

AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE UM SABONETE LÍQUIDO MANIPULADO À BASE DE ARGILA BRANCA¹

EVALUATION OF THE PHYSICOCHEMICAL STABILITY OF A WHITE CLAY-BASED LIQUID SOAP

**Mariely Kaliany Oliveira Pinheiro²
Marília de Sá Leitão Benevides³
Cândida Maria Soares Mendonça⁴**

RESUMO

Argila é um material natural, terroso e de granulação fina, onde os minerais encontrados em sua composição é o que determina a finalidade e quais as funções vão realizar na pele. O objetivo deste trabalho foi avaliar a estabilidade físico-química da formulação de um sabonete líquido facial manipulado de argila branca. A formulação foi submetida ao controle de qualidade para verificação do aspecto, cor, odor, viscosidade e verificação do pH. Além disso, foi realizado teste de estabilidade acelerada, no qual os itens avaliados no controle de qualidade foram analisados durante 90 dias, nas amostras armazenadas sob diferentes temperaturas (25°C em temperatura ambiente, 4°C em geladeira e 40°C na estufa). Após, os dados obtidos na pesquisa foram tabulados para posterior análise dos resultados. Foi observado que o sabonete de argila branca apresentou qualidade e estabilidade quando armazenado na temperatura ambiente, durante o período de análise, mostrando-se adequado para uma maior segurança para a comercialização desses produtos na farmácia de manipulação.

Palavras-chaves: Sabonete líquido. Argila branca. Estabilidade.

ABSTRACT

Clay is a natural, earthy, and fine-grained material. The mineral in its composition determines its effect and the chemical functions it will perform on the skin. The objective of this work was to evaluate the physicochemical stability of white clay facial liquid soap formulation. The formulation was subjected to quality control through verification of appearance, color, odor, viscosity, and pH verification. In addition, an accelerated stability test was performed in which the items evaluated in quality control were analyzed for 90 days in samples stored at different temperatures (25°C in room temperature, 4°C in fridge and 40°C in oven). Afterwards, the data obtained in the research were tabulated for further analysis of the results obtained. It was observed that the white clay soap displayed quality and stability when stored at room temperature during the period of analysis, showing itself to be adequate for greater safety when these products are sold in the compounding pharmacy.

¹ Artigo apresentado à Universidade Potiguar, como parte dos requisitos para obtenção do Título de Bacharel em Farmácia, em 2021.

² Graduanda em Farmácia pela Universidade Potiguar – E-mail: marielyoliveira327@yahoo.com

³ Graduanda em Farmácia pela Universidade Potiguar – E-mail: mariliadesaleitao@hotmail.com

⁴ Professora-Orientadora. Mestra em Ciências Farmacêuticas. Docente na Universidade Potiguar – E-mail: candida.m.mendonca@unp.br

Keywords: Liquid soap. White clay. Stability.

1. INTRODUÇÃO

Os sabonetes líquidos estão ganhando destaque no mercado cosmético pelo consumidor, em função da melhor fixação do perfume e do seu potencial de hidratação e suavidade na pele. São produtos que apresentam composição muito semelhante aos dos shampoos, contendo apenas algumas diferenças, como por exemplo, a quantidade de espuma e a suavidade. Essas características são extremamente valorizadas, pois fazem com que o teor de ativo e agentes de condicionamento sejam adicionados em maiores concentrações. Os sabonetes líquidos podem ser direcionados para higiene corporal, facial (principalmente para peles oleosas ou jovens) e para higiene das mãos (CANGUSSÚ et al., 2015).

A formulação dos sabonetes líquidos geralmente é constituída por um tensoativo como, por exemplo, o lauril éter sulfato de sódio e co-tensoativos como cocoamido propil betaína, nas quais são utilizados para garantir a estabilidade da espuma e aumentar a viscosidade. O cloreto de sódio (NaCl) é um dos ativos mais comumente utilizados como espessante dessas formulações, promovendo um aumento da viscosidade. Também fazem parte da composição desses produtos matérias-primas emolientes, preservantes, sequestrantes, princípios ativos e fragrâncias (CANGUSSÚ et al., 2015).

De acordo com Garcia et al (2009) apud Barros (2014), os sabonetes líquidos apresentam como principal característica o fato de possuírem entre 45% a 60% de tensoativos, diante disso, esses produtos podem ser transparentes ou perolados. Esse tipo de formulação vem tomando lugar nas prateleiras de perfumaria e, principalmente, nas linhas de cosméticos já tradicionais do mercado brasileiro.

As argilas são compostas por partículas cristalinas micrométricas de minerais, como os silicatos de alumínio hidratado, componente mais abundante em todos os tipos de argila. Podem estar presentes outros elementos como, magnésio, ferro, cálcio, sódio, potássio entre outros. Sua composição é o que determina a finalidade e quais as funções que irá realizar na pele. A composição mineralógica das argilas e sua forma estrutural é o que define suas diferentes propriedades, variando de acordo com o tipo de argila. (CORDEIRO et al., 2019).

As argilas utilizadas para fins cosméticos e farmacêuticos devem seguir uma série de requisitos de segurança química (pureza, estabilidade, inércia química), física (tamanho da partícula, textura) e toxicológica (controlado teor de metais pesados), para oferecerem produtos com alto grau de qualidade (BALDUINO, 2016).

Atualmente, o consumidor tem se tornado, cada vez mais, exigente e criterioso com a qualidade dos produtos que utiliza. É crescente a sua preocupação em fazer uso de produtos menos agressivos, principalmente, os de origem natural. Os benefícios mais conhecidos relacionados aos cosméticos à base de argila são a purificação e remineralização da pele, ação tensora, anticaspas, cicatrizante e eficácia no combate a oleosidade da pele (BARROS, 2014).

A estabilidade é um parâmetro de validação pouco descrita, mas necessária para assegurar a qualidade do produto, desde a fabricação até a expiração do prazo de validade. De acordo com Isaac (2008) citado por Ferreira e Zatti (2013) o estudo da 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 auxiliar no monitoramento da estabilidade

organoléptica, físico-química e microbiológica, produzindo informações sobre a confiabilidade e segurança dos produtos.

