



UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO

Graduação em Farmácia



Thamires Mariane de Oliveira

**DESENVOLVIMENTO DE EMULSÃO COSMÉTICA CONTENDO ÓLEO
VEGETAL EXTRAÍDO DA *Euterpe oleracea* – AÇAÍ**

Ouro Preto

2018

Thamires Mariane de Oliveira

**DESENVOLVIMENTO DE EMULSÃO COSMÉTICA CONTENDO ÓLEO
VEGETAL EXTRAÍDO DA *Euterpe oleracea* – AÇAÍ**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Escola de Farmácia da Universidade Federal de
Ouro Preto como requisito parcial para obtenção
do título de Bacharel em Farmácia.

Orientadora: Profa. Dra. Gisele Rodrigues da
Silva

Área de concentração: Farmacotécnica

Ouro Preto

2018

O481d Oliveira, Thamires Mariane de.
Desenvolvimento de emulsão cosmética contendo óleo vegetal extraído da Euterpe Oleracea - açai. [manuscrito] / Thamires Mariane de Oliveira. - 2018.

49f.: il.: color; tabs.

Orientador: Prof. Dr. Gisele Rodrigues da Silva.

Monografia (Graduação). Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Farmácia. Departamento de Farmácia.

1. Cosméticos. 2. Emulsões. 3. Açai. I. Silva, Gisele Rodrigues da. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU: 687.55

Catálogo: ficha@sisbin.ufop.br



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP
Escola de Farmácia

TERMO DE APROVAÇÃO

DESENVOLVIMENTO DE EMULSÃO COSMÉTICA CONTENDO ÓLEO VEGETAL EXTRAÍDO DO AÇAÍ - *Euterpe oleracea*

Trabalho de conclusão de Curso defendido por **THAMIRES MARIANE DE OLIVEIRA**, matrícula 12.2.2190 em 03 de julho de 2018, e aprovado pela comissão examinadora:

Gisele Rodrigues da Silva
Gisele Rodrigues da Silva
Orientadora, DEFAR-EF-UFOP

Juliana Cristina dos Santos Almeida Bastos
Prof^ª MSc. Juliana Cristina dos Santos Almeida Bastos
FASAR

Fernanda Barçante Perasoli
MSc. Fernanda Barçante Perasoli
CIPHARMA - UFOP

Agradeço a Deus, por nunca me deixar desistir. À minha família, meus amigos da Farmácia, amigos de Ouro Preto e Mariana e à minha orientadora Gisele, muito obrigada pelo incentivo. Não há profissional capaz de seguir sozinho e foram vocês que me deram força para chegar até aqui, vocês são fonte de inspiração.

Resumo

Emulsões cosméticas são utilizadas em aplicações de cuidados com a pele, devido à isso é importante conhecer a estabilidade destes produtos a fim de garantir sua eficácia e características físico-químicas. O estudo de estabilidade fornece informações acerca do comportamento do produto em um determinado período de tempo, sob condições em que este poderia ser exposto no mercado. O objetivo deste trabalho foi desenvolver emulsões O/A contendo diferentes concentrações de óleo vegetal de açaí e avaliar a estabilidade destas formulações por meio da análise de suas características físico-químicas durante um período de 30 dias. Nove emulsões foram submetidas aos testes de centrifugação, estresse térmico e análise do pH. As amostras foram avaliadas no 1º, 7º, 15º e 30º dia após preparação. Das nove formulações preparadas, duas apresentaram instabilidade após realização do teste de centrifugação. As sete formulações restantes, que mantiveram homogeneidade após o teste de centrifugação, foram submetidas ao estresse térmico, em que apenas quatro destas mantiveram suas características iniciais e foram consideradas estáveis ao final do estudo. Acredita-se que a estabilidade destas formulações é advinda da preparação de emulsões com menor concentração do óleo vegetal de açaí, visto que a instabilidade observada em três das nove formulações foi a separação da fase oleosa do sistema, em que o óleo de açaí estava incorporado.

Palavras-chave: emulsão cosmética, óleo de açaí, estabilidade.

Abstract

Cosmetic emulsions are used in skin care applications, because of this it is important to know the stability of these products in order to ensure their efficacy and physico-chemical characteristics. The Stability study provides information about the behavior of the product in a certain period of time, under conditions in which it could be exposed on the market. The aim of this work was to develop the emulsions containing different concentrations of acai berry oil and to evaluate the stability of these formulations by analyzing their physico-chemical characteristics for a period of 30 days. Nine emulsions were subjected to centrifugation tests, thermal stress and pH analysis. The samples were evaluated on the 1st, 7th, 15th and 30th day after preparation. Of the nine formulations, two presented instability after the centrifugation test was carried out. The seven remaining formulations, which maintained homogeneity after the centrifugation test, were subjected to thermal stress, in which only four of these maintained their initial characteristics and were considered stable at the end of the study. It is believed that the stability of these formulations is coming from the preparation of emulsions with lower concentration of the acai berry oil, since the instability observed in three of the nine formulations was the separation of the oily phase of the system, in which the Acai oil It was embedded.

Key words: Cosmetic emulsion, acai oil, stability.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Antocianinas detectadas no açaí (<i>Euterpe oleracea</i>)	18
Figura 2 - Compostos fenólicos detectados no açaí (<i>Euterpe oleracea</i>)	19
Figura 3 - Camadas da pele	21
Figura 4 - Estrutura das emulsões quando estas possuem a fase oleosa ou fase aquosa como fase interna	25
Figura 5 - Fenômenos de instabilidade de uma emulsão	26
Figura 6 - Fenômenos de instabilidade observados após o teste de centrifugação ..	38
Figura 7 - Separação de fases das formulações observadas nas formulações submetidas a condições de altas temperaturas quando comparadas às formulações-padrão armazenadas em baixas temperaturas	39
Figura 8 - Comparação das amostras armazenadas em estufa com as formulações-padrão armazenadas em geladeira das formulações contendo baixa concentração do óleo de açaí.....	41

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Formulações preparadas a partir do estudo de pré-formulação onde foram determinadas as quantidades e componentes inseridos nas fases da emulsão	30
Tabela 2 – Características organolépticas apresentadas pelas formulações submetidas a diferentes condições de temperatura nos diferentes tempos decorridos do estudo de estabilidade	40
Tabela 3 – Valores de pH apresentado pelas formulações submetidas a diferentes condições de temperatura nos diferentes tempos decorridos do estudo de estabilidade	42

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVOS	15
2.1 Objetivo Geral	15
2.2 Objetivos Específicos	15
3 REVISÃO DA LITERATURA	16
3.1 O Açaí	16
3.1.1 Composição fitoquímica do Açaí	17
3.1.2 Propriedades farmacológicas do Açaí	19
3.2 Pele	20
3.2.1 Envelhecimento cutâneo	22
3.3 Desenvolvimento de formulações cosméticas	23
3.3.1 Emulsões	24
3.3.2 Estabilidade dos cosméticos	27
4 METODOLOGIA	29
4.1 Formulações	29
4.1.1 Preparo das formulações:	29
4.2 Teste de Estabilidade da Emulsão	29
4.2.1 Teste de Centrifugação	29
4.2.2 Estresse térmico	30
4.2.3 Avaliação das características organolépticas	31
4.2.4 Determinação do pH	31
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	32
5.1 Estudos de pré-formulação	32
5.2 Análise macroscópica das formulações	36
5.3 Testes de Centrifugação	37
5.4 Estresse Térmico	38

5.4 Determinação do pH.....	41
6. CONCLUSÕES.....	43
7. REFERÊNCIAS.....	44

1 INTRODUÇÃO

Devido ao interesse da população por produtos de origem natural, faz-se necessária a elaboração cada vez mais constante de formulações contendo essas matérias primas, que podem ser direcionadas tanto para fins medicinais, bem como para fins estéticos. As plantas medicinais são importantes fontes destes compostos bioativos e cada vez tem sido mais incorporada em diversas formulações farmacêuticas e cosméticas. Dentre os constituintes naturais de algumas plantas, encontram-se os óleos vegetais e essenciais, muitos dos quais têm se destacado por apresentar inúmeras ações farmacológicas (XAVIER; OLIVEIRA; OLIVEIRA, 2009).

O óleo de açaí é extraído da espécie vegetal *Euterpe oleracea* Mart, popularmente conhecida como açaizeiro ou açaí. Esta espécie ocorre de forma espontânea na região da Amazônia, podendo receber inúmeras denominações de acordo com a região onde é encontrado, dependendo das suas variações morfológicas. Os frutos do açaí, além de conterem nutrientes essenciais, são ricos em antocianinas, uma classe de flavonoides que possuem significativas propriedades antioxidantes. Também possuem outros benefícios advindos de seus componentes, como propriedades anti-inflamatórias e fotoprotetoras (YAMAGUCHI, et al., 2015).

Os constituintes antioxidantes podem ser apresentados como qualquer substância que, mesmo presente em concentrações mais baixas que a do substrato oxidável, retarda ou inibe a oxidação deste substrato de maneira eficaz. Biologicamente, os antioxidantes são agentes responsáveis pela inibição ou redução das lesões causadas pelos radicais livres nas células (GALLORI et al., 2004).

Os radicais livres são moléculas instáveis que podem danificar as membranas das células provocando efeitos negativos sobre a pele e acelerando o processo de envelhecimento decorrente da morte ou má funcionalidade destas células. Essas moléculas são produzidas a partir da energia recebida por um átomo de oxigênio reativo, oxigênio este que perdeu um elétron de sua camada mais externa (CHORILLI; LEONARDI; SALGADO, 2007).

A demanda de açaí em nível nacional cresceu significativamente a partir dos anos 90. Devido ao alto teor de compostos fenólicos e antocianinas presentes como constituintes do açaí, ele tem sido ponto de partida de diversas formulações para fins cosméticos. Isso se deve à ação emoliente e principalmente antioxidante destes compostos (RUFINO et al., 2011).

O óleo de açaí pode ser utilizado sob a pele devido à presença de agentes antioxidantes em sua composição, visto que estes eliminam radicais livres que causam rugas, flacidez e manchas na pele. Apresenta também características de proteção da pele contra a desidratação e a melhora da produção de ceramidas, que são hidratantes naturais da própria pele, indicado para peles secas e envelhecidas (BERNAUD; FUNCHAL, 2011).

