Estudo de Parâmetros de Estabilidade de Emulsões Cosméticas

Sheila Nara Castoldi Diavão,
Centro Universitário Diocesano do Sudoeste do Paraná – UNICS, Palmas PR, Brasil

A estabilidade de uma emulsão garante ao consumidor qualidade e segurança na sua utilização. Os aspectos homogeneidade, brilho, maciez, bem como a espalhabilidade e pH, estão entre os parâmetros avaliados na estabilidade. Essas características garantem que os produtos possam ser transportados e utilizados em diferentes situações de climas e de temperaturas, sem riscos.

La estabilidad de una emulsión garantiza al consumidor calidad y seguridad en su utilización. Los aspectos de homogeneidad, brillo, suavidad, así como de facilidad de aplicación y pH, están entre los parámetros que deben ser considerados en la evaluación de estabilidad. Estas características garantizan que los productos puedan ser transportados y utilizados en diversas situaciones de climas y de temperaturas, sin riesgos.

The stability of an emulsion guarantees the product quality and safety to the consumer. The homogeneity, brightness, softness aspects, as well as the strengthening and pH properties are among the parameters that must be considered in the stability evaluation. These waxes auto-emulsifier formulation can be shipped and used safely in different environmental situations.

As emulsões são úteis em produtos cosméticos já que possuem uma aparência elegante, sendo agradáveis ao toque e ao olho humano, e se apresentam como uma fase homogênea.

Emulsões cosméticas são preparações farmacêuticas obtidas pela dispersão de duas fases imiscíveis, ou seja, são misturas relativamente estáveis de água e componentes oleosos com a presença de um emulsificante.[1]

São muito utilizadas em cosméticos para aplicação tópica, assim como em preparações farmacêuticas[2] e em suas fases podem ser incorporados ativos hidrossolúveis e/ou lipossolúveis, dependendo de suas características e dos efeitos desejados.[3]

Do ponto de vista médico/cosmético, a emulsão não deve ser irritante, não deve degradar e tem que ser compatível com princípios ativos e aditivos especiais.[3]

A hidrofilia ou lipofilia da fase dispersante classifica a emulsão em: água-em-óleo (A/O), que contém água como fase dispersa sob a forma de pequenas partículas na fase oleosa, e óleo-em-água (O/A), em que a emulsão é composta pela dispersão de material oleoso/graxo na fase aquosa.

Segundo a Farmacopéia Americana (USP, 1990) estabilidade é definida como a amplitude na qual um produto mantém, dentro de limites especificados, as mesmas propriedades e características que possuía quando de sua fabricação, durante seu período de armazenamento e de uso.

A instabilidade física das emulsões é causada pela separação das fases, promovendo mudança considerável na aparência, viscosidade, densidade, redispersabilidade e "performance" do produto. Pode ainda ocorrer a instabilidade química com alterações dos valores de pH, hidrólise de tensoativos, umidade, contaminação microbiana, tamanho da partícula e processos fotoquímicos.[4,5]

Qualquer componente presente na fórmula, ativo ou não, pode afetar a estabilidade de uma emulsão. Variáveis relacionadas à formulação, ao processo de fabricação, ao material de acondicionamento e às condições ambientais e de transporte também podem influenciar. Conforme a origem, essas alterações podem ser classificadas como extrínsecas (determinadas por fatores externos) ou intrínsecas (quando determinadas por fatores inerentes à formulação).[4]

Uma emulsão está exposta a fatores externos como tempo (envelhecimento do produto), temperatura (altas e baixas acelerando reações físico-químicas), luz e oxigênio (reações de óxido-redução), umidade (alteração de volume, peso e aspecto) microrganismos (contaminação), além do material de acondicionamento (embalagens plásticas ou de vidro, bambonas transparentes). Os fatores internos ou intrínsecos estão relacionados com a incompatibilidade química (alteração de pH, reações de óxido-redução, reações de hidrólise, interação entre os componentes da formulação e estes ao material da embalagem).[4]

No preparo de emulsões, as bases autoemulsionantes mais utilizadas são a aniônica, que além de ser muito usada é muito antiga, representada pela *Lanette Wax N* (marca da Cognis) composta por álcool cetoestearílico e cetil estearil sulfato de sódio; e a não-iônica, também muito utilizada, conhecida como *Polawax NF* (marca da Croda) composta por álcool cetoestearílico e monoestearato de sorbitano polioxietileno 20, sendo estas as bases preferidas pela boa estabilidade que apresentam.[6]

Na área cosmética não existe nenhum protocolo oficial padronizando os testes de estabilidade, pois estes devem ser adequados aos objetivos do formulador, da forma cosmética e dos constituintes da formulação.