O presente estudo propõe analisar e avaliar a eficácia de um produto na forma cosmética de sabonete líquido à base de argila branca, através da estabilidade, sob os aspectos físico-químicos como pH e características organolépticas, devido a esse tipo de argila possuir um pH muito próximo ao da pele podendo ser usadas em peles sensíveis e seca, como também em peles oleosas já que absorve a oleosidade sem desidratar.

Este artigo científico foi elaborado por meio de um experimento que consiste em determinar um objeto de estudo, neste caso o sabonete, selecionar as variáveis que serão capazes de influenciá-lo, definir as formas de controle e de observação dos efeitos que a variável (métodos físico-químicos) irá produzir no objeto (GIL, 2008). O experimento foi realizado com as substâncias doadas pela Farmaformula Assu, utilizamos para realização dos testes de estabilidade, a estufa da Universidade Potiguar e o refrigerador e o pHmetro também disponibilizado pela Farmafórmula.

Portanto, segundo Gil (2008), para interpretar os resultados, o pesquisador precisa ir além da leitura dos dados, com vistas a integrá-los num universo mais amplo em que poderão ter algum sentido. Daí a importância da revisão da literatura, essa bagagem de informações, que contribuiu para formular e delimitar o problema e construir as hipóteses, e auxiliar na etapa de análise e interpretação para conferir significado aos dados.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Argilas

Argila é denominada como uma rocha constituída por um grupo de minerais que recebem o nome de argilominerais, que são silicatos de Al, Fe e Mg hidratados, com estruturas cristalinas em camadas (filossilicatos), constituídos por folhas contínuas de tetraedros SiO₄, ordenados de forma hexagonal, condensados com folhas octaédricas de hidróxidos de metais tri e divalentes (COELHO; SANTOS, 2007). Dessa forma, as argilas são materiais constituídos por partículas finamente divididas formadas essencialmente por argilominerais, um material natural, terroso, de granulação fina, que quando hidratada adquire certa plasticidade. Argila e argilomineral referem-se a materiais encontrados na natureza (BALDUINO, 2016).

Segundo Ribeiro (2010) apud Amorim e Piazza (2012), os tipos de classificação básica das argilas são provenientes da decomposição de milhões de anos, das rochas feldspáticas e rochas sedimentares. Essas abundantes na costa terrestre, que formam a caulinita material básico das argilas, que são classificadas em duas categorias: primárias, secundárias ou sedimentos. As primárias são pouco atacadas pelos agentes atmosféricos, possuem partículas mais grossas e coloração mais clara, pouco plástica e contém uma grande pureza com alto nível de fusão, como por exemplo, o caulim. Já as secundárias ou sedimentos são as mais finas ou plásticas, podem conter impurezas que são agregadas ao se misturarem com outras matérias orgânicas.

Antigamente os humanos já empregavam a argila em diferentes atividades, como por exemplo, na fabricação de objetos, como também para uso medicinal. Os egípcios acreditavam que essa era nada mais que barro, além de ser um dos melhores remédios que existia na natureza (BARROS, 2014). Assim, as argilas podem ser utilizadas como produtos cosméticos para o tratamento da pele e cabelos.

As argilas proporcionam benefícios buscados no meio estético que se dão por meio da ação adstringente, bactericida, tensora, absorção de impurezas que propiciam uma melhora da pele por remover o brilho, cobrir as manchas, renovar as células e hidratar, além de contribuir para a melhora de processos inflamatórios de furúnculos, acne e úlceras (BALDUINO, 2016).

De acordo com Balduino (2016), na indústria farmacêutica e de cosméticos que buscam argilas com condições ideais para serem usadas em determinados produtos, estas devem possuir propriedades físicas e químicas bem definidas, sendo elas: elevada área superficial, alta capacidade de absorção, alta capacidade de troca catiônica, dimensão coloidal favorável, elevado índice de refração e retenção de calor, baixa dureza, adstringência, inércia química, baixa toxicidade dentre várias outras. As argilas que se enquadram neste perfil são as esmectitas, paligorsquita, caulinita e talco, e por possuírem estas características são as mais usadas para produtos deste segmento.

Há muito tempo a argila é usada como excipiente para várias formas farmacêuticas, e mesmo que não seja de alto risco possui contraindicações como qualquer outro medicamento, dentre eles: hipertensão e constipação. Outra contraindicação é caso houver a ingestão de óleo mineral ou de oliva nos vinte dias que antecede o tratamento ou caso tenha dieta rica em gordura, pois esses tipos de óleos provocam a coagulação de argila, com conseguinte, obstrução dos órgãos. Portanto, é aconselhável à máxima prudência quanto aos tratamentos alternativos e sempre consultar um médico antes de uma terapia a base de argila, tanto para uso interno como externo. No Brasil, é proibida a terapia de ingestão de argila pelos órgãos regulamentados (AMORIM E PIAZZA, 2012).

Aplicadas como excipientes ou como substâncias ativas, as argilas devem preencher um número de exigências relativas à segurança e a estabilidade, devendo apresentar principalmente a inocuidade química e microbiológica (AMORIM E PIAZZA, 2012). Ideais para uso no ramo cosmético e farmacêutico as argilas podem ser classificadas pela sua cor e finalidade cosmética a que se destina, dependendo da sua composição química, conforme o quadro 01.

Quadro 01 – Tipo, composição e função das argilas.

TIPO	COMPOSIÇÃO	FUNÇÃO
<p>Argila Branca (Caulin)</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Caulinita (silicato de alumínio hidratado); - Rica em alumínio e silício. 	<ul style="list-style-type: none"> - Remineralizante; - Melhora a circulação sanguínea; - Promove ação antisséptica; - Ajuda a clarear a pele; - Reduz processos Inflamatórios.
<p>Argila Verde (Montmorilonita)</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Rica em silício e zinco e sua coloração deve-se a presença de óxido de ferro. 	<ul style="list-style-type: none"> - Atividade sebo-reguladora (adstringente) e purificadora; - Estética facial: peles oleosas e acneicas; - Estética corporal: promover tensionamento (combate da celulite); - Desintoxicante e cicatrizante.
<p>Argila vermelha (atapulgita)</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Rica em óxido de ferro e cobre. 	<ul style="list-style-type: none"> - Estética facial: ação reguladora do fluxo sanguíneo e vascular; - Estética corporal: efeitos antinflacidez e ativar a microcirculação.

