
AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE FILTROS SOLARES EM GEL MANIPULADOS NA CIDADE DE PONTA GROSSA PR

EVALUATION OF PHYSICO-CHEMICAL STABILITY OF SUN FILTERS IN GEL MANIPULATED IN THE CITY OF PONTA GROSSA-PR

LAGATTA¹, M. A. S.; KLEIN², T.

1 - Acadêmica de graduação. Departamento de Farmácia. Faculdades Ponta Grossa – Ponta Grossa – PR, Brasil, email: marielle_lagatta@hotmail.com

2 - Departamento de Farmácia. Faculdades Ponta Grossa – Ponta Grossa – PR, Brasil

Autor para correspondência: email: traudiklein@yahoo.com.br

Resumo:

Os filtros solares são formulações que ajudam a proteger a pele contra os raios ultravioleta UVA/UVB do sol, têm a capacidade de absorver e/ou dispersar os raios solares. Os testes realizados visam verificar a estabilidade físico-química de filtros solares em gel realizando os ensaios de pH, viscosidade, densidade, características organolépticas e espalhabilidade. Assim, o objetivo do trabalho é avaliar a estabilidade físico-química de duas formulações de protetores solares faciais em gel manipulados em duas diferentes farmácias de manipulação na cidade de Ponta Grossa - PR. A avaliação da estabilidade do filtro solar em gel é de suma importância, pois assim assegura a qualidade e segurança ao produto. Para isso foram coletados dados em 0, 30 e 60 dias. As amostras ficaram em estufa a 40°C. Valores médios encontrados para densidade diminuíram ao longo do tempo, provavelmente devido a perda de água e compostos voláteis. Para resultados de pH observamos uma pequena alteração ao longo do tempo porém os valores ainda ficam dentro da faixa de pH da pele. A viscosidade alterou bastante ao longo do ensaio e isto denota grande instabilidade físico-química a 40 °C. Os caracteres organolépticos e espalhabilidade também sofreram pequenas alterações e a estabilidade mostrou-se ineficiente ao longo de 60 dias. Assim, o trabalho demonstrou a instabilidade físico-química dos produtos nas condições testadas ao longo de 60 dias de ensaios.

Palavras-chave: Filtros solares em gel; *Oilfree*; Estabilidade físico-química; Controle de qualidade; Cosméticos.

ABSTRACT:

The solar filter are formulations that helps to protect the skin against ultraviolet rays UVA/UVB sunlight, have the capacity to absorb and/or disperse the solar rays. The tests conducted are intended to verify the physical and chemical stability of sun filters in gel performing the tests of pH, viscosity, density, organoleptic characteristics and easy to apply. Thus, the objective of this work is to evaluate the physical and chemical stability of two formulations of sunscreens facial gel manipulated in two different pharmacies in the city of Ponta Grossa - PR. The evaluation of the stability of sunscreen gel is of utmost importance, because thus ensures the quality and safety of the product. For this data were collected at 0, 30 and 60 days. The samples were in the oven at 40°C. Average values found for density decreased over time, probably due to loss of water and volatile compounds. For results of pH we observed a small change over time but the values are still within the range of the pH of the skin. PA viscosity greatly altered throughout the test and this denotes great physical-chemical instability at 40 °C. The organoleptic characteristics and easy to apply also suffered minor changes and stability proved to be inefficient along 60 days. Thus, the study demonstrated the physical-chemical instability of products on the conditions tested along 60 days of tests.

Key-words: Gel sunscreens; Oil free; Physical and chemical stability; Quality control; Cosmetics.

1. INTRODUÇÃO

Os protetores solares são definidos como: “Produtos anti-solares destinados a proteger a pele contra queimaduras e endurecimento provocado pelas radiações, diretas ou refletidas, de origem solar ou não, dermatologicamente inócuos e isentos de substâncias irritantes ou foto-sensibilizantes e nos quais as substâncias utilizadas como protetores sejam estáveis e não se decomponham sob a ação das radiações ultravioletas, por tempo mínimo de duas horas” (BRASIL, 2004).