No intuito de direcionar as indústrias cosméticas e/ou formuladores, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa), publicou um guia de estabilidade sugerindo parâmetros de avaliação e os testes de estabilidade.[4]

Segundo este guia, os testes podem ser classificados de acordo com as seguintes etapas:

- **Teste de centrifugação** a 3 mil rpm, durante 30 minutos. A emulsão deve se manter estável, e qualquer sinal de instabilidade indica a necessidade de reformulação. Se aprovada, pode ser submetida a outros testes de estabilidade.

- **Teste preliminar** ou triagem ou ainda teste de curto prazo, consistindo de testes de laboratório com duração de tempo reduzida. Empregam-se condições extremas de temperatura (variação de -5°C a 50°C) com o objetivo de acelerar possíveis reações entre seus componentes, como o surgimento de alteração nas características organolépticas e físico-químicas. A duração deste estudo é de aproximadamente 15 dias.[4]

CARLOS & TREVISAN
CONSULTORIA

Assessoria Especializada em:

- Boas Práticas de Fabricação (GMP)
- Qualificação de Fornecedores
- Auditorias Técnicas
- Desenho e Reengenharia de Processos
- Validação de Processos
- Projeto de Indústrias Cosméticas
- Capacitação Técnica
- Avaliação e Estudos de Produtividade

TEL/FAX: +55.11 3031.6928

Av. Lineu de Paula Machado, 1162
05601-001 São Paulo SP
trevisan@bighost.com.br

Seus produtos não saem da caixa?

Consulte nossas soluções...

CONSULTORIA ESPECIALIZADA
DESENVOLVIMENTO DE EMBALAGENS
SISTEMAS DE GESTÃO DA QUALIDADE
35 ANOS DE EXPERIÊNCIA

TOLENTINO'S consultoria
tolentinos@globo.com
(11)2061-6833/9493-9903
Sao Paulo - SP

A força da informação em seu negócio

Vigilância Sanitária Digital

O mais completo banco de dados que reúne as publicações do Diário Oficial da União e do Estado relativas à Agência Nacional de Vigilância Sanitária e Ministérios do poder público correlacionados.

Stahl Informática Comércio e Serviços Ltda.
Rua Bartolomeu de Gusmão, 502 - cj.112 • Cep: 04111-021 • São Paulo • SP • Tel.: (11) 5549-1424 • Fax: (11) 3477-1202 • E-mail: stahl@stahl.inf.br • www.stahl.inf.br

CONSULTORIA

R. Brambilla e Associados Consultoria Ltda.

Consultoria Técnica em Produtos Cosméticos e Serviços

- Desenvolvimento de produtos
- Projetos e layouts industriais
- Máquinas e equipamentos para produção, desenvolvimento e controle de qualidade
- Assuntos regulatórios (Anvisa e Mercosul)

Telefones/Fax +55 (11) 5594-1510/2673-2395
brambillaconsultor@gmail.com
rbrambilla@hotmail.com

- **Testes de estabilidade exploratória**, normal ou teste de estabilidade acelerada, tem como objetivo fornecer dados para prever a estabilidade do produto, tempo de vida útil e compatibilidade com o material de acondicionamento.