		
Argila Rosa 	<ul style="list-style-type: none"> - Mistura da argila branca e a vermelha; - Rica em mistura da argila branca e a vermelha. 	<ul style="list-style-type: none"> - Antioxidante, calmante e, é muito usada para peles secas e sensíveis; - Facilita a circulação sanguínea e regula a microcirculação.
Argila preta ou lama-negra (fangoterapia) 	<ul style="list-style-type: none"> - Obtida em grandes profundidades; - Rica em alumínio, silício e titânio. 	<ul style="list-style-type: none"> - Anti-inflamatória; - Cicatrizante; - Antiartrósica; - Antitumoral; - Estética facial e corporal; fangoterapia. <p>Fangoterapia – uso terapêutico do fango. Fango - lama com origem em terras vulcânicas, em mistura com águas termais.</p>
Argila amarela 	<ul style="list-style-type: none"> - Rica em silício e potássio. 	<ul style="list-style-type: none"> - Nutrição e reconstrução celular; - Retardamento e contribuição para o antienvelhecimento; - Estética facial: purificação.
Argila rosa 	<ul style="list-style-type: none"> - Rica em magnésio. 	<ul style="list-style-type: none"> - Manter a pele com aspecto mais jovem devido a sua ação iônica de bioestimulação; - Estética facial: nutrição celular; - Estética corporal: eliminação de toxinas para o meio extracelular.

Fonte: Adaptado de Barros (2014) e Amorim e Piazza (2012).

2.2 Forma Cosmética Líquida – sabonetes

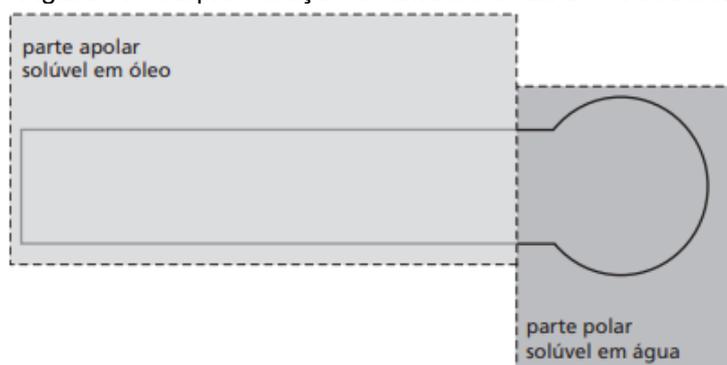
Os sabonetes são apresentados das seguintes formas: sólidos, líquidos ou pastosos. Cada um deles tem uma finalidade específica. A função dos sabonetes líquidos é de promover a limpeza da pele, por meio da eliminação de resíduos e material graxo, suor, poeira, células mortas, microorganismos e resíduos cosméticos. Como todo produto cosmético, a formulação deve ser agradável no aspecto e aplicação, com viscosidade adequada, produzir espuma suficiente e não ser irritante para olhos e pele (BARROS, 2014).

De acordo com Ferreira (2010) citado por Barros (2014), a maioria das formulações de sabonetes líquidos contém os seguintes tipos de ingredientes:

Tensoativo primário (espuma, limpeza); Tensoativo secundário-opcional (estabilização da espuma reduz a irritação); Doador de viscosidade (controla a viscosidade); Corante-opcional (colorir); Opacificantes-opcional (perolizante); Conservantes (conservação); Agente sequestrante ou quelante (estabilizar cor/perfume, aumentar eficácia do sistema conservante); Fragrância (perfumar); Agentes suspensores e espessantes (evitar a sedimentação dos ingredientes insolúveis incorporados nos sabonetes líquidos); Ingrediente ativo- opcional (atividade terapêutica ou cosmética) e água (veículo).

Os tensoativos ou surfactantes ou são compostos anfifílicos, orgânicos ou organometálicos, ou seja, substâncias caracterizadas pela presença em suas estruturas moleculares de duas regiões, uma polar e hidrofílica e outra apolar e hidrofóbica, que possibilitam a interação entre meios que apresentam polaridades diferentes como, por exemplo, água e óleo (SILVA et al, 2015). Segundo Daltin (2012), para representar esse tipo de molécula, usa-se tradicionalmente uma barra (que representa a parte apolar da molécula – portanto solúvel em hidrocarbonetos, óleos e gorduras) e um círculo (que representa a sua parte polar, solúvel em água), conforme a mostra a figura abaixo:

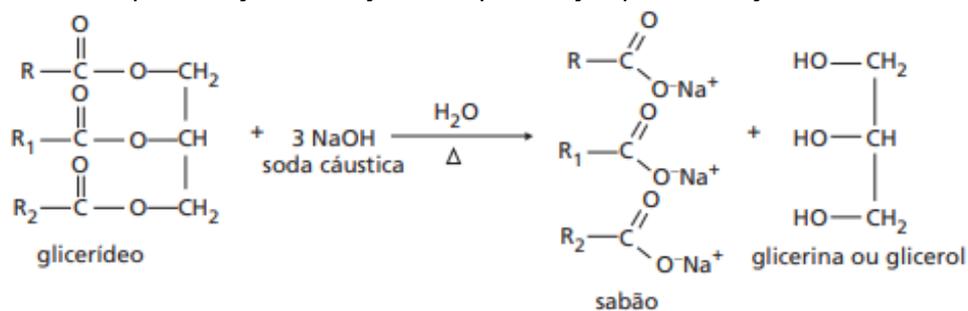
Figura 01 – Representação de uma molécula de tensoativo.



Fonte: Daltin (2012).

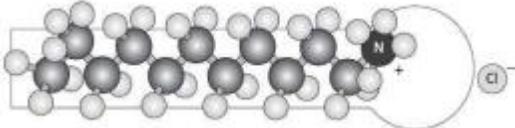
De acordo com Daltin (2012), o sabão é produzido há milhares de anos e ainda hoje é um dos mais importantes tensoativos no mundo. Muitas pessoas ainda produzem sabão utilizando gordura animal e soda cáustica (hidróxido de sódio). A gordura animal apresenta triglicérides que, na presença da soda cáustica e sob aquecimento, se decompõem em ácidos graxos que são neutralizados, numa reação que gera um sal de ácido graxo (o sabão) e água, conhecida como reação de saponificação, mostrados na figura a seguir:

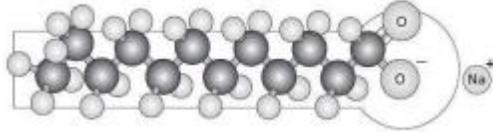
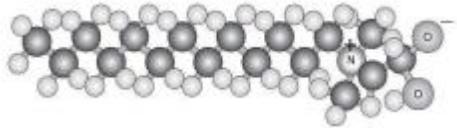
Figura 02 – Representação da reação de saponificação para obtenção do sabão.