A utilização diária de fotoprotetores tornou-se imperativa nos dias atuais na prevenção dos danos causados à pele pelo sol. Diversos fatores ambientais contribuem para o aumento da exposição aos efeitos nocivos da radiação UV. O Brasil é o país com a maior área intertropical do planeta, cujo ângulo de incidência da radiação solar é mais perpendicular, intensificando assim os seus efeitos. Os fotoprotetores devem ser capazes de absorver ou refletir a radiação incidente protegendo o indivíduo dos danos que podem ser causados pela radiação solar (SANTOS, 1999; NOHYNEK, 2000).

Como mecanismos de ação, os ativos presentes nos protetores solares, podem bloquear ou absorver a radiação solar. Os absorvedores mais utilizados nas formulações são: os paminobenzoatos, os salicilatos, os cinamatos e as benzofenonas. As substâncias bloqueadoras mais empregadas são: dióxido de titânio, óxido de alumínio e óxido de zinco. Predominantes nos filtros com alto fator de proteção solar bloqueiam os raios UVA e UVB, mas costumam ser menos aceitos pelos usuários por deixarem uma coloração esbranquiçada na pele. Para conferir proteção equivalente sem consequências estéticas ou desconfortáveis e abrangência nos comprimentos de onda UVA e UVB muitos filtros utilizam, em altas concentrações, misturas de substâncias absorvedoras da radiação, no entanto, quanto maior a concentração maior o potencial de irritação e sensibilização, bem como, o custo do produto final. Além disso, cada vez mais crianças, idosos e pessoas de pele sensível utilizam filtros solares (BRASIL, 2007).

A estabilidade é um parâmetro de validação bastante descrita em normas de validação de metodologia analítica (VILEGAS e CARDOSO, 2007).

É necessária para assegurar a qualidade do cosmético, desde a fabricação até a expiração do prazo de validade. O estudo da estabilidade fornece indicações sobre o comportamento do produto, em determinado intervalo de tempo, frente a condições ambientais a que possa ser submetido, desde a fabricação até o término da validade (BARTH, 2000).

Diversos fatores podem influenciar na estabilidade das formulações. Os fatores extrínsecos ou externos considerados no estudo da estabilidade de cosméticos são: processos de envelhecimento que ocorrem em consequência do tempo, temperatura de armazenamento e de exposição à luz, oxigênio (geração de radicais livres e reações de oxirredução), umidade, além do material de acondicionamento, contaminação microbiológica e vibração relacionada ao transporte (BRASIL, 2002). A estabilidade de um gel relaciona-se principalmente à viscosidade da fase interna. Partículas pequenas

dispersas em um líquido (ou gás) estão em constante choque devido ao movimento browniano. Diversas instabilidades podem ocorrer no sistema devido a estas movimentações (FLORENCE e ATWOOD, 2003).

Os testes de controle de qualidade devem ser conduzidos sob condições que permitam fornecer informações sobre a estabilidade do produto em menos tempo possível. Para isso, amostras devem ser armazenadas em condições que acelerem mudanças passíveis de ocorrer durante o prazo de validade. Deve-se estar atento para essas condições não serem tão extremas que, em vez de acelerarem o envelhecimento, provoque alterações que não ocorreriam no mercado. A sequência sugerida de estudos (preliminares, acelerados e de prateleira) tem por objetivo avaliar a formulação em etapas, buscando indícios que levem a conclusões sobre sua estabilidade, se houver incompatibilidade conhecida entre componentes da formulação e o vidro, o formulador deve selecionar outro material. O emprego de outros materiais fica a critério do formulador, dependendo de seus conhecimentos sobre a formulação e os materiais de acondicionamento (BRASIL, 2012).

