade relativa do ar de 60%, (ISAAC, 2008). Esse ensaio pode ser executado com 15 voluntários, sendo efetuadas quatro medições por pessoa (ISAAC, 1998a; FRANCISCO et al., 2001; PEREIRA et al., 2001).

### **Discussão**

O estudo de estabilidade contribui para orientar o desenvolvimento da formulação e do material de acondicionamento; fornecer subsídios para aperfeiçoamento das formulações; estimar o prazo de validade e fornecer informações para a sua confirmação; e auxiliar no monitoramento da estabilidade organoléptica, físico-química e microbiológica, produzindo informações sobre a confiabilidade e segurança dos produtos (ISAAC, 2008).

O aspecto de um fitocosmético em relação à homogeneidade e coloração do produto é importante, do ponto de vista comercial, uma vez que pode influenciar a compra por parte do consumidor que não se sente atraído pela aparência do produto (ISAAC, 2008).

Nas últimas décadas, a indústria cosmética tem lançado produtos contendo ingredientes naturais, mas as definições ainda são ambíguas ou incertas. Uma corrente define natural como a substância que vem de uma fonte vegetal renovável e que não seja derivada nem de outra forma quimicamente modificada ou alterada (OLIVEIRA & BLOISE, 1995).

A partir do lançamento de uma linha muito variada de produtos cosméticos por uma grande empresa brasileira do setor, que usou ativos da biodiversidade brasileira, a Amazônia passou a ser o centro das atenções das empresas fornecedoras de matéria primas para a produção de cosméticos, no Brasil e no mundo (ISAAC, 2008).

Algumas pesquisas demonstraram que óleo essencial apresenta uma melhor atividade terapêutica em relação às substâncias isoladas que apresentam sua composição principal, como por exemplo: o óleo essencial *Eucaliptus globulus*, que tem atividade antisséptica maior do que o seu principal constituinte ativo isolado, o cineol ou eucaliptol. Um óleo essencial possui uma composição complexa, sendo, algumas vezes, de centenas de diferentes compostos químicos, os quais apresentam ação sinérgica ou complementar entre si, aumentando sua atividade (SIMÕES et al., 2000).

### Conclusões

Neste trabalho foi discutida a crescente demanda por fitocosméticos no mercado nacional e internacional de cosméticos, bem como a descrição de testes e parâmetros que podem ser utilizados nos estudos de estabilidades desses produtos. Tais testes podem ser aplicados a procedimentos de indústrias cosméticas e farmácias de manipulação, e são úteis no desenvolvimento farmacotécnicos dessas formulações, uma vez que no Brasil não existe literatura e legislação que defina testes para fitocosméticos.

### Referências Bibliográficas

BRASIL. **Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA)**. Gerência Geral de cosméticos. Guia de estabilidade de produtos cosméticos. Brasília, 2004.

**Farmacopéia Brasileira**. 4.ed. São Paulo: Atheneu; 2001, 146 pags.

ISAAC, V.L.B. **Protocolo para ensaios físico-químicos de estabilidade de fitocosméticos**. Revista de Ciências Farmacêuticas Básicas e Aplicadas. São Paulo, v. 29, n.1, p.81-96, 2008.

OLIVEIRA LC, BLOISE MI. **Extratos e óleos naturais vegetais funcionais**. Cosmet Toilet, v. 7, n. 2, p. 30-37, 1995.

SIMÕES CMO, SCHENKEL EP, GOSMANN.G, MELLO JCP, MENTZ LAA, PETROVICK PR. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 5.ed. Florianópolis: UFSC, 2000.