Diante destes benefícios obtidos pela utilização do óleo de açaí, a elaboração de uma emulsão cosmética que contenha este componente como ativo é ideal para proporcionar a consumidores um produto que além de apresentar propriedades que melhoram o aspecto da pele como maciez e hidratação, ainda a proteja do ressecamento e exposições que aceleram seu envelhecimento, prevenindo o aparecimento de rugas e manchas. E para garantir a eficácia deste produto é de grande importância a realização de um estudo de estabilidade a fim de garantir a segurança do seu uso em determinado período de tempo.

O teste de estabilidade é considerado um procedimento preditivo, baseado em dados obtidos de produtos armazenados em condições que visam acelerar alterações passíveis de ocorrer nas condições de mercado, fornece informações que indicam o grau de estabilidade relativa de um produto nas variadas condições a que possa estar sujeito desde sua fabricação até o término de sua validade. Como em todo procedimento preditivo os resultados não são absolutos, mas têm probabilidade de sucesso (BRASIL, 2004).

Desta forma, neste trabalho foram desenvolvidas algumas formulações e realizado o estudo de estabilidade, do qual se obtiveram informações acerca da estabilidade física e físico-químicas destas preparações cosméticas dentro do período de estudo. Ao passo que comprovada a estabilidade, sugere-se que estas

formulações sejam propostas iniciais de produtos cosméticos corporais hidratante e antienvhecimento.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Desenvolver formulações cosméticas contendo óleo vegetal de açaí, para administração tópica e avaliar a estabilidade destas formulações.

2.2 Objetivos Específicos

- Realizar um estudo de pré-formulação;
- Determinar a concentração ideal do óleo de açaí a ser inserida nas formulações;
- Determinar a estabilidade física das formulações;
- Realizar teste de estabilidade acelerada;
- Definir as condições do estudo de estabilidade – condições de armazenamento das amostras, período de tempo do teste e periodicidade das avaliações.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 O Açaí

O açaí é uma palmeira nativa brasileira da espécie vegetal *Euterpe oleracea* Mart, frequente na região amazônica nos estados do Pará e Amapá. É encontrado habitando toda a região do estuário amazônico, como uma espécie componente da floresta nativa ou em formas de verdadeiros maciços. Considerado importante fonte econômica de diversos municípios paraenses, várias famílias estão envolvidas diretamente nas atividades de extração, transporte e comercialização de seus frutos (ROGEZ, 2000).

A demanda de açaí em nível nacional cresceu muito a partir dos anos 90. Este mercado cresceu devido à descoberta do açaí pelo público jovem de classe média a alta do Brasil extra-amazônico, na busca de um alimento exótico e altamente energético. Geralmente é consumido como bebidas, suplementos alimentares, preparações alimentícias como geleias, sorvetes e doces, além de ter seu emprego na medicina popular como agente antidiarreico. Devido ao seu uso ser principalmente como polpa, o fruto deve sofrer processo de extração (ROGEZ, 2000; BERNAUD; FUNCHAL, 2011).

Apesar da colheita do açaí ocorrer durante todo o ano, as melhores qualidades organolépticas, nutricionais e capacidade antioxidante são obtidas quando o produto é colhido nos meses de agosto a dezembro (PORTINHO; ZIMMERMANN; BRUCK, 2012). Da polpa seca extrai-se o óleo fixo de açaí que é rico em Ômega 6, que protege a pele contra a desidratação e melhora a produção de ceramidas, que são hidratantes naturais da própria pele, sendo indicado para peles secas e envelhecidas (BERNAUD; FUNCHAL, 2011). Além disso, o óleo é constituído de ácidos graxos essenciais com potencial de emprego em uma diversidade de formulações farmacêuticas e cosméticas (PACHECO; MERTENS-TALCOTT; TALCOTT, 2008).

Segundo o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística - IBGE, a produção de extração vegetal do fruto do açaí foi de 215.609 toneladas em 2016, enquanto o valor dessa produção foi de 530.836 mil reais no mesmo ano, sendo o principal produtor o estado do Pará (BRASIL, 2016).

3.1.1 Composição fitoquímica do Açaí

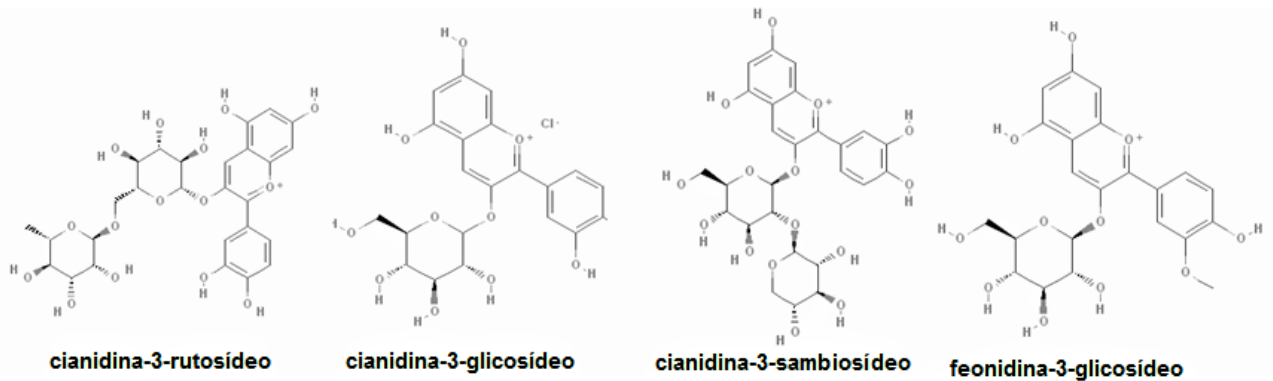
RUFINO e colaboradores realizaram um estudo com a polpa dos frutos de açaí de 10 árvores do gênero *Euterpe oleraceae*, determinando a composição desses frutos, como ricos em ácidos graxos, com alto teor de compostos fenólicos, além de proteínas, açúcares solúveis e conteúdo mineral. Em frutas como açaí, os polifenóis são os principais contribuintes para a sua capacidade antioxidante (RUFINO *et. al.*, 2011).

Os principais polifenóis encontrados na polpa do fruto incluem as antocianinas, proantocianidinas, lignanos e outros flavonoides. As antocianinas são pigmentos vegetais responsáveis pela coloração do açaí e pertencem à classe de flavonoides (NOGUEIRA *et al.*, 2005). Flavonoides são compostos polifenólicos naturais amplamente distribuídos em vegetais superiores, e apresentam atividades biológicas como atividade antioxidante, anti-inflamatória e antibacteriana (PACKER, 2007). O mecanismo de atividade antioxidante dos flavonoides envolve a eliminação direta ou extinção dos radicais livres de oxigênio, bem como inibição de enzimas oxidativas que geram estas espécies reativas (KANG *et. al.*, 2011).

As principais antocianinas relatadas presentes no açaí são: cianidina-3-glucosídeo, cianidina-3-rutinosídeo, cianidina-3-sambiosídeo, feonidina-3-glicosídeo e as proantocianidinas (Figura1). Também se encontram polímeros e outros flavonóides, como a orientina, a isovitexina, a escoparina e a taxifolina deoxihexose (GALLORI *et. al.*, 2004; YAMAGUCHI *et. al.*, 2015).

BOBBIO *et. al.* quantificaram antocianinas totais em frutos de *Euterpe oleracea* através de análise cromatográfica e observaram um elevado teor de antocianinas nas cascas destes, indicando que o fruto é uma matéria-prima viável para obtenção de antocianinas para uso como corante natural (BOBBIO *et. al.*, 2000).

Figura 1: Antocianinas detectadas no açaí (*Euterpe oleracea*)



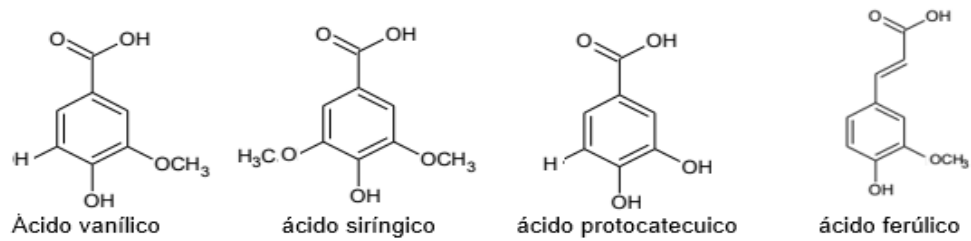
Fonte: YAMAGUCHI et al. (2015)

A alta capacidade antioxidante da fruta é um atrativo para muitas formulações cosméticas, característica essa advinda de sua grande concentração de polifenóis. Essas propriedades antioxidantes comprovadas do açaí são apontadas em diversos estudos, combatendo o estresse oxidativo, principal fator de causa dos sinais de envelhecimento dermatológico, estabelecendo-se então como um alvo de produtos cosméticos (GUIMARÃES et al., 2017).

Em extratos oleosos de açaí, a composição fitoquímica caracteriza-se por alto teor de ácidos fenólicos como ácido vanílico, ácido siríngico, ácido protocatecuico e ácido ferúlico em concentrações altamente enriquecidas em relação à polpa de açaí (Figura 2), bem como catequina e procianidinas (SILVA; ROGEZ, 2013; YAMAGUCHI et al., 2015).

Devido ao seu alto teor de compostos fenólicos, estabilidade de armazenamento, e as características sensoriais únicas, o óleo de açaí vem sendo uma nova alternativa promissora aos óleos tradicionais para alimentos, suplementos e aplicações cosméticas (PACHECO; MERTENS-TALCOTT; TALCOTT, 2008).

Figura 2 - Compostos fenólicos detectados no açaí (*Euterpe oleracea*)



Fonte: YAMAGUCHI et al. (2015)

3.1.2 Propriedades farmacológicas do Açaí

Naturalmente encontrado na Amazônia, o fruto do açaí possui vários benefícios devido aos seus diversos componentes com propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias e fotoprotetoras. O seu uso se estende na medicina tradicional com diferentes aplicações devido à grande diversidade de compostos bioativos presentes na planta. Esses compostos bioativos possuem elevada capacidade de sequestrar as espécies reativas de oxigênio (GUIMARÃES, 2017). Devido à capacidade de prevenir a formação do oxigênio reativo e espécies de azoto que podem conduzir mutações genéticas e instabilidade genômica, frutas ricas em polifenóis são reconhecidas como agentes quimiopreventivos (YAMAGUCHI et al., 2015).