Assim, o objetivo do trabalho é avaliar a estabilidade através das características físico-químicas de dois filtros solar em gel, e portanto *oilfree*, através de análises de pH, densidade, viscosidade, características organolépticas e espalhabilidade.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Materiais

Foram utilizados as soluções tampão fosfato pH 4 e pH 7 para calibração do pHmetro, água destilada para preparação da solução das formulações e posterior leitura do pH, e as Formulações de filtros solares em gel apresentadas na Tabela 1.

TABELA 1- Comparação das Formulações dos filtros solares em gel.

Componente	Função na fórmula
Formulação 1	
Base pronta <i>Oillfree</i>	Veículo (CHEMISTRY, 2010)
Dióxido de Titânio	Bloqueador solar físico (NANUM, 2010)
Filtro solar Hidrossolúvel	Filtro solar químico UVA/UVB (NOSTRA, 2002)
Formulação 2	
Eusolex® 232 (Ácido Fenilbenzimidazol Sulfônico)	Filtro solar químico UVA/UVB (FAGRON, 2011)
Água destilada	Veículo Agente solubilizante (GOTTSCHALCK, TARA; MCEWEN; GERALD, 2004)
EDTA Dissódico	Antioxidante, sequestrante (FAGRON, 2003)
Natrosol 250 HHR (hidroxietilcelulose)	Agente gelificante (BIOVITAL, 2009)

Fonte: o autor (2015).

3. METODOLOGIA

Os testes foram realizados na Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG, Ponta Grossa, PR, no Laboratório de Produção de Medicamentos – LAPMED. A pesquisa foi qualitativa e quantitativa para os parâmetros físico-químicos analisados.

Foram analisadas as seguintes propriedades físico-químicas, de acordo com Guia de Estabilidade de produtos cosméticos sugerido pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (BRASIL, 2004): densidade, pH, características organolépticas, espalhabilidade e viscosidade.

Os testes foram realizados em tempo 0, 30 e 60 dias, com as amostras mantidas sob temperatura de 40 °C em estufa (Nova ética 400ND/300°C, São Paulo, Brasil), permitindo, assim, obter informações sobre a estabilidade do produto ao longo do tempo.

3.1 Determinação da Densidade

Para determinação da densidade utilizou-se balão volumétrico de 10 mL previamente tarado, preenchido cuidadosamente para não formar bolhas de ar, com a formulação em análise, realizados em triplicata. O cálculo da densidade foi realizado segundo a fórmula abaixo.

$$\text{Equação 1: } d = \frac{m}{v}$$

Onde: m corresponde a massa em gramas correspondente a 10 mL da formulação (peso do balão volumétrico cheio – peso do balão volumétrico vazio); V corresponde ao volume em mL de formulação pesada (10 mL). O ensaio foi realizados em triplicata e calculados a média, o desvio padrão (DP) e o coeficiente de variação (CV%).

3.2 Determinação do pH

A medida do pH foi realizada através do método potenciométrico, utilizando pHmetro digital (Gehaka PG 2000 São Paulo-Brasil), previamente calibrado com as soluções tampões ph 4,0 e 7,0. Preparou-se uma solução a 10%, usando-se água destilada como solvente e procedeu-se a medida do pH em triplicata para cada amostra.

3.3 Determinação das características organolépticas e espalhabilidade

As formulações foram analisadas quanto às propriedades organolépticas

através da visualização e do olfato, observando qualquer alteração da coloração ou odor.

A espalhabilidade foi determinada aplicando porção da amostra na porção interna do antebraço direito. As alterações foram descritas da seguinte forma: normal (+), sem alteração (++) , pouca alteração (+++) ou muita alteração (++++) (BRASIL, 2004).

3.4 Determinação da viscosidade

A viscosidade aparente foi determinada utilizando-se viscosímetro de Brookfield (QuimisQ860MDiadema/São Paulo-Brasil), com spindle nº 4. A velocidade de rotação foi de 6 rpm, sendo os resultados expressos em Pa.s, realizados em triplicata.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Avaliamos duas amostras de filtro solares em gel, de duas farmácias de manipulação diferentes, manipuladas na cidade de Ponta Grossa - PR, com fator de proteção solar 15 e tivemos os resultados descritos na Tabela 2.