A estrutura dos surfactantes iônicos, de uma forma geral, pode ser expressa como R-X, na qual R é uma cadeia de hidrocarboneto variando de 8–18 átomos (normalmente linear) e X é o grupo cabeça (polar ou iônico). Dependendo da natureza de X, os tensoativos podem ser classificados como não iônicos, catiônicos, aniônicos ou anfóteros (SILVA et al, 2015). O quadro abaixo mostra os tipos de tensoativos, suas características e alguns exemplos desses tensoativos.

Quadro 02 – Tipos de tensoativos.

TENSOATIVO	CARACTERÍSTICAS	EXEMPLOS
<p>Não-iônico</p>	<p>Não apresentam cargas verdadeiras (ou seja, não originados de sais dissociados), como os etoxilados; maioria dos tensoativos não iônicos a solubilidade decresce com o aumento da temperatura; não reagem com os tensoativos aniônicos ou catiônicos, podendo ser formulados com qualquer um deles.</p> 	<p>Derivados do polioxietileno e polioxipropileno (de compostos com alquil fenol e álcool, ésteres de ácidos graxos, alquilaminas, amidas e mercaptanas) ou polialcoois, ésteres de carboidratos, amidas de álcoois graxos e óxidos de amidas graxas.</p>  <p>Álcool dodecílico etoxilado</p>
<p>Catiônico</p>	<p>Apresenta carga positiva na região polar da molécula, pois é o cátion de um sal; menos solúveis em água que os tensoativos aniônicos; menor disponibilidade de tipos de tensoativos catiônicos que de aniônicos no mercado e os disponíveis possuem em sua estrutura o nitrogênio quaternário.</p> 	<p>Brometo de cetiltrimetil amônio (CTAB), brometo de dodeciltrimetil amônio (DTAB), cloreto de cetilpiridínio (CICP) e cloreto de benzalcônio (BKC).</p>  <p>Quaternário de amônio</p>

<p>Aniônico</p>	<p>Apresenta carga negativa na região polar; muito solúveis em água; mais utilizada pela indústria em geral pois nessa classe se encontram os tensoativos principais dos sabões, sabonetes, xampus e detergentes.</p> 	<p>Dodecil sulfato de sódio (SDS), dodecil benzeno sulfonato de sódio (DDBS), bis (2 etil hexil) sulfosuccinato sódico (Aerossol OT) e di-hexadecil fosfato (DHF) e os sais biliares como colato de sódio (CS) e deoxicolato de sódio (SDC).</p>  <p>Dodecanoato de sódio</p>
<p>Anfótero</p>	<p>Comportam-se como aniônicos ou catiônicos, dependendo do pH da solução em que se encontram; se comportam como tensoativos aniônicos em meio alcalino, pois a alta concentração de hidroxilas neutraliza a carga positiva e, se comportam como tensoativos catiônicos em meio ácido; são compatíveis com os tensoativos aniônicos e catiônicos, pois não os neutralizam, já que apresentam carga total nula.</p> 	<p>N-alkil e C-alkil betaína e sultaína, como também álcool amino fosfatidil. Exemplos desta categoria são: 3-(dodecildimetil amônio) propano-1-sulfato (SB-12), 4 (dodecildimetil amônio) butirato (DAB), bem como diversas lecitinas.</p> 

Fonte: Autoria própria, 2021.

No Brasil o órgão responsável por estabelecer normas e padrões de qualidade, bem como o acompanhamento e execução das políticas, diretrizes e ações de vigilância sanitária compete a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), amparada pela Lei nº 6.360 de 23 de setembro de 1976, que dispõe sobre a vigilância sanitária os medicamentos, as drogas, os insumos farmacêuticos e correlatos, cosméticos, saneantes e outros (BRASIL, 1976).

De acordo com a Lei nº 6.360/76, define cosméticos com “Produtos para uso externo, destinados à proteção ou ao embelezamento das diferentes partes do corpo, tais como pós faciais, talcos, cremes de beleza, creme para as mãos e similares, máscaras faciais, loções de beleza, soluções leitosas, cremosas e adstringentes, loções para as mãos, bases de maquiagem e óleos cosméticos, rugas, blushes, batons, lápis labiais, preparados anti- solares, bronzeadores e simulatórios, rímeis, sombras, delineadores, tinturas capilares, agentes clareadores de cabelos, preparados para ondular e para alisar cabelos, fixadores de cabelos, laquês, brilhantinas e similares, loções capilares, depilatórios e epilatórios, preparados para unhas e outros”.

Conforme a Resolução de Diretoria Colegiada (RDC) nº 4, de 30 de janeiro de 2014, que define e classificam os produtos de Higiene Pessoal, Cosméticos e Perfumes, divide estes produtos em dois grupos: Produtos de Grau 1 (produtos com risco mínimo) que se caracterizam por possuírem propriedades básicas ou elementares, cuja comprovação não seja inicialmente necessária e não requeiram informações detalhadas quanto ao seu modo de usar e suas restrições de uso; e Produtos de Grau 2 (produtos com risco potencial) que possuem indicações específicas, cujas características exigem comprovação de segurança e/ou eficácia, bem como informações e cuidados, modo e restrições de uso (BRASIL, 2014). Desse modo, o sabonete líquido facial se enquadra de acordo com Resolução nos Produtos de Grau 1, sabonete facial e/ou corporal (exceto os com ação anti-séptica ou esfoliante químico).

2.3 Técnicas empregadas para avaliação da estabilidade acelerada do sabonete líquido

A Resolução de Diretoria Colegiada (RDC) nº. 67 de 8 de outubro de 2007, dispõe sobre Boas Práticas de Manipulação de Preparações Magistrais e Oficiais para uso humano em farmácias, de acordo com seu anexo I “a farmácia deve assegurar a qualidade físico-química e microbiológica (quando aplicável) de todos os produtos reembalados, reconstituídos, diluídos, adicionados, misturados ou de alguma maneira manuseados antes da sua dispensação” (BRASIL, 2007).