A ação dos polifenóis ocorre, principalmente, por meio da quelação de minerais, da ligação de receptores a enzimas do organismo e captação direta de radicais livres. Dessa forma, podem ativar ou silenciar genes, ativar reações metabólicas, atuar na metilação do DNA e de proteínas, inativar radicais livres – reduzindo o processo inflamatório, modulando a atividade de moléculas e impedindo o avanço da carcinogênese, por exemplo (YAMAGUCHI et al., 2015).

As antocianinas, responsáveis pela coloração vermelha escura, característica do açaí, apresentam várias propriedades, tais como, anticarcinogênica, anti-inflamatória e antimicrobiana, prevenindo a oxidação de lipoproteínas de baixa densidade (LDL), doenças cardiovasculares e doenças neurológicas (MENEZES; TORRES; SRUR, 2008).

3.2 Pele

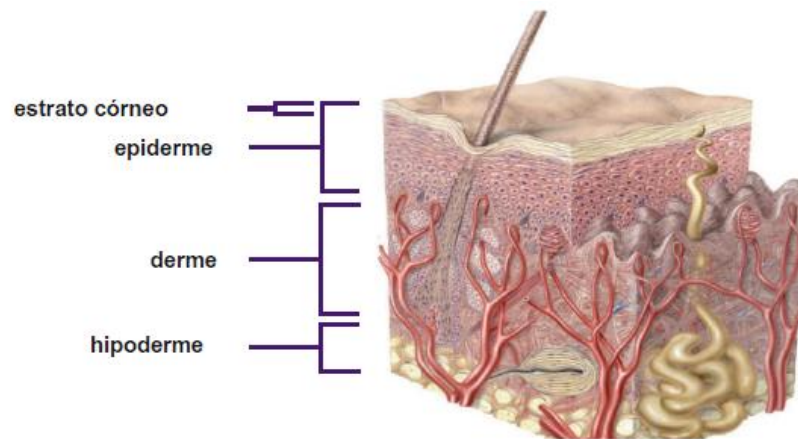
A pele é o órgão de maior dimensão do organismo humano e reveste praticamente toda a superfície do corpo. Constitui uma barreira eficaz de defesa e regulação, assegurando as relações entre o meio interno e externo, e representa cerca de 16% do peso corporal. É a pele que determina o aspecto e/ou a aparência do indivíduo, imprime carácter sexual e racial e protege o corpo na sua totalidade, pelo fato de se tratar de uma barreira dotada de resistência, semi-permeabilidade e plasticidade (DABROWSKA et al., 2017).

A perda da integridade da pele devido agressões traumáticas, variações climáticas, lesões ou doenças resulta em um desequilíbrio fisiológico. Um importante indicador funcional da pele é o pH, que se apresenta como levemente ácido (4,6 – 5,8) devido à produção de ácido láctico. As secreções cutâneas apresentam capacidade tamponante, uma vez que o pH da pele é frequentemente alterado em consequência do uso de produtos tópicos inadequados e doenças de pele, o que expõe a pele a vários agentes agressores (LEONARDI; GASPAR; CAMPOS, 2002; DUPLAN; NOCERA, 2018).

A pele é formada por três camadas (Figura 3), sendo a primeira a epiderme, seguida da derme e hipoderme. A derme é uma camada de tecido conjuntivo denso que se encontra sobre a hipoderme. Já a epiderme é uma camada de tecido epitelial que se situa sobre a derme. A hipoderme é uma camada de tecido celular subcutâneo (SAMPAIO; RIVITTI, 2008)

A hipoderme, situada sob a derme, é um tecido conjuntivo laxo, com fibras de colágeno e de elastina. Os principais tipos de células na hipoderme são os fibroblastos, células adiposas e os macrófagos. A hipoderme é o tecido que faz a ligação entre a pele e as estruturas subjacentes como músculos e ossos (JUNQUEIRA; CARNEIRO, 2008).

Figura 3 - Camadas da pele



Fonte: OUSEY et al. (2016)

A derme é a parte profunda da pele. É um tecido conjuntivo denso irregular com fibroblastos, algumas células adiposas e macrófagos. O colágeno constitui a principal fibra, mas encontram-se também fibras de elastina e de reticulina. A derme é responsável pela maior parte da força estrutural da pele (OLIVEIRA et al., 2004).

A epiderme é a porção mais superficial da pele e constitui a primeira barreira de proteção do nosso organismo contra agentes externos. É constituída por epitélio de descamação estratificado, separado da derme por uma membrana basal. A epiderme não possui vasos sanguíneos, sendo alimentada por difusão pelos capilares da derme papilar. É dividida em cinco camadas: basal, espinhosa, granulosa, translúcida e córnea e encontra-se em constante queratinização, ou seja, as células vivas da camada basal são transformadas em células de descamação mortas do estrato córneo (JUNQUEIRA; CARNEIRO, 2008; SAMPAIO; RIVITTI, 2008).

O estrato córneo é a camada de barreira mais externa da pele (Figura 3), sendo composto por corneócitos envoltos em uma matriz constituída de membranas lamelares paralelas que contém ácidos graxos e glicosilceramidas. Os corneócitos são responsáveis pela coesão do envelope cornificado, enquanto a matriz lipídica é o elemento essencial da função da barreira do estrato córneo (MURAD, 2012).

A hidratação da pele depende do fator de hidratação natural do corneócito e dos corpos lamelares da matriz extracelular. Uma vez que os níveis de água do extrato córneo estão diminuídos, os processos enzimáticos necessários para a descamação

são dificultados, isso acarreta em um aumento na adesão dos corneócitos, que resulta no acúmulo de escamas e na aparência seca e escamosa da pele (OUSEY et al., 2016).

O equilíbrio da água é essencial para o funcionamento fisiológico da pele. Níveis de hidratação afeta não só parâmetros como maciez e suavidade da pele, bem como parâmetros moleculares, atividades enzimáticas e sinalização celular na epiderme (DUPLAN; NOCERA, 2018)

Os cosméticos hidratantes melhoram o aspecto da pele, aproximando-a de suas condições fisiológicas ideais, pois aumentam a retenção de água no estrato córneo, sendo utilizados tanto para prevenir a desidratação, quanto para o delongamento do envelhecimento precoce (LEONARDI; GASPAR; CAMPOS, 2002).

Uma pele hidratada, macia e suave é sinônimo de uma pele saudável. Uma pele seca sempre está mais suscetível às irritações e infecções (MURAD, 2012).

3.2.1 Envelhecimento cutâneo

O envelhecimento cutâneo é um processo multifatorial que resulta em alterações estéticas e nas funções da pele. Com o tempo, estas alterações levam a menor eficiência da replicação do tecido, perda da elasticidade e diminuição da capacidade de regular as trocas aquosas.

O envelhecimento da pele é dividido em intrínseco e extrínseco. O envelhecimento intrínseco, também chamado de cronológico está relacionado a fatores genéticos do indivíduo com mudanças na aparência e funções normais da pele, devidas à passagem do tempo. O envelhecimento extrínseco, também chamado de fotoenvelhecimento é decorrente de fatores externos ambientais, principalmente a radiação solar, o que gera mais danos e agressões à superfície da pele, degenerando as fibras elásticas e colágenas, alterando a pigmentação e causando rugas mais profundas (TESTON; NARDINO; PIVATO, 2010).

A radiação solar produz radicais livres altamente danosos à pele, que com o passar do tempo, a debilita de uma forma agressiva. A formação de radicais livres conduz ao estresse oxidativo, que gera reações que levam à morte celular. A pele

possui seu próprio mecanismo de defesa tais como: enzimas, vitaminas e agentes quelantes de íons metálicos para evitar esse processo de depleção celular. Porém essa capacidade protetora da pele diminui com o envelhecimento, logo, compostos exógenos como enzimas, antioxidantes e compostos fenólicos reforçam sua proteção natural pela limitação das reações oxidativas (HIRATA; SATO; SANTOS, 2007).

3.3 Desenvolvimento de formulações cosméticas

Cosméticos são produtos para uso externo; destinados à proteção, ou ao embelezamento das diferentes partes do corpo (ANVISA, 2010). São extremamente úteis e procurados pelos consumidores, tendo como um dos objetivos principais a hidratação. Uma formulação cosmética não deve ser irritante à pele, não deve degradar e deve ser compatível com princípios ativos e aditivos especiais (DIAVÃO; GABRIEL, 2009).

Entre os diversos cosméticos existentes, as emulsões são amplamente empregadas para a hidratação da pele. Segundo a Farmacopeia Brasileira (2010) as emulsões são definidas como forma farmacêutica líquida ou semissólida de um ou mais princípios ativos que consiste em um sistema de duas fases que envolvem pelo menos dois líquidos imiscíveis e na qual um líquido é disperso na forma de pequenas gotas através de outro líquido, sendo normalmente estabilizada por meio de um ou mais agentes emulsificantes (ANVISA, 2010).

No desenvolvimento de uma emulsão cosmética, além do aspecto estético da formulação, deve se garantir a eficácia e segurança do produto, bem como delineamento das propriedades físicas e da estabilidade (LIMA et al., 2008). Para desenvolver um cosmético que tenha boa aceitação pelo consumidor, deve-se buscar um produto que seja consistente, com textura agradável, aparência atrativa, que seja facilmente aplicado e removido e que não deixe resíduo na pele (DAUDT, 2016).

Importantes passos durante o desenvolvimento de formulações dermatológicas devem ser considerados como a espalhabilidade e os aspectos físicos do produto a longo prazo. Testes devem ser realizados durante o desenvolvimento para que se consiga chegar num produto final que atenda as especificações esperadas no estudo. Ensaio de textura e espalhabilidade são essenciais para analisar a influência dos

componentes da formulação nas suas propriedades mecânicas (SHIRATA, CAMPOS, 2016). Também são empregados testes reológicos, de centrifugação, ciclos de estresse térmico, avaliação da viscosidade e fluxo e testes de estabilidade acelerada. A aplicabilidade destes testes contribui para que se desenvolva um produto estável e de qualidade (DAUDT, 2016; SHIRATA, CAMPOS, 2016).