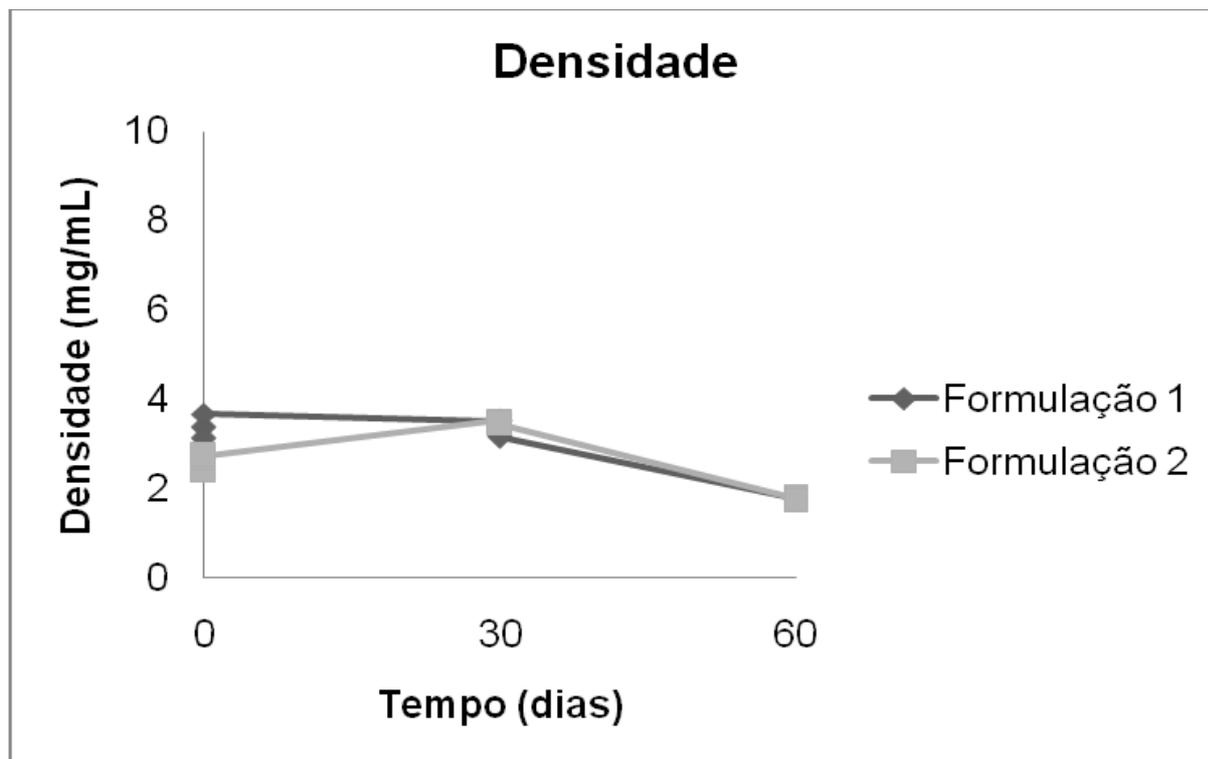
TABELA 2 - Resultado das análises físico-químicas das formulações de filtros solares em gel.

Tempo (dias)	Densidade (mg/mL) média ± DP	pH (média ± DP)	Viscosidade (Pa.s) (média ± DP)	Características organolépticas/ espalhabilidade
Formulação 1				
0	3,40 ± 0,2705	6,56 ± 0,0100	47,53 ± 1,2740	+
30	3,34 ± 0,2474	6,94 ± 0,0152	34,26 ± 0,6028	++
60	1,79 ± 0,0070	6,63 ± 0,0100	22,65 ± 2,7660	++
Formulação 2				
0	2,61 ± 0,1778	6,33 ± 0,0100	98,76 ± 0,2082	+
30	3,49 ± 0,0707	6,01 ± 0,0152	96,7 ± 0,72111	++
60	1,76 ± 0,0565	6,54 ± 0,0152	88,96 ± 1,3614	++

Fonte: o autor (2015).