Segundo a mesma Resolução o controle de qualidade das preparações magistrais e oficiais devem ser realizados, no mínimo, os seguintes ensaios, de acordo com a Farmacopéia Brasileira ou outro Compêndio Oficial reconhecido pela ANVISA, nas preparações sólidas os ensaios de descrição, aspecto, caracteres organolépticos, peso médio; nas preparações semi-sólidas os ensaios de descrição, aspecto, caracteres organolépticos, pH (quando aplicável), peso; e nas Líquidas não-estéreis os ensaios de descrição, aspecto, caracteres organolépticos, pH, peso ou volume antes do envase. Os resultados dos ensaios devem ser registrados na ordem de manipulação, junto com as demais informações da preparação manipulada. O farmacêutico deve avaliar os resultados, aprovando ou não a preparação para dispensação. (BRASIL, 2007).

O estudo de estabilidade de produtos cosméticos 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, conforme retrata no Guia de Estabilidade de Cosméticos da ANVISA. Vários fatores podem afetar a estabilidade de um produto e são classificadas em extrínsecas quando são determinadas por fatores externos – tempo, temperatura, luz e oxigênio, umidade, material de acondicionamento, vibração e microrganismos – ou, intrínsecas quando são determinadas por fatores relacionados a formulação – incompatibilidade física e química (BRASIL, 2004).

Os parâmetros a serem avaliados na estabilidade devem ser definidos pelo formulador e dependem das características e ativos utilizados na formulação, avaliam-se os parâmetros organolépticos, os parâmetros físico-químicos e os parâmetros biológicos (ANVISA, 2004).

Segundo a ANVISA (2004), antes de iniciar os estudos de estabilidade, recomenda-se submeter o produto ao teste de centrifugação. Sugere-se centrifugar uma amostra a 3.000 rpm durante 30 minutos. O produto deve permanecer estável e qualquer sinal de instabilidade indica a necessidade de reformulação. Se aprovado nesse teste, o produto pode ser submetido aos testes de estabilidade.

A Estabilidade Acelerada também conhecida como estabilidade normal ou exploratória tem como objetivo fornecer dados para prever a estabilidade do produto, tempo de vida útil e compatibilidade da formulação com o material acondicionado. Esse teste tem duração de noventa dias, e em alguns casos pode ser estendida por seis meses ou até um ano (ANVISA, 2004).

Segundo a ANVISA (2004), as amostras podem ser submetidas a aquecimento em estufas, resfriamento em refrigeradores, exposição à radiação luminosa e ao ambiente.

- Os valores geralmente adotados para temperaturas elevadas são:

Estufa: $T = 37 \pm 20$ C

Estufa: $T = 40 \pm 20$ C

Estufa: $T = 45 \pm 20$ C

Estufa: $T = 50 \pm 20$ C

- Os valores geralmente adotados para baixas temperaturas são:

Geladeira: $T = 5 \pm 20$ C, ou

Freezer: $T = -5 \pm 20$ C, ou $T = -10 \pm 20$ C

- Exposição à radiação luminosa: pode alterar a cor e o odor do produto levando a degradação da formulação, a fonte luminosa utilizada nesse método pode ser a luz solar captada na vitrine ou lâmpadas que possuam o mesmo espectro de emissão de luz semelhante a luz solar.

As amostras submetidas aos testes de estabilidade acelerada devem ser armazenadas em seu material de acondicionamento. A periodicidade da avaliação das amostras pode variar, porém o mais usual neste estudo acelerado é avaliar o produto no tempo zero, 24 horas, 7, 15, 30, 60 e 90 dias, se caso o estudo perdure por mais tempo avaliar a cada 30 dias até o término de duração do teste (ANVISA, 2004).

Outro teste a ser realizado é o teste de prateleira que tem como objetivo comprovar o prazo de validade estimado no teste de estabilidade acelerada, avaliando o comportamento do produto em condições normais de armazenamento. As amostras são analisadas periodicamente até que se expire o prazo de validade e devem ser observados os parâmetros organolépticos, físico-químicos e biológicos (ANVISA, 2004).

De acordo com ANVISA (2004), os parâmetros a serem avaliados devem ser definidos pelo formulador, dependem das características da formulação e dos componentes utilizados. De modo geral, avaliam-se:

- Características organolépticas: aspecto, cor, odor e sabor, quando aplicável;
- Características físico-químicas: valor de pH, viscosidade e densidade, entre outros;
- Características microbiológicas: estudo do sistema conservante do produto por meio do teste de desafio efetuado antes e ou após o período de estudo acelerado.

Portanto, o estudo de estabilidade visa avaliar a capacidade de um produto em manter as características organolépticas, físico-químicas, microbiológicas e de segurança e eficácia. Dessa forma, o estudo da estabilidade deve ser visto como um requisito necessário para a garantia da qualidade do produto e não somente como uma exigência do Órgão Regulamentador propiciando assim produtos seguros e com qualidade no mercado contribuindo, para a proteção da saúde da população.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A Tabela 1 apresenta as matérias-primas com seus fornecedores, funções e respectivas concentrações dos componentes da formulação.