A análise das características organolépticas, bem como a análise sensorial no desenvolvimento de formulações cosméticas, são fundamentais para a obtenção de um produto bem aceito pelos consumidores, visto que estes não dão continuidade na aplicação de um produto que tenha o sensorial desagradável (SHIRATA, CAMPOS, 2016).

Logo, o desenvolvimento de um produto cosmético envolve várias etapas para a obtenção de um cosmético de qualidade adequada. Inicia-se com a pesquisa básica, que compreende a obtenção de matérias primas, novas técnicas de formulação, estabelecimento de todos os parâmetros para a definição do produto que apresentam impacto direto na etapa de formulação, definindo assim o seu perfil, sendo a etapa seguinte o desenvolvimento da formulação. Em seguida, são feitos testes com voluntários, para avaliar o desempenho e a aceitabilidade do produto. Em termos de aspectos legais, têm-se os testes de eficácia, segurança e validade. Finalizando o processo de desenvolvimento de cosméticos, tem-se a produção em massa e a comercialização do novo cosmético, após sua aprovação (CLEPF; MARTINELLI; CAMPOS, 2015).

3.3.1 Emulsões

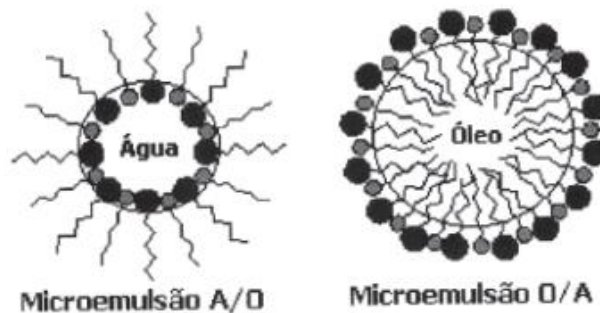
As emulsões são definidas como misturas homogêneas que consistem em ter um líquido imiscível completamente difuso em outro, sob a forma de gotículas. Sendo então constituída de uma fase interna dispersa e uma fase externa dispersante que envolve as gotículas (ANVISA, 2010).

As emulsões são estabilizadas pela adição de agentes tensoativos que têm por função reduzir a tensão interfacial do sistema, decorrida da diferença de polaridade das fases interna e externa da preparação. De acordo com a hidrofília ou lipofília da

fase dispersante, ou seja, a fase externa, esses sistemas podem ser classificados em emulsão água em óleo (A/O) ou óleo em água (O/A) (FRANZOL; REZENDE, 2015).

As formulações que possuem a fase água como fase dispersante, com gotículas de óleo dispersas são chamadas óleo em água (O/A). Já as que possuem a fase oleosa no exterior e a água dispersa na fase interna, são chamadas água em óleo (A/O) (Figura 4). Os agentes tensoativos possuem uma porção apolar (cauda) e uma porção polar (cabeça).

Figura 4 - Estrutura das emulsões quando estas possuem a fase oleosa ou fase aquosa como fase interna



Fonte: OLIVEIRA et. al. (2004)

As emulsões O/A possuem ótima capacidade de solubilização de substâncias e têm sido usadas para aumentar a estabilidade, a solubilidade e a biodisponibilidade de fármacos, pois permitem a incorporação de vários tipos de compostos na fase interna oleosa, na região interfacial ou na fase externa aquosa (OLIVEIRA et.al., 2004). No preparo de emulsões, as bases autoemulsionantes mais utilizadas são a aniônica, representada pela cera Lanette e a não iônica, conhecida como cera Polawax. Estas bases são preferidas por apresentarem boa estabilidade (DAVIÃO; GABRIEL, 2009).

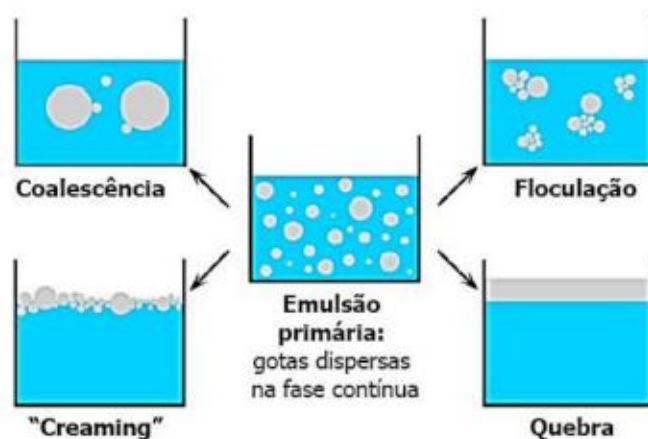
Os emulsificantes também atuam na barreira contra a separação das fases da emulsão por formar um filme adsorvido ao redor das gotículas dispersas entre as duas fases. As propriedades físico-químicas dos componentes da formulação podem influenciar na obtenção da emulsão e na estabilidade do sistema. Quando não

estáveis, as emulsões podem apresentar os seguintes fenômenos de instabilidade física (Figura 5):

- **Cremação (*creaming*):** processo em que as gotículas tendem a se separar da fase externa da emulsão, emergindo ou sedimentando, de acordo com a diferença de densidade entre as duas fases (FRANZOL; REZENDE, 2015);
- **Floculação:** processo onde ocorre a agregação reversível das gotículas, com manutenção do filme interfacial, formando uma rede bidimensional, sem coalescência (TADROS, 2004);
- **Coalescência:** processo onde duas ou mais gotículas da fase dispersa aproximam-se para a formação de uma única gotícula. Esse fenômeno é irreversível e pode resultar na separação das fases da emulsão (TADROS, 2004).

As colisões entre gotas podem resultar em floculação, que pode levar à coalescência em gotículas maiores. Eventualmente, a fase dispersa pode se tornar a fase contínua, separada da dispersão média por uma única interface. Neste caso, tem-se a emulsão totalmente separada (quebra) (FRANZOL; REZENDE, 2015).

Figura 5 - Fenômenos de instabilidade de uma emulsão



Fonte: FRANZOL; REZENDE (2015)

A viscosidade das emulsões pode variar dependendo de seus componentes e das quantidades acrescidas destes na formulação, podendo ser mais fluida, tida como

loções ou semissólidas tidas como cremes e unguentos. Neste trabalho foram preparadas emulsões O/A do tipo creme.

3.3.2 Estabilidade dos cosméticos

A estabilidade é definida como o tempo no qual um produto mantém, dentro dos limites especificados e em todo o seu período de validade, as mesmas propriedades e características que possuía no momento em que foi obtido. (ANVISA, 2010).

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária publicou um guia de estabilidade sugerindo parâmetros de avaliação e os testes de estabilidade para produtos cosméticos. Segundo o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos, a avaliação faz-se necessária para assegurar a qualidade da formulação, desde a fabricação até a expiração do prazo de validade (BRASIL, 2004). A instabilidade física das emulsões pode ser causada pela separação das fases, promovendo mudança considerável na aparência, viscosidade, densidade, redispersibilidade e no desempenho do produto (BRASIL, 2004). Pode ainda ocorrer a instabilidade pela composição da formulação, tipo de tensoativo empregado, valores de pH, processos fotoquímicos e velocidade de agitação (LIMA et al., 2008).

Na avaliação da estabilidade, primeiro devem ser definidas quais as características desejáveis para o produto, para assim analisar e assegurar sua atividade durante toda a vida útil. A estabilidade pode ser influenciada por fatores intrínsecos, como as propriedades físico-químicas dos princípios ativos e excipientes e o pH, ou fatores extrínsecos como as impurezas presentes, o tipo e as propriedades dos materiais de embalagem e do processo empregado na sua obtenção, bem como temperatura, acondicionamento, transporte e exposição à luz (LIMA, *et al.*, 2008; BONTORIM, 2009). O estudo de estabilidade deve expor o produto a condições que aceleram mudanças passíveis de ocorrer durante o prazo de validade. Contudo, essas condições não devem ser tão extremas que, ao invés de acelerarem o envelhecimento, provoque alterações que não ocorreriam no mercado (BONTORIM, 2009).

O estudo da estabilidade de produtos cosméticos contribui para: orientar o desenvolvimento da formulação; fornecer informações para o aperfeiçoamento das formulações; estimar o prazo de validade e fornecer dados para a sua confirmação; auxiliar no monitoramento da estabilidade organoléptica, físico-química e microbiológica, produzindo informações sobre a confiabilidade e segurança dos produtos (BRASIL, 2004).

A estabilidade do óleo de açaí foi avaliada sob o armazenamento em temperatura ambiente de curto e longo prazo para analisar a oxidação de lipídios e impacto na capacidade antioxidante dos compostos fenólicos. Os estudos de estabilidade a longo prazo demonstraram não haver alterações significativas dos compostos fenólicos no óleo indicando uma boa estabilidade destes compostos e de suas propriedades antioxidantes (PACHECO; MERTENS-TALCOTT; TALCOTT, 2008).

Por conseguinte, o óleo de açaí aparece como uma nova fonte de antioxidantes lipofílicos, com uma atividade antioxidante semelhante ao azeite, conhecido pelo seu elevado teor de compostos antioxidantes (RUFINO *et. al.*, 2011).

Apesar do conhecimento acerca da estabilidade do óleo de açaí, ainda não se tem muitos estudos sobre a estabilidade deste componente em contato direto com os excipientes que compõem formulações semissólidas para uso tópico, as quais serão propostas neste trabalho. Deste modo, faz-se necessária a realização deste estudo de modo a garantir a estabilidade destas emulsões, bem como do óleo de açaí incorporado a estas formulações.

4 METODOLOGIA

4.1 Formulações

Foram realizados estudos de pré-formulação para se determinar de quais componentes seriam constituídas as formulações ao ponto que formariam emulsões estáveis. Após o preparo, avaliaram-se os valores de pH, análise sensorial e as características organolépticas (aspecto, cor e odor) que deveriam estar de acordo com o resultado pretendido, como uma mistura homogênea de coloração rosa, com brilho e odor característico da formulação. As emulsões que apresentaram instabilidades como separação de fases, diferenças visuais de viscosidade e empelotamento ao final do preparo foram descartadas do estudo.