Duração aproximada de 90 dias, onde as formulações são submetidas a condições menos extremas, sob aquecimento em estufas, resfriamento em refrigeradores, exposição à radiação luminosa e à temperatura ambiente. Os parâmetros avaliados também estão relacionados com as características organolépticas e físico-químicas.[4]

Além desses testes, recomenda-se realizar ainda o **teste de prateleira**, também denominado teste de longa duração ou *shelf life,* que visa comprovar o prazo de validade estimado no teste de estabilidade acelerada. É um estudo que avalia o comportamento do produto em condições normais de armazenamento à temperatura ambiente, avaliadas periodicamente até que se expire o prazo de validade.[4]

Esses testes fornecem informações que indicam o grau de estabilidade relativa de um produto nas variadas condições a que possa estar sujeito desde a sua fabricação até o término de sua validade. Além disso, orienta o desenvolvimento da formulação, uso o material de acondicionamento, o aperfeiçoamento das formulações, estima o prazo de validade e sua confirmação, auxiliando no monitoramento da estabilidade, produzindo informações sobre confiabilidade e segurança do produto.[4]

Os parâmetros analisados na estabilidade são parâmetros organolépticos onde se avalia cor, aspecto e odor e, nos parâmetros físico-químicos, são analisados o valor de pH e a ocorrência de processos fotoquímicos.[4]

Considerando o exposto, o objetivo desse trabalho foi desenvolver e analisar a estabilidade das formulações (emulsão Lanette e emulsão Polawax) frente às variáveis pré-determinadas, visando garantir o tempo de vida útil destas em condições normais de armazenamento, além de determinar e enumerar se estas formulações possuem as características de manter a eficácia, independentemente das condições em que os produtos foram guardados, manuseados e mantidos, utilizando como parâmetro a literatura oficial (Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos), podendo transpor os resultados obtidos para produção em larga escala. Para tal, foram realizados os testes de centrifugação, de estabilidade acelerada e de estabilidade preliminar, considerados suficientes para verificar a estabilidade dessas emulsões, garantindo ao consumidor qualidade, confiabilidade e segurança na sua utilização.

Fórmula 1. Emulsão aniônica Lanette

Fase 1	
Lanette Wax N	20,00%
Alcohol cetyl	2,50
Glycerin	5,00
Propylparaben	0,15
Propylene glycol stearate	8,00
Fase 2	
Dissodium EDTA	0,15
Methylparaben	0,20
Acqua	qsp 1000,00

Matérias-primas denominadas pela nomenclatura INCI (*International Nomenclature Cosmetics Ingredients*)
Percentuais em peso

Materiais e Método

Foram formuladas duas emulsões cremosas, sendo uma de natureza aniônica, Lanette (Fórmula 1), e outra de natureza não-iônica, Polawax (Fórmula 2).

Preparo das emulsões

As emulsões foram preparadas pelo método de inversão de fases. As fases aquosas e oleosas foram aquecidas a 75°C - 85°C. A fase oleosa foi vertida lentamente sobre a fase aquosa, sob constante agitação, até completa homogeneização, resfriamento e emulsionamento do sistema.

Análise macroscópica das formulações

A análise microscópica foi realizada após 24 horas do preparo das amostras. Durante, e após todas as avaliações, observou-se as características organolépticas e a homogeneidade das formulações.

Programa geral de amostragem

As amostragens, tanto da emulsão da base aniônica como da emulsão de base não-iônica, foram preparadas da seguinte maneira: início 24 horas após a respectiva fabricação com o teste de centrifugação e, em seguida, os demais testes de estabilidade.

Teste de centrifugação

Em tubo de ensaio específico para centrífuga (Bio Eng BE 4000 Brushless) foram adicionados 5 g de cada amostra, pesados em balança semianalítica (Bio Precisa JA 3003 N) e submetidos a um ciclo de 3 mil rpm durante 30 minutos à temperatura ambiente.

Teste de estabilidade preliminar

As amostras foram acondicionadas em placas de Petri transparentes, com tampa. A quantidade de produto colocado foi de 30 g de cada amostras para cada teste.[4] Com duração de 12 dias, as amostras foram submetidas a condições extremas de estresse, visando acelerar o surgimento de possíveis sinais de instabilidade do meio. As amostras foram submetidas à aquecimento em estufa (Biopar - Mod S-80BA n. 391) a temperatura 50±2°C, resfriamento em freezer (Dako Duo Cap. 450L, Turbo Frio) a temperatura -5 ±2°C, completando assim os ciclos de 24 horas alternados de resfriamento e aquecimento, provocando um choque térmico na emulsão, durante 12 dias. As leituras foram realizadas antes do início do teste e no final do 6° ciclo (12 dias).[4]

A determinação do pH foi realizada em peagâmetro (Gehaka – Mod 2000) inserindo o eletrodo diretamente nas emulsões.