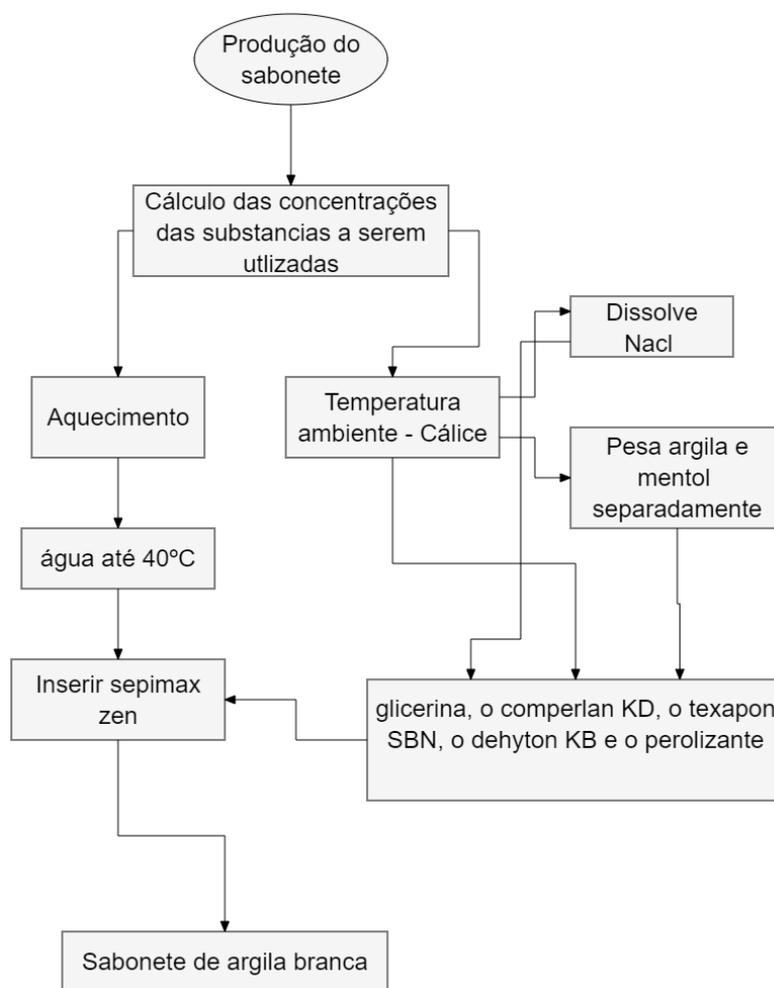
Tabela 01 – Matérias-primas, funções e concentrações dos componentes do sabonete.

MATÉRIA - PRIMA	FUNÇÃO	CONCENTRAÇÃO
Glicerina (Fagron)	Umectante	10%
Comperlan KD – amida 90 (Pharma Special)	Espessante	1%
Texapon SBN – Lauril Éter Sulfosuccinato de Sódio (Galena)	Tensoativo aniônico	32%
Dehyton KB – Cocoamidopropilbetaina (Fagron)	Tensoativo anfótero	5%
Dehyton PK 771 – perolizante (Mapric)	Detergente	6%
Cloreto de Sódio Farmacêutico (Organic)	Espessante	3%
Água deionizada	Veículo	q.s.p
Sepimax Zen (Vepakum)	Agente gelificante e espessante	1,2%
Mentol (Pharma Special)	antisséptico e antipruriginoso	0,1%
Argila Branca (Florien)	Ativo	10%

Fonte: Autoria própria, 2021.

TÉCNICA DE PREPARO: Em um béquer aquecer parte da água até atingir 40°C e inserir o sepimax zen, e sob agitação esfriar (A). Em um cálice adicionar a glicerina, o comperlan KD, o texapon SBN, o dehyton KB e o perolizante sob agitação lenta para não formar espuma (B). Em outro béquer dissolver totalmente o cloreto de sódio farmacêutico em uma quantidade suficiente de água (C). Adicionar (C) em (B) para poder aumentar a viscosidade do sabonete, em seguida, misturar em (A) sob agitação e completar o volume final para 500mL com água destilada, ficando o sabonete com um aspecto de gel, devido ao aumento da viscosidade. Em seguida, em um gral triturar a argila branca e levigar com glicerina, e em outro gral tritura o mentol levigando com álcool e adicionar sobre o sabonete já pronto sob agitação lenta para não ocorrer formação de espuma. Medir o pH e se necessário corrigir de forma a obter o pH entre 5,5 e 7,0. Envasar somente após 24 horas de descanso, para que caso haja formação de espuma, a mesma desapareça.

Figura 03 – Fluxograma da técnica de preparo do sabonete líquido de argila branca.



Fonte: Autoria própria, 2021.

3.1. Avaliação das características sensoriais do produto

Neste estudo não houve a realização de testes dentro dos padrões científicos exigidos para a análise sensorial, conforme a Associação Brasileira de Normas Técnicas. Houve apenas avaliação de caráter orientativo, onde o produto foi submetido a algumas pessoas no próprio laboratório, em que foram analisadas as sensações durante a lavagem e após a secagem do rosto, bem como a observação visual das amostras, odor e cor.

3.1.1 Aspectos organolépticos

As amostras foram observadas visualmente quanto às alterações do tipo cor, odor e aspecto (homogeneidade) e viscosidade, no dia em que a fórmula foi elaborada, 07 dias, 15 dias, 30 dias, 60 dias e 90 dias após o acondicionamento em geladeira, estufa e temperatura ambiente.

3.1.2 Determinação de pH

Para a determinação do valor de pH utilizou-se o pHmetro de bancada PG2000 Gehaka inserindo o eletrodo diretamente nas amostras. A determinação do pH realizada no dia da elaboração da formulação, 7, 15, 30, 60 e 90 dias após o acondicionamento das amostras.

3.2 Teste de estabilidade

A formulação foi desenvolvida com o intuito de verificar a tempo de vida útil e compatibilidade da formulação com o material de acondicionamento. Os parâmetros utilizados limitaram-se às análises propostas, que foram conduzidas imediatamente após o preparo dos produtos (tempo zero) e ao final de cada teste, de acordo com metodologia de avaliação da estabilidade acelerada apresentada pelo Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos (Anvisa, 2004). As amostras foram acondicionadas nos frascos de plásticos com tampa e em béquer de vidro tampado nas temperaturas de 4° a 5°C (geladeira), 40°C em estufa da Ethik Technology e 25°C temperatura ambiente por um período de 90 dias.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A formulação do sabonete líquido de argila branca apresentou na sua composição uma mistura dos agentes de limpeza o lauril éter sulfosuccinato de sódio (tensoativo aniônico) e cocoamidopropilbetaina (tensoativo anfótero). Ambos contribuíram sinergicamente para o aumento da viscosidade, além de apresentarem propriedade de diminuir a tensão superficial da água e de outros líquidos. O cloreto de sódio foi empregado como agente responsável pelo ajuste da viscosidade, dada pela dilatação das moléculas do tensoativo e do eletrólito, oferecendo maior resistência ao movimento. Além dele, a dietanolamina ácido graxo de coco (amida 90) contribuiu também para o aumento da viscosidade já que atua como agente espessante.