4.1.1 Preparo das formulações:

Foram pesados em balança analítica os valores correspondentes a cada excipiente (Tabela 1) e aquecidos separadamente, em gral de porcelana, a Fase A (oleosa) e a Fase B (aquosa) à temperatura aproximada de 70 - 75°C em banho-maria. Logo após a liquefação de todos os componentes, sob agitação manual lenta, verteu-se a fase aquosa (B) à fase oleosa (A). A agitação foi mantida até que a formulação atingisse aproximadamente 40 °C, quando esta começara a adquirir viscosidade. Aguardou-se resfriamento completo da formulação (ANVISA, 2012).

4.2 Teste de Estabilidade da Emulsão

As amostras (Tabela 1) que formaram emulsões estáveis e apresentaram valores de pH compatíveis com o da pele (entre 4 e 7) e características organolépticas adequadas (aspecto, cor e odor), foram armazenadas em temperatura ambiente por 24 horas, onde foram observadas se estas mantiveram as suas características iniciais nesse período de tempo pré-estabelecido (BRASIL, 2004)

4.2.1 Teste de Centrifugação

As amostras que passaram pelo teste de estabilidade inicial foram submetidas ao teste de centrifugação, que consistiu em pesar cerca de 10 g de cada amostra em tubo de ensaio específico para centrífuga, sendo submetidos a um ciclo rotação cuja velocidade foi de 3.000 rpm por 30 minutos (BRASIL, 2004).

Tabela 1 - Formulações preparadas a partir do estudo de pré-formulação onde foram determinadas as quantidades e componentes inseridos nas fases da emulsão

COMPONENTES	QUANTIDADES (%)								
	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9
Fase A (oleosa)									
Álcool cetílico	-	-		-	1,30	-	-	-	-
Álcool cetoesteárilico	-	-	3,50	-	6,0	-	-	-	-
BHT	0,05	0,05	-	0,05	-	0,05	0,05	0,05	0,05
Estearato de octila	6,0	6,0	-	5,0	0,60	-	-	-	-
Lanette N	15,0	15,0	-	15,0	-	15,00	15,0	-	-
Monoestearato de Glicerila	-	-	3,00	-	-	-	-	-	-
Oleato de decila	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Óleo de açaí	7,0	5,0	2,00	10,0	1,00	0,5	1,0	0,35	0,8
Óleo mineral	-	-	3,80	-	-	1,0	1,0	5,0	3,0
Palmitato de isopropila	-	-	-	-	0,90	-	-	-	-
Polawax NF	-	-	-	-	-	-	-	13,5	13,5
Fase B (aquosa)									
EDTA dissódico	0,10	0,10	-	0,10	0,05	0,10	0,10	0,10	0,10
Glicerina	--	-	6,00	-	-	-	-	-	-
Goma Xantana	-	-	-	-	5,00	-	-	-	-
Laurilsulfato de sódio	-	-	0,50	-	-	-	-	-	-
Metilparabeno	0,20	0,20	0,15	0,20	-	0,2	0,20	0,2	0,2
Propilenoglicol	-	-	-	-	4,0	0,1	1,0	-	-
Propilparabeno	0,10	0,10	0,05	0,15	-	0,10	0,10	0,10	0,10
Sorbitol	-	-	-	-	-	-	-	10	10
Água qsp	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Fonte: Elaborada pela autora

4.2.2 Estresse térmico

As amostras foram fracionadas e armazenadas em três condições distintas de temperatura: condições ambientais ($T = 15 - 30^{\circ} \text{C}$) a fim de simular exposições e comércios, geladeira ($T = 5 \pm 2^{\circ} \text{C}$) com temperatura controlada para simular dias frios e servir como padrão de cor, odor e aspecto e estufa ($T = 40 \pm 2^{\circ} \text{C}$) com temperatura controlada para simular dias e regiões mais quentes. Os testes para análise foram realizados nos tempos 0, 7^o, 15^o e 30^o dia do preparo da emulsão. A aparência, homogeneidade e características organolépticas foram avaliadas por análise macroscópica (BRASIL, 2004).

4.2.3 Avaliação das características organolépticas

As características organolépticas das formulações, submetidas ao estudo de estabilidade acelerado e em baixa temperatura (geladeira), foram avaliadas no período de 0, 7, 15 e 30 dias, sendo considerada qualquer alteração de coloração, odor ou separação de fases como sinal de instabilidade. As formulações submetidas à avaliação nos diferentes tempos foram comparadas à formulação padrão, armazenada em baixa temperatura (BRASIL, 2004).

4.2.4 Determinação do pH

Determinou-se o valor de pH das amostras com auxílio de um pHmêtro. Foram pesados em um béquer 1,0 g da emulsão e 9,0 g de água destilada e homogeneizados. O valor de pH foi determinado inserindo o eletrodo diretamente na diluição aquosa 1:10 (p / p) da amostra (DAHER *et. al.*, 2014).

Determinou-se o pH ao final do preparo da emulsão e realizou-se nova medição de pH no tempo 0, 7, 15 e 30 dias do preparo.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Estudos de pré-formulação

As formulações foram preparadas com base em fórmulas já descritas no Formulário Nacional da Farmacopeia Brasileira, onde são apresentados alguns componentes mais utilizados em emulsões e suas concentrações usuais. A concentração dos excipientes foi determinada dentro ou próxima às faixas usuais estabelecidas na literatura. Abaixo estão descritos os componentes utilizados, suas principais funções e a faixas de concentração encontrada:

Álcool Cetoestearílico - *INCI NAME*: Cetearyl Alcohol.

O álcool cetoestearílico é uma mistura de álcool estearílico e álcool cetílico. Ele atua espessando e servindo como co-tensioativo para as formulações. Apresenta propriedades emolientes, emulsificantes e principalmente de consistência em produtos cosméticos, sendo extremamente suave e compatível com a pele, proporcionando proteção e suavidade a esta. Concentração usual: 0,5 a 15,0 % (VIA FARMA, 2014).

Álcool Cetílico - *INCI NAME*: Cetyl Alcohol

O álcool cetílico é amplamente utilizado em formulações cosméticas e produtos farmacêuticos. É empregado por suas propriedades emolientes, absorvente de água e emulsionantes. Melhora a estabilidade, a textura e aumenta a consistência da formulação. Suas propriedades emolientes são devidas à absorção e retenção do álcool cetílico na epiderme, onde ele lubrifica e amacia a pele, conferindo a esta uma textura "aveludada". Concentração usual: 2,0 a 5,0 % (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2006).

Butilhidroxitolueno – *INCI NAME*: BHT

Atua como conservante e antioxidante. Com função conservante, inibe o crescimento de microrganismos e como antioxidante impede o ranço oxidativo das gorduras e óleos e previne a perda de atividade de vitaminas solúveis em óleo. O BHT

é usado na fase oleosa na fabricação de cremes e loções como agente antioxidante. Concentração usual: $\geq 0,02$ % (MAPRIC, 2018).

Estearato de Octila – *INCI NAME*: OctylStearate

O estearato de octila é um éster emoliente de cadeia ramificada com excelente espalhamento, lubricidade e propriedades de sobre engorduramento para a pele e cabelos. Oferece a sensação de emoliência livre de oleosidade, deixando uma sensação de maciez aveludada na pele e ajudando a diminuir o toque oleoso em formulações com alto teor de óleos e compostos lipídicos. Concentração usual: 3,0 a 8,0 % (PURIFARMA, 2018).

Lauril Sulfato de Sódio – *INCI NAME*: Sodium lauryl sulfate

O lauril sulfato de sódio é um surfactante aniônico empregado em uma ampla variedade de formulações farmacêuticas e cosméticas. É um detergente e umectante eficaz tanto em produtos alcalinos e em condições ácidas. Concentração usual: 0,5 a 2,5 % (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2006).

Polawax NF – *INCI NAME*: Emulsifying wax NF

É um produto de reação de álcoois graxos superiores (cetílico e estearílico) com óxido de etileno. É uma das mais eficientes bases auto-emulsionáveis para sistemas do tipo O/A (óleo em água), produzindo ceras espessas e sólidas. Não é afetado pelo calor ou pela presença elevada de eletrólitos e constitui um sistema estável de liberação para muitos ativos em vários pHs. É indicado para cremes e loções para o cuidado da pele. Concentração usual: 5,0 a 10,0 % (BATISTUZZO, 2006).

EDTA dissódico – *INCI NAME*: Disodium EDTA

O EDTA dissódico é um agente sequestrante de alta pureza, que forma quelatos estáveis, solúveis em água, com íons de metal polivalente, em uma larga escala de pH, o uso de agentes quelante em formulações cosméticas impede a formação de precipitados de cálcio e magnésio provenientes de água dura, formando compostos hidrossolúveis. É um agente antioxidante incorporado às fórmulas com o

intuito de evitar as oxidações das matérias primas. O EDTA é responsável também por aumentar a eficácia dos agentes antimicrobianos por remover cátions importantes e necessários à atividade de membrana de microrganismos. Concentração usual: 0,005 a 0,1% (INFINITY PHARMA, 2015).

Metilparabeno-*INCI NAME*: Methylparaben

Propilparabeno- *INCI NAME*: Propylparaben

Os parabenos são os conservantes antimicrobianos mais utilizados em formulações cosméticas. Os parabenos são eficazes em uma ampla faixa de pH e possuem amplo espectro de atividade antimicrobiana, embora sejam mais eficazes contra leveduras e fungos. A presença de água e outros componentes orgânicos favorecem a proliferação de microrganismos, tornando as preparações cosméticas como ótimos substratos para o crescimento de bactérias e fungos. Por isso, faz-se o uso destes conservantes. Concentrações usuais: 0,02 a 0,3 % (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2006).

Propilenoglicol – *INCI NAME*: Propyleneglycol

É da classe dos umectantes orgânicos que apresenta característica de ser um líquido incolor, de sabor amargo, miscível com água, álcool, acetona e clorofórmio. Em cosméticos é utilizado como umectante em produtos para a pele e para os cabelos, como por exemplo, cremes, géis, loções e condicionadores. Além disso, constitui-se um excelente solubilizante para os parabenos. Concentração usual: ~15 % (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2006).

Palmitato de isopropila – *INCI NAME*: Isopropylpalmitate

É um éster de ácido graxo com álcool de cadeia curta. Constitui-se em um emoliente com toque seco e alto poder de deslizamento usado em formulações e cosméticos, tais como: óleos de banho, cremes e loções. Concentração usual: 0,05 a 5,5 % (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2006).