Fórmula 2. Emulsão não-iônica Polawax

Fase 1	
Polawax NF	19,50%
Glycerin	3,00
Propylparaben	0,15
Propylene glycol stearate	7,00
Fase 2	
BHT	0,05
Methylparaben	0,20
Acqua	qsp 1000,00

Matérias-primas denominadas pela nomenclatura INCI (*International Nomenclature Cosmetics Ingredients*)
Percentuais em peso

Teste de estabilidade acelerada

As amostras foram acondicionadas em placas de Petri transparentes, com tampa, onde 30 g das emulsões, consideradas estáveis pelos testes preliminares, foram submetidas a condições variáveis de temperaturas, utilizando uma amostra de cada emulsão para cada teste.[4]

As formulações foram submetidas a aquecimento em estufa elétrica (Biopar - Mod S-80BA n. 391) à temperatura de 50°C ±2°C, a resfriamento em freezer (Dako Duo Cap. 450L, Turbo Frio) à temperatura -5°C±2°C, à temperatura ambiente e em ambiente com luz solar direta, por 90 dias consecutivos.

As leituras das amostras foram realizadas antes do início do teste (24 horas após o preparo das formulações), no 7°, 15°, 30°, 60° e 90° dias. Os parâmetros avaliados foram as características organolépticas e o valor de pH.

Análise dos Resultados

Os resultados dos testes de estabilidade preliminar e acelerados foram submetidos à análise visual (aspecto e aparência do produto), olfativa e de espalhabilidade para os parâmetros organolépticos.

Na avaliação do aspecto, primeiramente foram definidas quais as características desejáveis para o produto. Dentre as características organolépticas, as qualidades desejáveis foram homogeneidade, brilho, maciez, sensoarial, opacidade. Dentre os defeitos aceitáveis e os defeitos sérios se incluem: para homogeneidade, o defeito sério é o produto se apresentar heterogêneo; para o brilho, o defeito aceitável é pouco brilho e o defeito sério é opaco; para a qualidade maciez, o defeito sério é fibroso; para a qualidade sensorial ao tato, o defeito sério é sensorial grosso, para a opacidade, o defeito aceitável é translúcido ou perolizado e o defeito sério é opalescente. Como defeito sério em qualquer produto são inaceitáveis as bolhas de ar.[7]

E, no final de cada ciclo dos testes, efetuou-se a leitura do pH.

Tabela 1. Estabilidade preliminar

Características	Lanette	Polawax
Homogeneidade	Homogênea	Homogênea
Brilho	Brilhante	Opaco
Maciez	Fibrosa	Macio
Sensorial ao tato	Grosso	Fino
Opacidade	Perolizado	Perolizado

Duração do teste: 12 dias, 6 ciclos de 24 horas (estufa – freezer), em embalagem de vidro

Resultados e Discussão

As duas bases cremosas, a aniônica e a não-iônica, decorridas 24 horas após o preparo, foram submetidas aos testes propostos.

Ambas as emulsões se apresentaram estáveis, ou seja, não mostraram precipitação, nem separação de fases e não ocorreu a formação de *caking*, visto que o teste de centrifugação possibilita observar rapidamente a separação de fases da dispersão, podendo, dessa forma, prever se o produto irá separar em função do tempo. É uma ferramenta que permite avaliar, em curto espaço de tempo, possíveis instabilidades físico-químicas das formulações.[5]

As amostragens utilizadas para a realização dos testes levaram aos resultados descritos a seguir.

a) Estabilidade preliminar

A aparência de maciez, sensorial ao tato e opacidade, de acordo com parâmetros de qualidade desejáveis e pré-estabelecidos para os produtos, somente foram atendidas na emulsão Polawax (Tabela 1).

A aparência sem brilho dessa emulsão se deveu à desidratação sofrida pela emulsão durante o teste proposto, devido à instabilidade do agente umectante escolhido para a formulação. Seria necessária a troca desse agente uma vez que uma das funções do umectante é manter a emulsão hidratada.

b) Estabilidade acelerada

Quanto à exposição direta à luz solar, não foi observado qualquer variação, estando dentro dos parâmetros analisados conforme descreve a Tabela 2.