A glicerina foi utilizada por ter ação umectante, sendo um componente importante e apresentar propriedades higroscópicas (capaz de reter umidade), absorvendo água do meio ambiente ajudando, dessa forma, a pele a reter a umidade, e facilitando a hidratação cutânea. O Sepimax Zen foi empregado como polímero espessante hidrofílico, contribuindo para formar o gel. Para melhor aparência e fragrância da formulação foi empregado o mentol, ao qual geralmente promove a

sensação de refrescância e limpeza, proporcionando assim, uma maior aceitação do produto pelo consumidor, além de possui ação antisséptica.

O ativo da formulação selecionado foi a argila branca por possuir também uma ação antisséptica, com alta excelência no controle de acne e clareamento do tônus geral da pele, podendo ser utilizada em todos os tipos de pele diariamente, principalmente as oleosas, pois absorve a oleosidade em excesso sem desidratar. Posteriormente, foi preparada a formulação seguindo-se as boas práticas de fabricação e controle, recomendado pela Resolução da Diretoria Colegiada (RDC) 67/2007 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA).

As características do produto que podem afetar a aceitação pelo pessoal são: odor, consistência e cor. No caso de sabonetes, a facilidade de se espalhar pode interferir na preferência. Quando submetidas à análise sensorial, a formulação foi aceita visualmente, sua aparência agradável e a sensação foi de sensorial agradável.

No tempo zero (preparo do sabonete), a formulação foi analisada, e apresentou aspecto uniforme, sem separação de fases, cor cinza claro, odor característico de tensoativos; valor de pH 6,8 a 25°C e líquido viscoso. As tabelas abaixo mostram os resultados obtidos nas análises dos testes sobre a formulação.

O estudo do pH é de extrema importância, uma vez que o pH do produto deve ser mantido durante seu prazo de validade (90 dias), pois a alteração do pH pode significar alteração da estabilidade da formulação. De acordo com os resultados obtidos nos testes realizados não houve alterações significativas do pH em função do tempo, como também a temperatura de armazenamento não interferiu no pH da formulação. Não houve alteração no aspecto visual da formulação, a mesma permaneceu uniforme durante todo período de teste.

A viscosidade também é um fator muito importante no desenvolvimento de produtos cosméticos e está relacionada a aceitação do consumidor final. Como não tínhamos equipamento para medição da viscosidade analisamos visualmente e não houve alteração na viscosidade do sabonete durante os testes, desde o dia preparação até o último dia de teste a viscosidade foi a mesma, tanto em temperatura ambiente, geladeira e estufa. Quanto as características organolépticas, também não houveram alterações, a cor permaneceu durante todo o teste cinza claro, o odor sempre característico da formulação e o aspecto uniforme, não houve separação de fases manteve homogênea.

Tabela 02 – Resultados das análises da formulação em temperatura ambiente.

	TEMPERATURA AMBIENTE (25°C)									
	VIDRO					EMBALAGEM PLÁSTICA				
	ASPECTO	COR	ODOR	pH	VISCOSIDADE	ASPECTO	COR	ODOR	pH	VISCOSIDADE
DIA 1 – 11/08/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	6,8	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	6,8	Viscoso
DIA 2 – 18/08/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,77	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,18	Viscoso
DIA 3 – 26/08/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,73	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,27	Viscoso
DIA 4 – 10/09/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,42	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,25	Viscoso
DIA 5 – 09/10/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,65	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,66	Viscoso
DIA 6 – 08/11/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,22	Pouco Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,29	Viscoso

Fonte: Autores.

Tabela 03 – Resultados das análises da formulação da geladeira.

	GELADEIRA (4°C)									
	VIDRO					EMBALAGEM PLÁSTICA				
	ASPECTO	COR	ODOR	pH	VISCOSIDADE	ASPECTO	COR	ODOR	pH	VISCOSIDADE
DIA 1 – 11/08/2021	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
DIA 2 – 18/08/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,55	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	6,99	Viscoso
DIA 3 – 26/08/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,70	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,01	Viscoso
DIA 4 – 10/09/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,61	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,19	Viscoso
DIA 5 – 09/10/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,86	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,66	Viscoso
DIA 6 – 08/11/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,59	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	7,33	Viscoso

Fonte: Autores.

Tabela 04 – Resultados das análises da formulação da estufa.

	ESTUFA (40°C)									
	VIDRO					EMBALAGEM PLÁSTICA				
	ASPECTO	COR	ODOR	pH	VISCOSIDADE	ASPECTO	COR	ODOR	pH	VISCOSIDADE
DIA 1 – 11/08/2021	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
DIA 2 – 18/08/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso
DIA 3 – 26/08/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso
DIA 4 – 10/09/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso
DIA 5 – 09/10/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso
DIA 6 – 08/11/2021	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso	Uniforme	Cinza claro	Característico	6-7	Viscoso

Fonte: Autoria própria, 2021.

De acordo com as análises feitas nas amostras acondicionadas em vidro e na embalagem plástica de venda, obtivemos as seguintes conclusões:

Na Tabela 1 mostra os resultados das duas amostras em temperatura ambiente 25°C, percebe-se que não houve um aumento significativo do pH estando sempre dentro da margem ideal para um sabonete líquido facial (5 – 7). A viscosidade foi realizada visualmente e durante todo o procedimento, apenas com 90 dias, a amostra que estava acondicionada no vidro apresentou-se um pouco viscosa, isso pode ter se dado devido a penetração da luz através do vidro. A cor cinza claro e o odor característico permaneceram constantes durante todo experimento, não havendo alteração. E por fim o aspecto uniforme ao longo do processo, não existindo separação de fases.

Na Tabela 02 observou-se que as amostras em geladeira a 4°C e acondicionadas tanto em vidro quanto na embalagem plástica não possuíram alteração de pH estando sempre dentro do aceitável, sua viscosidade permaneceu constante durante os 90 dias de experimento, sua cor e odor não tiveram alterações e seu aspecto ficou uniforme durante todo o procedimento.

Na Tabela 03 as amostras acondicionadas na estufa a 40°C não tiveram alteração de pH, onde a leitura foi realizada através da fita de pH e durante todo o experimento o pH permaneceu constante. A viscosidade permaneceu constante durante os 90 dias de experimento, a sua cor e odor não sofreram alterações e seu aspecto sempre sem separação de fases.