Óleo mineral – *INCI NAME*: Mineral oil

O óleo mineral é usado principalmente como excipiente nas formulações farmacêuticas, onde suas propriedades emolientes são exploradas como um ingrediente em bases de pomada. É adicionalmente usado em emulsões de óleo em água como solvente, e como lubrificante em formulações de cápsulas e comprimidos. Concentração usual: 1,0 a 32,0 % (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2006).

Monoesterato de glicerila– *INCI NAME*: Glycerylstearate

É o mais simples dos compostos não iônicos utilizados como emulsionantes auxiliares e o mais largamente empregado tanto em emulsões do tipo O/A como A/O, para uso interno ou externo. Usado externamente tem propriedade emoliente e, quando associado a um tensoativo aniônico – como o estearato de potássio ou o oleato de sódio em pequenas quantidades, tem o efeito de produzir auto-emulsões (monoestearato de glicerila auto-emulsionável), sendo usado com bons resultados em sistemas do tipo O/A. Pode ser usado em combinação com outros espessantes e emulsionantes proporcionando excelentes resultados como emulsões estáveis, brancas e brilhantes (MAPRIC, 2018)

Goma xantana– *INCI NAME*: Xanthangum

Goma aniônica, muito utilizada em emulsões como espessante e agente emulsificante, possui bom perfil de estabilidade ao longo de um amplo intervalo de pH e temperatura. Concentração usual: 0,3 a 3,0 % (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2006).

Sorbitol – *INCI NAME*: Sorbitol

A aplicabilidade do sorbitol para produtos cosméticos e dermatológicos é devido à sua ação umectante e estabilizadora de emulsões e suspensões. Concentração usual: 3,0 a 15,0 % (BATISTUZZO, 2006).

Lanette N – *INCI NAME*: Cetearyl Alcohol / Sodium Cetearyl Sulfate

É uma dispersão coloidal composta por 90 partes de álcool graxo e 10 partes de tensoativo; é uma cera auto-emulsionante para fabricação de cremes aniônicos. Quando fundida e acrescida de água forma emulsão O/A estável, na qual podem ser

incorporados emolientes, umectantes, hidratantes e outros ativos cosméticos para enriquecer o tratamento dermatológico. Lanette N confere emoliência e suavidade à pele. Concentração usual: 8 a 20 % (MAPRIC, 2018).

Glicerina – *INCI NAME*:Glycerin

É um triálcool que forma ligações de hidrogênios com a água e desta forma, constitui-se em um umectante. Em formulações farmacêuticas tópicas e cosméticas, é usada principalmente pela propriedade umectante e emoliente. Concentração usual: ≤ 30 % (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2006).

Óleo de açaí - *INCI NAME*: Euterpe oleracea fruit oil

Benefícios para a prevenção do equilíbrio cutâneo, prevenção do envelhecimento, por promover metabolismo celular e reduzir processos inflamatórios. Para uso cosmético pode ser aplicado diretamente nos cabelos e/ou pele ou ainda, incorporado a um creme hidratante. Concentração usual: 0,3 a 10,0%. (MAPRIC, 2018).

5.2 Análise macroscópica das formulações

As formulações foram preparadas com bases autoemulsionantes com diferentes propriedades químicas. Ao final do preparo foi realizada a análise macroscópica das formulações observando se estas apresentavam características esperadas como aspecto, cor e odor, bem como viscosidade adequada. As amostras foram analisadas tanto quanto pela aparência física, como também pela estética.

As amostras apresentaram coloração rosa com tonalidade dependente da concentração do óleo de açaí incorporada à formulação, algumas rosa mais claro e outras rosa mais escuro, devido à coloração vermelha do óleo de açaí, bem como, aspecto suave e com brilho e o odor característico dos componentes das formulações. As formulações que não apresentaram estas características ou que apresentaram sinais de instabilidade como separação de fases, empelotamento e não formaram emulsão ao final do preparo foram retiradas do estudo.

Após o preparo, as formulações foram deixadas em temperatura ambiente por 24 horas a fim de se observar se estas se manteriam estáveis nesse período de tempo. As amostras que não apresentaram separação de fases ou alterações macroscópicas entre os componentes da formulação foram submetidas ao teste de centrifugação. Neste momento, todas as emulsões foram formadas, com aspecto característico (formulações levemente rosadas, viscosas, formando uma dispersão coloidal).

5.3 Testes de Centrifugação

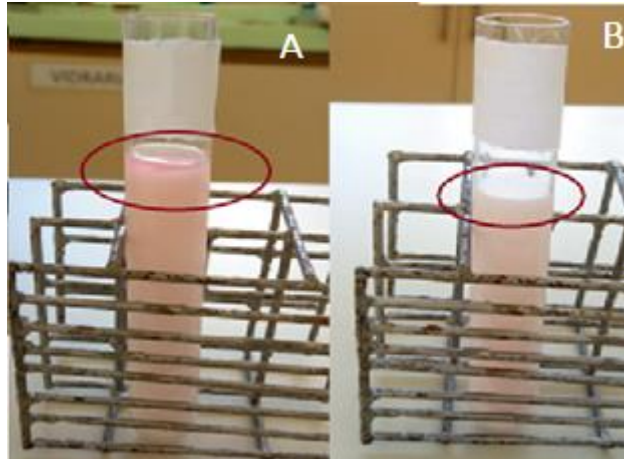
O teste de centrifugação é considerado pela ANVISA como teste de triagem e não indica a estabilidade física real das preparações cosméticas, porém é eficiente para pré selecionar as emulsões que devem ser submetidas aos testes de estabilidade acelerada e de prateleira (BRASIL, 2004). As amostras que se mantiveram estáveis ao final do preparo e após 24 horas foram submetidas ao teste de estabilidade por centrifugação. As amostras F3 e F5 apresentaram alterações como separação de fases e precipitação, respectivamente, ao final do ciclo de centrifugação e foram então retiradas do estudo (Figura 6). Essa instabilidade pode ser justificada devido a baixa concentração de tensoativo primário nas formulações. Ao passo que os agentes emulsionantes utilizados nestas formulações (F3 e F5) são tensoativos secundários que apresentaram insuficiência na capacidade de emulsionar toda a formulação, podendo isso ter ocorrido também devido a concentração utilizada destes.

O teste de centrifugação permite observar a desestabilização de uma emulsão mediante a aplicação de uma força gravitacional, sendo a estabilidade diretamente proporcional a esta força. O comportamento a longo prazo das emulsões pode ser demonstrado por este teste, visto que este permite a mobilidade das partículas em curto tempo.

Segundo Tadros (2004) após submeter uma emulsão em ciclos de rotação em centrífuga, espera-se observar uma camada de creme opaco. Quando há sinais de instabilidade, se observa uma camada de óleo coalescida, como apresentado na Figura 6 (A). Pode-se observar também uma camada extra de gotículas de óleo

deformadas, que possui uma aparência de espuma, que consiste em gotículas de óleo separadas por uma camada fina de filmes aquosos (TADROS, 2004).

Figura 6 - Fenômenos de instabilidade observados após o teste de centrifugação



Fonte: Fotografia da autora

(A) A formulação F3 apresentou separação de fases; (B) a formulação F5 apresentou precipitação.

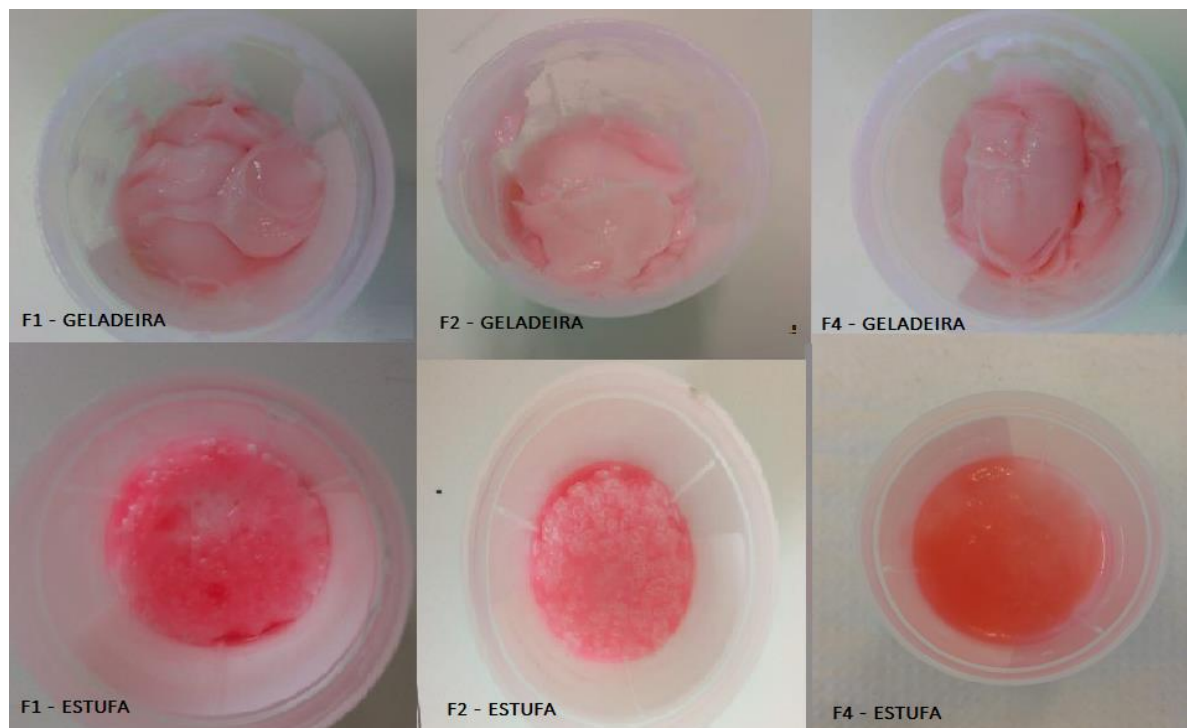
5.4 Estresse Térmico

As variações de temperatura são os principais parâmetros utilizados para induzir rápidas alterações químicas e físicas nas formulações que são avaliadas no decorrer do estudo de estabilidade. De acordo com os dados apresentados na Tabela 2, na avaliação das características organolépticas, observou-se que as preparações F1, F2 e F4 expostas à temperatura ambiente ($15 - 30^{\circ}\text{C}$) e baixa temperatura ($5 \pm 2^{\circ}\text{C}$), não apresentaram nenhuma alteração de aspecto, cor e odor ao longo de todo o estudo de estabilidade (30 dias consecutivos). Entretanto, foram observadas alterações de aspecto e coloração nestas formulações expostas à alta temperatura ($40 \pm 2^{\circ}\text{C}$). As amostras F1, F2 e F4 apresentaram já no 7º dia de análise, separação das fases (Figura 7), no entanto observou-se que a emulsão continuava formada, atribuindo então esta separação de fases à alta concentração do óleo de açaí acrescido nas formulações. Segundo Pereira (2015) esses processos de instabilidade são decorridos provavelmente de inadequações do conteúdo volumétrico das fases, tempo e velocidade de agitação, e tempo de aquecimento e resfriamento dos sistemas (PEREIRA, 2015). Essas alterações são resultado de processos de desestabilização

e são de grande importância para a avaliação da estabilidade organoléptica do produto. Conforme recomendações da ANVISA, apenas pequenas alterações seriam aceitáveis em condições críticas de exposição. Entretanto, observou-se alteração significativa nas formulações F1, F2 e F4, devido à concentração excessiva do óleo de açaí nestas preparações.