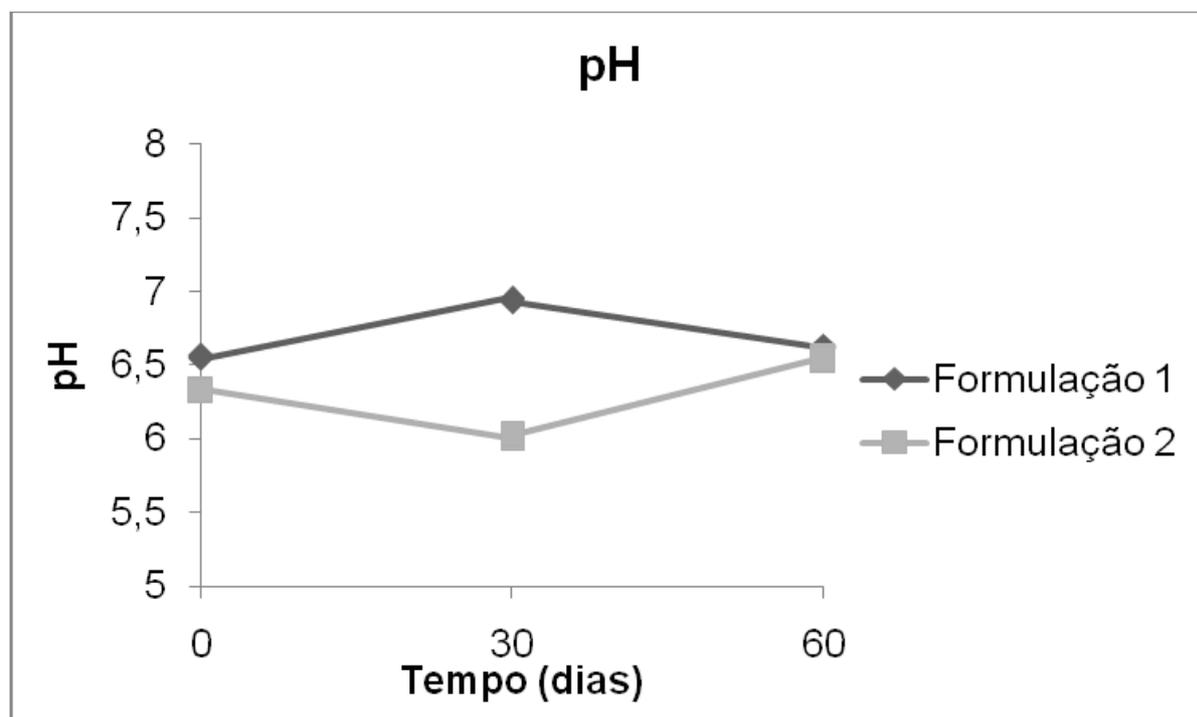
Os resultados de densidade, pH e viscosidade também foram expressos em gráficos para melhor visualização do perfil dos resultados ao longo do tempo.

FIGURA 1 – Resultados de densidade (mg/mL) nos tempo 0, 30 e 60 dias para as duas formulações analisadas.