Portanto, o sabonete líquido de argila branca, de acordo com o testes físico-químicos, mostra que o mesmo está apto a venda, com uma validade de 90 dias, acondicionado na embalagem plástica, armazenado em temperatura ambiente e sempre longe da luz e da umidade, garantindo ao cliente uma melhor estabilidade do produto vendido dentro do prazo analisado.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O uso de sabonetes com pH entre 5 e 7 é importante para que não se altere as propriedades fisiológicas da pele. Os produtos com pH alcalino não são indicados para uso diário pois podem causar alteração na pele, deixando-a seca e áspera. O sabonete líquido desenvolvido apresentou pH adequado para a região destinada, e qualidade e estabilidade adequadas em temperatura ambiente durante o estudo de estabilidade acelerada realizado por 90 dias. Para a garantia das características adequadas de conservação e armazenamento, deve ser armazenada em frascos plásticos do tipo PVC, na cor branca, para se manter protegida da luz, além da recomendação para conservação do produto a temperatura ambiente.

O desenvolvimento de produtos com qualidade sensorial e boa estabilidade é de grande relevância para a farmácia de manipulação pois a eles vão ser incorporados ativos prescritos nas receitas médicas e consequentemente proporcionar ao cliente um resultado melhor, maior aderência ao tratamento e fidelização à farmácia.

REFERÊNCIAS

- AMORIM, M. I. de; PIAZZA, F. C. P. **Uso das argilas na estética facial e corporal**. 13p. Pesquisa (pós-graduação). Universidade do Vale do Itajaí. Itajaí-SC, 2012.
- BRASIL, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Brasília. Anvisa, 2004. 52 p. Disponível: <<http://bvsms.saude.gov.br/bvs/publicacoes/cosmeticos.pdf>>. Acesso em: 19 nov. 2020
- BALDUINO, A. P. Z. **Estudo da caracterização e composição de argilas de uso cosmético**. 2016. 57 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Aplicadas à Saúde) – Universidade Federal de Goiás, Jataí, 2016.
- BARROS, R. M. **Formulação de esfoliante facial à abse de argila e avaliação da eficácia por métodos histológicos e bioquímicos**. 2014. 62 f. Monografia (Curso de Graduação em Farmácia) – Universidade Federal de Campina Grande, Cuité, 2014.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. RDC nº 4, de 30 de Janeiro de 2014. Dispõe sobre os requisitos técnicos para a regularização de produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes e dá outras providências. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**. Brasília, DF, 31 jan. 2014.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. RDC nº 67, de 8 de Outubro de 2007. Dispõe sobre Boas Práticas de Manipulação de Preparações Magistrais e Oficiais para Uso Humano em farmácias. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**. Brasília, DF, 8 out. 2007.
- BRASIL. Lei Nº 6.360, de 23 de Setembro de 1976. Dispõe sobre a Vigilância Sanitária a que ficam sujeitos os medicamentos, as drogas, os insumos farmacêuticos e correlatos, cosméticos, saneantes e outros produtos, e dá outras providências. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**. Brasília, DF, 24 set. 1976, p.12647.
- CANGUSSÚ, I. M., et al. **Desenvolvimento de formulações contendo diferentes concentrações de digluconato de clorexidina e avaliação da estabilidade preliminar das formulações**. Acta Farmacêutica Portuguesa, vol. 4, n.2, 2015, pp. 134-140.
- COELHO, A. C. V.; SANTOS, P. DE S. **Argilas especiais: O que são, caracterização e propriedades**. Química Nova, v.30, n.1, p. 146-152, 2007.
- CORDEIRO, M. B. S. et al. Estudos comparativos de rejeitos industriais de granitos com argila facial aplicadas na cosmetologia. **Anais... IV CONAPESC**. Campina Grande: Realize Editora, 2019. Disponível em: <<http://editorarealize.com.br/artigo/visualizar/56842>>. Acesso em: 19 nov. 2020.
- DALTIN, D. **Tensoativos: química, propriedades e aplicações**. 1 ed. São Paulo: Blucher, 2012.

FERREIRA, R. M.; ZATTI, R. A. Protocolo para ensaios de estabilidade físico-química de Fitocosméticos. **Anais.. V SIMPAC - Volume 5 - n. 1 - Viçosa-MG - jan. - dez. 2013 - p. 493-500.** Disponível em: <<https://academico.univicoso.com.br/revista/index.php/RevistaSimpac/article/viewFile/154/315>>. Acesso em: 19 nov. 2020.

GIL. A. C. **Métodos e técnicas de pesquisa social.** 6 ed. São Paulo: Atlas, 2008.

SILVA, J. D. F. da. et al. **Microemulsões: componentes, características, potencialidades em química de alimentos e outras aplicações.** Química Nova, v. 38, n. 9, p. 1196-1206, 2015.

Agradecimentos

A Deus, que fez com que nossos objetivos fossem alcançados durante todos os anos de estudos, por ter nos permitido que tivéssemos saúde e determinação para não desanimar durante a realização deste trabalho. E por nos permitir ultrapassar todos os obstáculos encontrados ao longo dessa caminhada.

Aos nossos pais e irmãos que nos incentivaram nos momentos mais difíceis e árduos e compreenderam nossas ausências todas as noites durante esses 5 anos, e abdicaram de várias coisas para sempre nos oferecer o melhor.

Aos nossos amigos que sempre estiveram ao nosso lado, pela amizade incondicional e pelo apoio demonstrado ao longo de todo o período.

A professora Cândida por ter sido nossa orientadora e ter desempenhado tal função com dedicação e amizade. As técnicas do laboratório da UnP, que se dispuseram com prontidão a nos ajudar durante os 90 dias de experimento, com muita dedicação e responsabilidade.

A Farmaformula Assu pelo fornecimento do material para o experimento que foi fundamental para o desenvolvimento desse trabalho, em especial a pessoa de Dr. Iuri Gouveia, que com toda paciência e carisma nos acompanhou na realização desse artigo.

Às todas pessoas com quem convivemos ao longo desses anos de curso, que nos incentivaram e que certamente tiveram impacto na nossa formação acadêmica. A todos aqueles que contribuíram, de alguma forma, para a realização deste trabalho.