Dentre as formulações testadas, observam-se nos dados da tabela 2 que as formulações F6, F7, F8 e F9 que foram preparadas com uma menor concentração do óleo de açaí mantiveram suas características físicas estáveis durante todo o tempo de estudo (Figura 8) quando comparadas com a formulação padrão que foi armazenada em baixas temperaturas.

Figura 7 - Separação de fases das formulações observadas nas formulações submetidas a condições de altas temperaturas quando comparadas às formulações-padrão armazenadas em baixas temperaturas



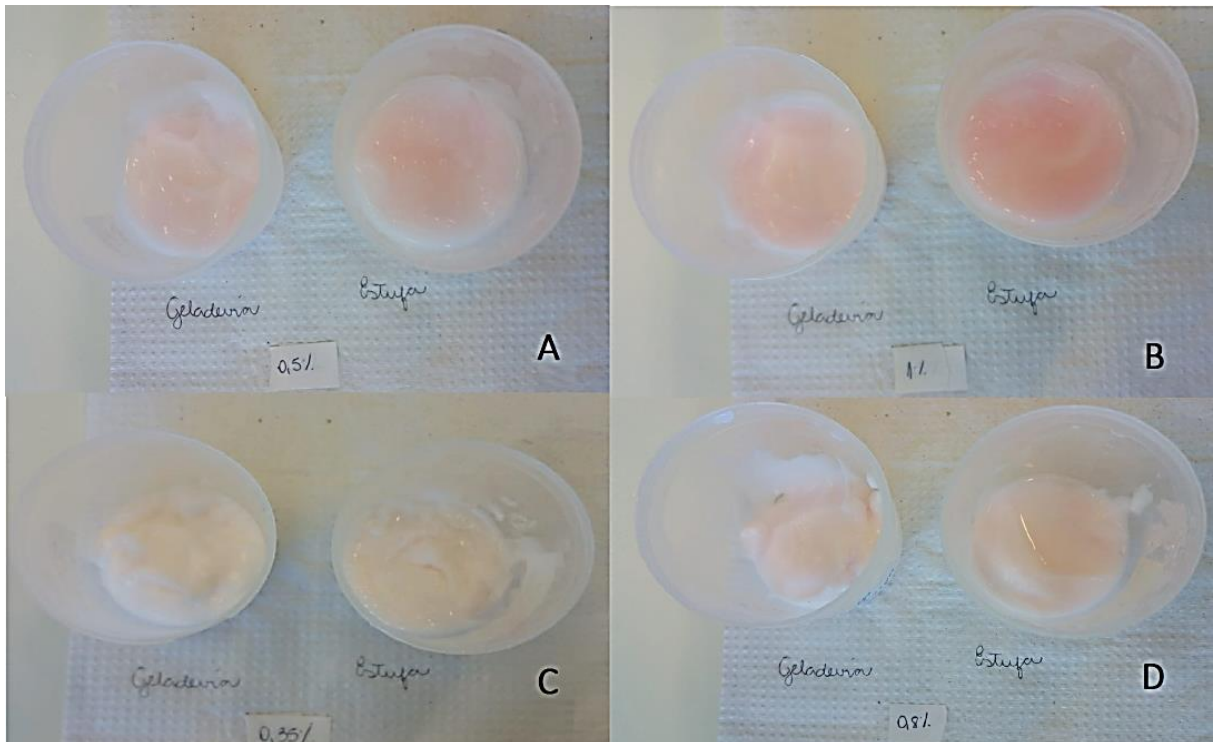
Fonte: Fotografia da autora

Da esquerda para a direita, a formulação F1 que continha 7% de óleo de açaí na formulação, seguida da formulação F2 que continha 5% e por fim a formulação F4 que continha 10% do óleo de açaí.

Tabela 2– Características organolépticas apresentadas pelas formulações submetidas a diferentes condições de temperatura nos diferentes tempos decorridos do estudo de estabilidade

Amostras	Condição (°C)	Tempo (dias)	Parâmetro Organoléptico			Instabilidade
			Aspecto	Cor	Odor	
F1 F2 F4	40 ± 2° C	T0	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
		T7	Heterogêneo	Rosa escuro	Característico	} Separação de fases
		T15	Heterogêneo	Rosa escuro	Característico	
		T30	Heterogêneo	Rosa escuro	Característico	
	15 - 30° C	T0	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
		T7	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
		T15	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
		T30	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
	5 ± 2° C	T0	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
		T7	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
		T15	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
		T30	Homogêneo	Rosa escuro	Característico	-
F6 F7 F8 F9	40 ± 2° C	T0	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T7	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T15	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T30	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
	15 - 30° C	T0	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T7	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T15	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T30	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
	5 ± 2° C	T0	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T7	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T15	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-
		T30	Homogêneo	Rosa claro	Característico	-

Figura 8 - Comparação das amostras armazenadas em estufa com as formulações-padrão armazenadas em geladeira das formulações contendo baixa concentração do óleo de açaí



Fonte: Fotografia da autora

Imagem (A) formulação F6, (B) formulação F7, (C) formulação F8, (D) formulação F9. Estas formulações foram submetidas ao estudo de estabilidade em alta temperatura (estufa), temperatura ambiente e baixa temperatura (geladeira).

5.4 Determinação do pH

O acompanhamento dos valores de pH durante o estudo de estabilidade nos dá informações a respeito da estabilidade química da formulação sendo possível determinar a ocorrência de reações químicas que comprometem a estabilidade das formulações. A verificação do pH foi realizada no tempo 0, 7, 15 e 30. Observou-se, como descrito na tabela 3, que embora as formulações F1, F2 e F4 tivessem o valor de pH dentro da faixa aceitável, ambas demonstraram sinais de instabilidade já no 7º dia decorrido do estudo quando armazenadas em altas temperaturas. As preparações F6, F7, F8 e F9 apresentaram variações de pH, porém não foram superiores a 10%, e o pH representativo permaneceu compatível com o pH da pele, entre 4 e 7 (DAHER, 2014).

Tabela 3 – Valores de pH apresentado pelas formulações submetidas a diferentes condições de temperatura nos diferentes tempos decorridos do estudo de estabilidade

Tempo (dias)	Condição (°C)	Formulações						
		F1	F2	F4	F6	F7	F8	F9
0		6,61	6,31	6,00	6,37	6,38	4,41	4,62
7	40 ± 2	-	-	-	6,61	6,55	4,80	4,46
	15 - 30	6,36	6,37	6,05	6,40	6,40	4,53	4,52
	5 ± 2	6,42	6,35	6,07	6,43	6,43	4,55	4,53
15	40 ± 2	-	-	-	6,37	6,77	4,61	4,95
	15 - 30	-	-	-	6,42	6,43	4,52	4,55
	5 ± 2	-	-	-	6,78	6,62	4,68	4,90
30	40 ± 2	-	-	-	6,38	6,60	4,56	4,87
	15 - 30	-	-	-	6,44	6,45	4,55	4,54
	5 ± 2	-	-	-	6,82	6,66	4,72	4,87

Submeter sistemas emulsificados a diferentes condições de temperatura são as condições mais frequentes utilizadas para avaliar o comportamento de produtos cosméticos (ANVISA, 2004).

As formulações F6, F7, F8 e F9, que permaneceram estáveis frente às diferentes condições de temperatura, continham menor concentração do óleo de açaí na formulação, o que parece ter contribuído para a sua estabilidade. Porém para se afirmar que uma emulsão é perfeitamente estável, eficaz e segura, mais testes devem ser realizados como: ensaios de textura, espalhabilidade, biofísicos, testes reológicos, ciclos de estresse térmico e um período de acompanhamento maior desses produtos (ANVISA, 2004; TADROS, 2004).

6. CONCLUSÕES

- As formulações foram preparadas a partir de estudo de pré-formulação baseado no Formulário Nacional da Farmacopeia Brasileira e dados presentes na literatura;
- As amostras foram submetidas ao estudo de estabilidade acelerado que foi realizado num período de 30 dias em temperaturas determinadas pelo Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos;
- As formulações que foram preparadas com uma menor concentração do óleo de açaí ficaram estáveis durante o tempo de estudo, quando submetidas ao estresse térmico;
- As formulações que permaneceram estáveis apresentaram variações de pH compatíveis com o pH da pele;
- A partir dos resultados encontrados nesse trabalho, as formulações propostas podem ser ponto de partida para realização de mais estudos para posterior manipulação e venda desse cosmético.

7. REFERÊNCIAS

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopeia Brasileira**, volume 1. 5ª Ed. Brasília, 2010b.

BATISTUZZO, José Antônio de Oliveira. **Formulário Médico Farmacêutico**. 3ªed. São Paulo: Pharmabooks, 2006.

BERNAUD, R. F. S.; FUNCHAL, C. D. S. **Atividade antioxidante do açaí**. v. 10, n. 5. Nutrição Brasil. Centro Universitário Metodista do IPA, 2011. p. 310-316.

BOBBIO, Florinda O. et al. **Identificação e quantificação das antocianinas do fruto do açaizeiro (*Euterpe oleracea*) Mart**. Ciência e Tecnologia de Alimentos, [s.l.], v. 20, n. 3, p.388-390, dez. 2000.