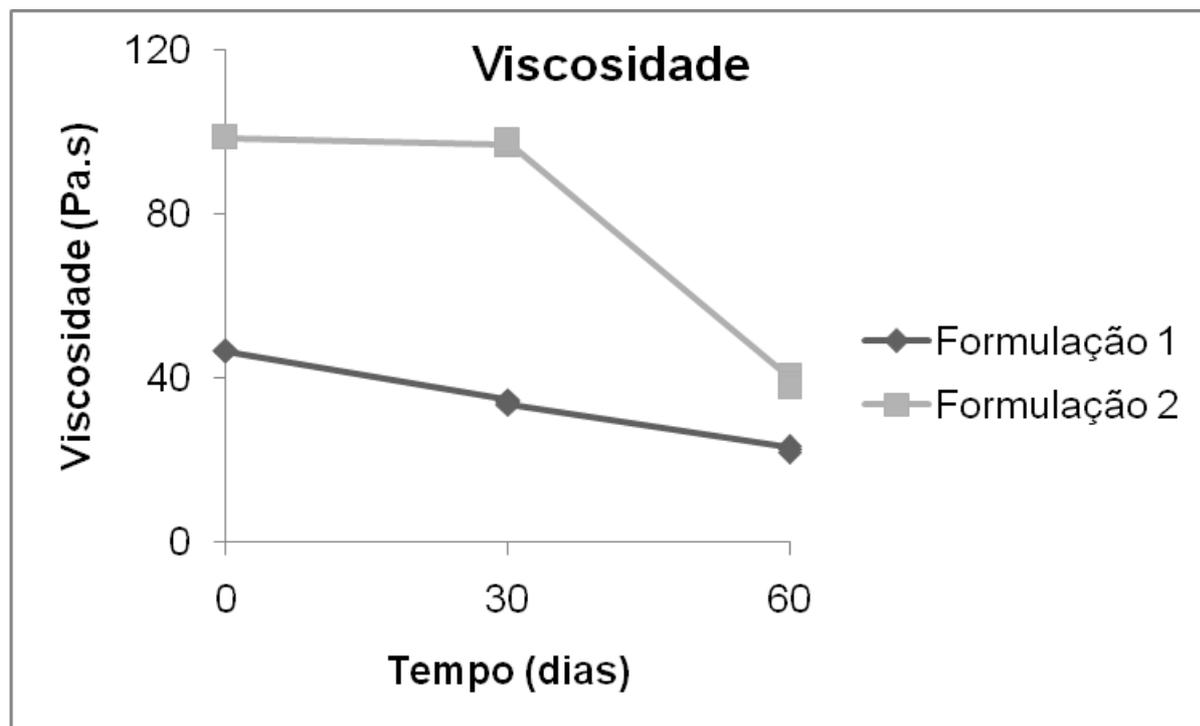
Fonte: o autor (2015).

FIGURA 2 – Resultados de pH nos tempo 0, 30 e 60 dias para as duas formulações analisadas.



Fonte: o autor (2015).

FIGURA 3 – Resultados de viscosidade (Pa.s) nos tempo 0, 30 e 60 dias para as duas formulações analisadas.



Fonte: o autor (2015).

A densidade é representada pela relação entre a massa de uma substância e o volume que ela ocupa. No caso de líquidos ou semi-sólidos este parâmetro pode indicar a incorporação de ar ou a perda de ingredientes voláteis e água (BRASIL, 2010).

Podemos perceber que a densidade de ambas as formulações diminuíram ao final do tempo de ensaio (60 dias). Porém, ao longo de 30 dias o resultado se manteve com pequenas alterações. Podemos inferir que, em relação a densidade, a formulação manteve-se relativamente estável por 30 dias, nas condições testadas, e que após esse período houve perda significativa de produtos voláteis e água, ocasionando a diminuição da densidade das formulações.

A pele não possui pH neutro, e dependendo da região do corpo ou da idade, o pH varia, mas, no geral, o chamado pH fisiológico da pele é entre (4,5 - 6,0), onde o mesmo, contribui para que ocorra proteção bactericida e fungicida em sua superfície (LEONARDI et al., 2002).

Podemos perceber que o pH, esta dentro do valor fisiológico tornando assim um produto seguro para o uso. Ou seja, produto se mantende relativamente estável em relação ao pH no período de 30 e 60 dias.