A única exceção diz respeito à análise realizada sobre o parâmetro físico – odor - que apresentou característica rançosa, devido ao processo de oxidação dos componentes oleosos.

As duas emulsões apresentaram alterações na maioria das suas características após o período de 90 dias em estufa à 50ºC, devido à desidratação sofrida pela alta temperatura e pelo longo tempo a ela submetida (Tabela 3).

Apenas a homogeneidade dessas formulações não sofreu alteração. Quando submetidas ao teste do freezer por 90 dias (Tabela 4), as emulsões, tanto Lanette como Polawax, não alteraram as suas características, mantendo-se dentro do preestabelecido no Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos – Anvisa.

c) **Parâmetros físicos**

As duas formulações apresentaram aspectos de homogeneidade em todos os testes aplicáveis (Tabela 5).

Quanto ao aspecto da cor, ambas apresentaram aspectos dentro do padrão aceitável, em todos os testes aplicáveis (Tabela 6).

d) Parâmetros químicos

O pH das duas emulsões, durante todo o processo de teste, diminuiu gradativamente (Tabela 7), mas mantiveram-se dentro do pH fisiológico da pele (5,5 a 6,5). É evidente que se adicionado algum aditivo especial, faz-se necessário a correção desse pH.

Da observação dos resultados obtidos nas tabelas, concluímos que as alterações ocorreram nos testes de estabilidade de longo prazo, sendo que as modificações mais profundas aconteceram no período em que ficaram na estufa à 50ºC, quando o brilho característico teve sensível diminuição, desvirtuando-se do produto inicial e do padrão. A maciez e o sensorial ao tato característicos foram perdidos, aparecendo um aspecto fibroso e grosso que alterou completamente as características de espalhabilidade. Também a opacidade, particularidade deste tipo de formulação, foi alterada para um aspecto opalescente atípico.

Tabela 2. Estabilidade acelerada em exposição solar

Características	Lanette	Polawax
Homogeneidade	Homogênea	Homogênea
Brilho	Brilhante	Brilhante
Maciez	Macia	Macia
Sensorial ao tato	Fino	Fino
Opacidade	Perolizado	Perolizado

Exposição solar por 90 dias ininterruptos em embalagem de vidro

Tabela 3. Estabilidade acelerada em estufa

Características	Lanette	Polawax
Homogeneidade	Homogênea	Homogênea
Brilho	Opaco	Opaco
Macio	Fibroso	Fibroso
Sensorial ao tato	Grosso	Grosso
Opacidade	Opalescente	Opalescente

Permanência em estufa por 90 dias em embalagem de vidro

Tabela 4. Estabilidade acelerada no freezer

Características	Lanette	Polawax
Homogeneidade	Homogênea	Homogênea
Brilho	Brilhosa	Brilhosa
Macio	Macia	Macia
Sensorial ao tato	Fino	Fino
Opacidade	Perolizado	Perolizado

Permanência no freezer por 90 dias em embalagem de vidro

Tabela 5. Homogeneidade

Classificação	Lanette		Polawax	
	Preliminar	Acelerado	Preliminar	Acelerado
Normal, sem alteração	X	X	X	X
Levemente separada				
Levemente precipitada				
Levemente turva				
Separada				
Precipitada				
Turva				

Observação após os textos em embalagem de vidro

Tabela 6. Cor

Classificação	Lanette		Polawax	
	Preliminar	Acelerado	Preliminar	Acelerado
Normal, sem alteração	X	X	X	X
Levemente modificada				
Modificada				
Levemente turva				
Intensamente modificada				

Observação após os textos em embalagem de vidro

Tabela 7. Comportamento do pH

Classificação	Lanette	Polawax
Após elaboração	6,30	6,45
Início dos testes (24 h)	6,30	6,45
Teste preliminar 12º dia	6,00	6,20
Teste acelerado 7º dia	6,23	6,14
Teste acelerado 15º dia	6,18	6,05
Teste acelerado 30º dia	6,10	5,90
Teste acelerado 60º dia	5,85	5,72

Conclusão

Atualmente, as metodologias empregadas para o estudo de estabilidade são planejadas de maneira que permitam fornecer informações adequadas para a tomada de decisões conveniente para o produto desenvolvido, no menor tempo possível e com mínimo de investimento.[6] O comportamento dos produtos, frente à alta temperatura, foi muito significativo, mostrando que cada vez mais esses testes de estabilidade de produtos farmacêuticos ou cosméticos sejam aprimorados e otimizados para garantia de uso ao consumidor. Com isso, os formuladores devem ser cautelosos também na avaliação dos resultados que julgam ser seguros, eficazes, de qualidade e duradouros.