BONTORIM, G. **Estudo de estabilidade de emulsão cosmética utilizando reologia e técnicas convencionais de análise**. Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2009.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de estabilidade de produtos cosméticos**. Diário oficial da República federativa do Brasil, Poder Executivo, Brasília, DF, 2004. 52 p.

BRASIL. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE). **Produção da extração vegetal e silvicultura, 2016**.

BRASIL. Ministério da Saúde. **Formulário Nacional da Farmacopeia Brasileira**. 2.ed. Brasília: Anvisa, 2012.

CHORILLI, Marlus; LEONARDI, Gislaine Ricci; SALGADO, Hérica Regina Nunes. **Radicais livres e antioxidantes: conceitos fundamentais para aplicação em formulações farmacêuticas e cosméticas**. RevBrasFarm, v. 88, n. 3, p. 113-8, 2007.

CLEPF, Sabrina; MARTINELLI, Dante Prineiro; CAMPOS, Patricia M. B. G. Maia. **Visão sistêmica no desenvolvimento de produtos cosméticos**. v.3, n.2. São Paulo. CPMARK. 2015

DaBROWSKA, A.k. et al. **The relationship between skin function, barrier properties, and body-dependent factors**. Skin Research And Technology, [s.l.], v. 24, n. 2, p.165-174, 23 out. 2017.

DAHER, Cláudia Cecilio et al. **Development of O/W emulsions containing Euterpe oleracea extract and evaluation of photoprotective efficacy**. Brazilian Journal Of Pharmaceutical Sciences, [s.l.], v. 50, n. 3, p.639-652, set. 2014. FapUNIFESP
DAUDT, Renata Moschini. **Aplicação dos componentes do pinhão no desenvolvimento de produtos inovadores nas indústrias cosmética e de**

alimentos. Engenharia Química – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016. p.198.

DIAVÃO, Sheila Nara Castoldi; GABRIEL, Katiane Cella. **Estudo dos parâmetros físico-químicos na estabilidade de emulsões cosméticas.** Infarma - Ciências Farmacêuticas, v. 21, n. 11/12, p. 15-20, 2009.

DUPLAN, H.; NOCERA, T. **Hydratation cutanée et produits hydratants.** Annales de Dermatologie Et de Vénérologie, [s.l.], v. 145, n. 5, Elsevier BV, maio 2018. p.376-384.

EMBRAFARMA. **Encarte Técnico.** São Paulo, 2011. Disponível em <www.embrafarma.com.br>. Acessado em 23 de junho de 2018.

FRANZOL, Angélica; REZENDE, Mirabel Cerqueira. **Estabilidade de emulsões: um estudo de caso envolvendo emulsionantes aniônico, catiônico e não-iônico.** Polímeros, [s.l.], v. 25, p.1-9, dez. 2015.

GALLORI, S.; et. al. **Polyphenolic constituents of fruit pulp of Euterpe oleracea Mart. (açai palm).** Chromatographia, v. 59, p. 739-743, 2004.

GUIMARÃES, Letícia de Castro et al. **Estudo prospectivo de produtos e processos tecnológicos com o açaí (euterpe oleracea).** Cadernos de Prospecção, Salvador, v. 10, n. 2. abril, 2017. p.215-225.

HIRATA, Lilian Lucio; SATO, Mayumi Eliza Otsuka; SANTOS, Cid Aimbiré de Moraes. **Radicais livres e o envelhecimento cutâneo.** Acta Farm. Bonaerense, v. 23, n. 3, p. 418-24, 2004.

INFINITY PHARMA. **Encarte Técnico.** São Paulo, 2015. Disponível em <<https://infinitypharma.com.br>>. Acessado em 23 de junho de 2018.

JUNQUEIRA, Luis C.; CARNEIRO, José. **Histologia Básica.** 11ª ed. Guanabara Koogan. Rio de Janeiro, 2008.

KANG, J. et al. **Flavonoids from acai (Euterpeoleracea Mart.) pulp and their antioxidante and antiinflammatory activities.** FoodChemistry, v. 128, p.152–157, 2011.

LEONARDI, Gislaine Ricci et al. **Estudo da variação do pH da pele humana exposta à formulação cosmética acrescida ou não das vitaminas A, E ou de ceramida, por metodologia não invasiva.** Anais Brasileiros de Dermatologia, [s.l.], v. 77, n. 5, p.563-569, out. 2002.

LIMA, Cleide G. et al. **Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física de emulsões O/A contendo óleo de babaçu (Orbignyaoleifera).** Rev. Bras. Farm, v. 89, n. 3, 2008. p. 239-245.

MAPRIC. **Encarte Técnico.** São Paulo. Disponível em <<http://www.mapric.com.br>>. Acessado em 22 de junho de 2018.

MENEZES S.; TORRES A.T.; SRUR A. U. S. **Valor nutricional da polpa de açaí (Euterpe oleracea Mart.)**. Revista Acta Amazonica, v. 38, p.311-316, 2008.

MURAD, Alam. **Dermatologia cosmética**. Elsevier Brasil, 2012.

NOGUEIRA, Oscar Lameira; FIGUEIRÊDO, Francisco José Câmara; MULLER, Antonio Agostinho. **Sistema de Produção do Açaí**. Embrapa Amazônia Oriental. Belém, 2005. p. 317.

OLIVEIRA , J. F. **Estrutura. função da pele**. Cucé LC, Festa Neto C. Manual de Dermatologia. 2ª ed. São Paulo: Atheneu, p. 1-11, 2004.

OUSEY, K. et al. **The importance of hydration in wound healing: reinvigorating the clinical perspective**. Journal Of Wound Care, [s.l.], v. 25, n. 3, p.122-130, 2 mar. 2016. Mark Allen Group.

PACHECO-PALENCIA, Lisbeth A.; MERTENS-TALCOTT, Susanne; TALCOTT, Stephen T. **Chemical Composition, Antioxidant Properties, and Thermal Stability of a Phytochemical Enriched Oil from Açaí (Euterpe oleracea Mart.)**. Journal Of Agricultural And Food Chemistry,[s.l.], v. 56, n. 12. American Chemical Society (ACS), jun. 2008. p.4631-4636.

PACKER, Janaina F. et al. **Método para avaliação e pesquisa da atividade antimicrobiana de produtos de origem natural**. RevBrasFarmacogn, v. 17, n. 1, p. 102-7, 2007.

PEREIRA ,Rayanne Rocha. **Obtenção e caracterização de sistemas líquido cristalinos contendo óleo de açaí (Euterpe oleraceae Mart.)**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Pará, Instituto de Ciências da Saúde (ICS), Programa de Pós- Graduação em Ciências Farmacêuticas (PPGCF), Belém, 2015. 102 f.

PORTINHO, J.A.; ZIMMERMANN, L. M.; BRUCK; M. R. **Efeitos Benéficos do Açaí. Beneficial effects of açaí**. International Journal of Nutrology, v.5, n.1, p. 15-20, 2012.

ROGEZ, Hervé. **Açaí: preparo, composição e melhoramento da conservação**. Bélem: EDUFPA, 2000. 313p

ROWE, R. C., SHESKEY, P. J., QUINN, M. E. **Handbook of Pharmaceutical Excipients**. Pharmaceutical Press e Washington, DC: American Pharmacists Association. 5th ed. London, UK, 2006.

RUFINO, Maria do Socorro M. et al. **Açaí (Euterpeoleraceae) ‘BRS Pará’: A tropical fruit source of antioxidant dietary fiber and high antioxidant capacity oil**. Food Research International, [s.l.], v. 44, n. 7. Elsevier BV. 1, ago. 2011. p.2100-2106.

SAMPAIO, S. A. P., RIVITTI, E. **Pele normal: anatomia e fisiologia**. E. Dermatologia. 3ª edição. São Paulo Artes Médicas, p. 3-35, 2008.

SHIRATA, Marina Mendes Fossa; CAMPOS, Patrícia Maria B. G. Maia. **Importance of texture and sensorial profile in cosmetic formulations development**. Surgical&CosmeticDermatology, [s.l.], v. 8, n. 3. Ribeirão Preto. GN1 Genesis Network. 2016. p.223-230.

SILVA, Jonas Joaquim Mangabeira da; ROGEZ, Hervé. **Avaliação da estabilidade oxidativa do óleo bruto de açaí (Euterpe oleracea) na presença de compostos fenólicos puros ou de extratos vegetais amazônicos**. Química Nova, [s.l.], v. 36, n. 3. FapUNIFESP. São Paulo, 2013. p.400-406.

TADROS, F. T. **Emulsion Formation, Stability, and Rheology**. In: **Emulsion Formation, Stability, and Rheology**, TADROS, F. T. WILEY VCH. 1º ED, 2013.

TESTON, Ana Paula; NARDINO, Deise; PIVATO, Leandro. **Envelhecimento cutâneo: teoria dos radicais livres e tratamentos visando a prevenção e o rejuvenescimento**. REVISTA UNINGÁ REVIEW, v. 1, n. 1, 2017.

VIA FARMA. **Encarte Técnico**. São Paulo, 2014. Disponível em <<http://viafarmanet.com.br/>>. Acessado em 22 de junho de 2018.

XAVIER, Lena Núbia Bezerra; OLIVEIRA, EADAQ; OLIVEIRA, A. L. **Extrativismo e manejo do açaí**. Encontro Latino Americano de Iniciação Científica, v. 13. Universidade do Vale do Paraíba, 2009.

YAMAGUCHI, KlenicyKazumy de Lima et al. **Amazon acai: Chemistry and biological activities**. Food Chemistry, [s.l.], v. 179. Elsevier BV. jul. 2015. p.137-151.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP

Escola de Farmácia



ATESTADO DE CORREÇÃO

Atesto que **THAMIRES MARIANE DE OLIVEIRA**, matricula 12.2.2190 realizou todas as correções exigidas pela Banca examinadora no manuscrito do Trabalho de Conclusão de Curso: **DESENVOLVIMENTO DE EMULSÃO COSMÉTICA CONTENDO ÓLEO VEGETAL EXTRAÍDO DO AÇAÍ - *Euterpe oleracea***.

Ouro Preto, 03 de julho de 2018.

Giule Rodrigues da Silva
 GISELE RODRIGUES DA SILVA
 Orientadora - DE FAR-ET-UFOP