A viscosidade é a medida de resistência do sistema em fluir quando submetida a uma força. Desta forma, quanto maior a viscosidade de um produto, maior será essa resistência, influenciando ainda na capacidade do produto em espalhar-se sobre uma superfície (LAHOUD & CAMPOS, 2010).

Utilizou-se o viscosímetro de Brookfield para análise do perfil da viscosidade e padronizaram-se as leituras utilizando-se o *spindle* S4 e velocidade de rotação de 6 rpm (SILVEIRA, 2007). A viscosidade é uma variável que caracteriza reologicamente um sistema. A avaliação desse parâmetro ajuda a determinar se um produto apresenta a consistência ou fluidez apropriada e pode indicar se a estabilidade é adequada, ou seja, fornece indicação do comportamento do produto ao longo do tempo (BRASIL, 2004).

No período de 30 dias não houve alterações significativas para a formulação 2, já a formulação 1 apresentou queda de viscosidade mesmo no período de 30 dias em estufa. No final da análise em 60 dias, ambas as formulações tiveram suas viscosidades bem menores do que no início da análise e concluímos que ocorreram alteração e degradação dos componentes das formulações nas condições testadas.

As características de espalhamento sobre a pele de uma emulsão foto protetora são importantes, tanto do ponto de vista sensorial como de eficácia. Uma emulsão foto protetora deve propiciar a sensação correta e esperada pelo consumidor, além de ter espalhamento adequado para garantir o Fator de Proteção Solar (FPS) nominal (FRANCISCO et al., 2001).

Quanto as características organolépticas e de espalhabilidade as amostras podem ser classificadas, em relação à aspecto, cor e odor através de cruzes em: normal (+), sem alteração (++); levemente modificada (+++); modificada(++++); intensamente modificada (+++++).

De acordo com os ensaios a espalhabilidade e características organolépticas tiveram pequenas alterações, mas que não comprometeram as características analisadas.

5. CONCLUSÃO

Os estudos de estabilidade de cosméticos, especialmente os filtro solares, são usados freqüentemente e ajudam a prevenir e evitar melanomas, são bastante importantes para assegurar a qualidade e segurança desses produtos.

Avaliamos algumas características físico-químicas de dois fotoprotetores em gel FPS 15, manipulados em duas farmácias de manipulação diferentes na cidade de Ponta Grossa – PR. As características de densidade, viscosidade, pH e características organolépticas e de espalhabilidade forma avaliadas ao longo de 60 dias armazenadas em estufa a 40 °C.

O estudo demonstrou após as análises realizadas nas duas amostras de filtros solares em gel, que as mesmas apresentaram pH e características organolépticas e espalhabilidade com poucas alterações ao longo do tempo.

Já os ensaios de determinação de densidade e viscosidade tiveram alterações significativas com diminuição dos seus valores ao longo dos 60 dias de ensaio, denotando

instabilidade físico-química nesses parâmetros dentro das condições avaliadas.

Assim, nossos resultados confirmam que as duas amostras, são definidas como produtos relativamente estáveis para os parâmetros de pH e características organolépticas e de espalhabilidade. Porém, para os parâmetros de densidade e viscosidade ambos os foto protetores apresentaram-se instáveis ao longo do ensaio quando expostos a temperatura de 40 °C.

O estudo poderia realizar futuramente análises microbiológicas, estudo da estabilidade prolongada e transporte dos filtros solares em gel, conforme Guia de Estabilidade de Cosméticos – ANVISA, e assim melhor avaliar tais formulações.

6. REFERÊNCIAS

BRASIL. Ministério da Saúde. Anvisa. **Guia de estabilidade de produtos cosméticos**. 1. ed., v. 3, Brasília: ANVISA, 2004.

BRASIL. Ministério da Saúde. Anvisa. Resolução n ° 237, de 22 de agosto de 2002. **Regulamento técnico sobre protetores solares em cosméticos**. 1. ed., Brasília: ANVISA, 2002.