Agradecimentos

A autora agradece o apoio do Centro Universitário Diocesano do Sudoeste do Paraná – Unics, pela autorização de livre acesso aos laboratórios, bem como as matérias-primas disponíveis para a formulação dessas emulsões.

Referências

1. Silva EC, Soares IC. Tecnologia de emulsões, *Cosm & Toil (Ed em Port)* **8**(5):37-46, 1996
2. Pino JJRG, Storpirtis S. Formação e estabilidade física das emulsões, *Cosm & Toil (Ed em Port)* **10**(6):44-54, 1998
3. Allen Junior LV. Manipulando emulsões, *Int J Pharm Compounding* **6**(3):168-176, 2004
4. Anvisa - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos. Brasília: Anvisa, 2004
5. Morais GG. *Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de emulsões O/A com cristais líquidos acrescidos de xantina para tratamento de hidrolipodistrofia ginóide (celulite)*. Dissertação de Mestrado, Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006
6. Zanin SMW, Miguel MD, Chimelli M, Dalmaz AC. Parâmetros físicos no estudo da estabilidade das emulsões, Revista *Visão Acadêmica*, Curitiba **2**(2):47-58, 2001
7. Sampaio AC. Curso *avançado de cremes e loções cremosas*, Consulcom, São Paulo, 1999
8. D´Leon LFP. Estudo de estabilidade de produtos cosméticos, *Cosm & Toil (Ed em Port)* **13**(4):54-62, 2001
9. Ribeiro HM. Teoria de estabilidade de emulsões cosméticas, *Cosm & Toil (Ed em Port)* **14**(4):88-92, 2006
10. Schueller R, Romanowski P. Emulsões. *Cosm & Toil (Ed em Port)* **12**(3):71-74, 2000
11. Silva EC. *Desenvolvimento de emulsões cosméticas utilizando o óleo de pequi*. Dissertação de Mestrado, Faculdade de Ciências Farmacêuticas. Universidade de São Paulo, 1994
12. Batistuzzo JAO, Itaya M, Eto Y. *Formulário Médico Farmacêutico*, 2. ed., São Paulo, Tecnopress, 2004

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como exigência parcial para a obtenção de título de Graduação do Curso de Farmácia, do Centro Universitário Diocesano do Sudoeste do Paraná – Unics, Palmas PR, Brasil, em 2008. Orientadora: Katiane Cella Gabriel Co-orientadora: Sirlei Teixeira

REMARCA
Registro de Marcas e Patentes S/C Ltda.

30 anos junto com você

Nesses últimos 30 anos, centenas de empresas e profissionais confiaram à Remarca seu portifólio de marcas e seus registros de produtos cosméticos, saneantes, alimentícios, medicamentos e produtos para a saúde.

- Marcas e Patentes
- Registro de Produtos
  - Anvisa
  - Ministério da Agricultura
- Assessoria Jurídica
  Em parceria com De Lena Advogados Associados, atua na esfera administrativa quanto a contenciosos em todos os ramos do Direto.
- Legalização de Empresas
  - Vigilância Sanitária Municipal e Estadual
  - Anvisa
  - Conselhos Profissionais (CRQ, CRF, CRO, CRBM, CRVM, CREA)
  - Prefeituras Regionais
  - Ministério do Trabalho (EPI)
  - Aprovação de Projetos
  - Polícia Civil e Federal, Ministério do Exército
  - Cetesb
  - Cadan
  - Ministério da Agricultura

TEL:
11. 2182-8000

REMARCA
Av. Cásper Líbero 383 – 12º. andar - 01033-001 São Paulo SP
Fax (11) 2182-8008 - remarca@remarca.com.br - www.remarca.com.br