BRASIL. Ministério da Saúde. Anvisa. **Gerência Geral de cosméticos. Guia de controle de qualidade de produtos cosméticos**. 1. Ed, Brasília: ANVISA. 2007.

BRASIL, Ministério da Saúde. Anvisa. **Farmacopeia brasileira**. 1º Ed. v. 3, Brasília: ANVISA. 2010.

BARTH, A.L. **Fator de proteção solar versus coeficiente de carga de filtros solares químicos**: avaliação fotobiológica de uma mistura de filtros solares químicos. 2000. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas)–Faculdade de Farmácia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2000.

B I O V I T A L . **C o n s e r v a n t e s** . 2 0 0 9 . Disponível em : <<http://www.biovital.ind.br/2014/index.php/produtos/item/48-conservantes/472-natrosol-250-hhr>>. Acesso em: 18 out. 2015.

BRASIL. Ministério da Saúde. Anvisa. **Resolução rdc nº 3, de 18 de janeiro de 2012**. 1. Ed, Brasília: ANVISA. 2012.

C H E M I S T R Y , A L L . **B a s e o i l f r e e** . 2 0 1 0 . Disponível em : <http://www.allchemistry.com.br/2014/media/creme_oil_free.pdf>. Acesso em: 18 out. 2015.

F A G R O N . **E d t a d i s s ó d i c o** . 2 0 0 3 . D i s p o n í v e l e m : <http://www.fagron.com.br/literaturas/literaturas_cosmeticas/edta_dissodico.pdf>. Acesso em: 18 out. 2015.

F A G R O N . **E u s o l w e x 2 3 2** . 2 0 1 1 . D i s p o n í v e l e m : <http://cdn.fagron.com.br/doc_prod/docs_2/doc_127.pdf>. Acesso em: 18 out. 2015.

FLORENCE, A. T; ATTWOOD, D. **Princípios físico químicos em farmácia**. Editora da USP. v. 1, n. 1, p. 345-375, 2003.

GOTTSCHALCK, TARA E.; MCEWEN, JR, GERALD N. **International cosmetic ingredient dictionary and handbook**. 10 Ed., v. 1, Washington: Pharmabooks, 2004.

LAHOUD, M.H; CAMPOS, R. **Aspectos teóricos relacionados à reologia farmacêutica**. Visão Acadêmica, Curitiba, n.1, Jun./2010

LEONARDI, G.R.; GASPAR, S.L; LORENA, R; CAMPOS, M; PATRICIA M.B.G. 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**. Rio de Janeiro, set/out-2002

N A N U M . **D i ó x i d o d e t i t â n i o** . 2 0 1 0 . D i s p o n í v e l e m : <<http://nanum.com.br/interna.php?Area=produto&ididioma=1&escolha=28>>. Acesso em: 18 out. 2015.

NOSTRA, PHARMA. **Filtro solar uva/b hidrossolúvel**. 2002. Disponível em: <http://www.pharmanostra.com.br/pharmaphidelity/conteudo/insumos/f/filtro_uva-b_hidrossoluvell.pdf>. Acesso em: 18 out. 2015.

NOHYNEK, G. J.; SCHAEFER H. Benefit and risk of organic ultraviolet filters. **Regulatory Toxicology and Pharmacology**. v. 33, p. 285–299, 2001.

SANTOS, E. P. In vitro and in vivo determinations of sun protection factors of sunscreens lotions with octylmethoxycinnamate. **International Journal of Cosmetic Science**, n. 21, p.1-5, 1999.

SILVEIRA, C. A.S. Uso do viscosímetro de Brookfield em determinações reológicas. Ciência e tecnologia. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 43, n. 3, jul./set., 2007.

VILEGAS, W.; CARDOSO, C.A.L. **Controle químico de qualidade de fitoterápicos e plantas medicinais**. In: YUNES RA, CECHINEL FILHO V. Química de produtos naturais, Novos Fármacos e a Moderna Farmacognosia. Itajaí: Univali; 2007. P.157-82.