

## AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE PRELIMINAR DE GÉIS CONTENDO EXTRATOS GLICÓLICOS DE BARBATIMÃO (*Stryphnodendron barbatiman M.*) E HAMAMÉLIS (*Hamamelis virginiana L.*)

Priscilla Honholtz Pianco Alves<sup>1</sup>  
Bruno César de Albuquerque Ugoline<sup>2</sup>  
Juliana Cristina dos Santos Almeida Bastos<sup>3</sup>

### RESUMO

Um novo conceito está surgindo nas prateleiras de consumo de cosméticos: a cosmética sensual. Atualmente a busca, desenvolvimento e inovação de produtos utilizando-se de matérias primas oriundas de extratos vegetais despertou a atenção das indústrias cosméticas do setor erótico. Para tal, faz-se necessário a realização do estudo da estabilidade nestes novos cosméticos, antes de disponibilizá-los ao consumo, no qual é requisito fundamental à qualidade e a segurança dos mesmos. Neste trabalho foram desenvolvidas formulações contendo extratos glicólicos de barbatimão (*Stryphnodendron barbatiman M.*) e Hamamélis (*Hamamelis virginiana L.*) em bases galênicas (Natrosol 250® ou Carbopol 940®) para fins cosméticos, considerando a importância da escolha adequada da base à qual os princípios ativos foram incorporados. Neste estudo foi avaliada a estabilidade preliminar das formulações por meio de análises físico-químicas (pH e viscosidade), da verificação da espalhabilidade e características organolépticas. Além disso, as amostras foram submetidas ao teste de estresse térmico (seis ciclos). Através dos resultados foi evidenciado que os géis contendo extratos de Barbatimão e Hamamélis na base Carbopol® foi a melhor escolha para formulação do fitocosmético sensual a ser utilizado na região vaginal, pois apresentou pH compatível com a região e apresentou estabilidade frente aos testes de centrifugação e dos ciclos de congelamento e descongelamento. O comportamento pseudoplástico do gel também foi determinante para a sua escolha. Estes resultados preliminares direcionarão novos estudos de estabilidade acelerada e de prateleira, visando comprovar a estabilidade da formulação e seu futuro registro.

**Palavras-chave:** fitocosmético; géis; estabilidade; cosmética sensual.

<sup>1</sup> Graduada em Farmácia pela Faculdade Santa Rita - FASAR. E-mail: priscillaerodrigo.farmacia@gmail.com.

<sup>2</sup> Doutor em Ciências Farmacêuticas pela Universidade Federal de Ouro Preto. E-mail: brunougoline@hotmail.com

<sup>3</sup> Mestre e doutoranda em Ciências Farmacêuticas pela Universidade Federal de Ouro Preto. E-mail: xxxx@exemplol.com

## ABSTRACT

A new concept is emerging on the shelves of consumer cosmetics: sensual cosmetics. Currently the search, development and innovation of products using raw materials from vegetable extracts has aroused the attention of the cosmetic industries of the erotic commerce. To do this, it is necessary to carry out the study of stability in these new cosmetics, before making them available for consumption, which is a fundamental requirement for their quality and safety. In this work, formulations containing barbatimão (*Stryphnodendron barbatiman* M.) and Hamamelis (*Hamamelis virginiana* L.) glycolic extracts were developed in galenic bases (Natrosol 250® or Carbopol 940®) for cosmetic purposes, considering the importance of the appropriate choice of base active principles have been incorporated. The preliminary stability of the formulations was evaluated through physical-chemical parameters (pH and viscosity), spreadability and organoleptic characteristics. In addition, the samples were submitted to the thermal stress test (six cycles). It was evidenced that the gels containing extracts of Barbatimão and Hamamélis in the base Carbopol® was the best choice for the formulation of the sensual cosmetic to be used in the vaginal region, because it presented pH compatible with the region and presented stability against the centrifugation tests and freeze-thaw cycles. The pseudoplastic behavior of the gel was also determinant for its choice. These preliminary results will guide new studies of accelerated stability and shelf life, aiming to prove the stability of the formulation and its future registration.

**Keywords:** phytocosmetics; gels; stability; sensual cosmetics.

## 1. INTRODUÇÃO

Inovação do setor industrial de cosméticos com a finalidade de promover o bem estar físico e emocional tem levado muitas indústrias a desenvolver e comercializar produtos com diferencial, utilizando-se de matérias primas oriundas de vegetais. Dentre elas, as indústrias cosméticas do setor erótico buscaram este diferencial, empregando produtos à base de extratos vegetais com propriedades que promovem aquecimento, analgesia e adstringência (BÜHLER e FERREIRA, 2008; ABEME, 2012).

Dentre os extratos vegetais utilizados, as espécies *Hamamelis virginiana* L. (Hamamélis) e *Stryphnodendron barbatiman* M. (Barbatimão) devido aos seus efeitos adstringentes são veiculadas na forma de extratos glicólicos e utilizadas no setor de cosmética erótica para aplicação na mucosa vaginal (FAIVRE et al., 2009; COSTA et al., 2012; ABEME, 2012).

O crescente avanço no setor de cosméticos promove entre os consumidores uma busca contínua por produtos que representem qualidade e inovação. Por essa razão,

no desenvolvimento de formulações cosméticas faz-se necessário a realização do estudo da estabilidade, antes de disponibilizá-los ao consumo, requisito fundamental à qualidade e a segurança dos mesmos (MAIA, 2002).

Produtos expostos ao consumo e que apresentam problemas de estabilidade organoléptica, físico-química e/ou microbiológica, além de descumprirem os requisitos técnicos de qualidade, colocam em risco a saúde do consumidor configurando infração sanitária. Por isto, no desenvolvimento de formas farmacêuticas é importante adoção das Boas Práticas de Fabricação para Produtos de Higiene Pessoal, Cosméticos e Perfumes- RDC n.º 48/13 e a realização de testes de estabilidade, para que sejam mantidas as características específicas do produto, desde sua elaboração até seu prazo de validade (BRASIL, 2013; BRASIL, 2014).

A realização de testes preliminares permite o planejamento estratégico de correção nas falhas da formulação, visando a qualidade do produto, englobando a segurança de seu uso, a estabilidade da formulação, o aspecto, o sensorial e a sua eficácia (GONÇALVES e CAMPOS, 2009).

No setor industrial, existem várias formas farmacêuticas para incorporação de extratos vegetais, destacando para uso tópico os géis, que possuem popularmente uma boa aceitação pelos consumidores por apresentarem características sensoriais agradáveis além de permitir ótima permeação cutânea de ativos (BÜHLER e FERREIRA, 2008).

Os géis hidrofílicos têm vasta utilização em produtos cosméticos, pois apresentam fácil espalhamento, não são gordurosos e podem veicular tanto princípios ativos hidrossolúveis quanto lipossomas. Geralmente, as substâncias formadoras de géis são polímeros que quando dispersos em meio aquoso, assumem conformação doadora de viscosidade à preparação (MAIA CAMPOS et al, 1999). Além de vários benefícios, os géis apresentam menor grau de intoxicação com possibilidade de aplicação em diversos locais (LOPES et al.,2006).

O presente estudo avaliou a incorporação dos extratos glicólicos em bases para fins cosméticos, sendo de importância significativa à escolha adequada da base à qual os princípios ativos de uso tópico foram incorporados, para garantir a estabilidade e

absorção dos mesmos e, conseqüentemente, obtenção de seus efeitos esperados. O desenvolvimento da formulação na forma farmacêutica gel utilizou os polímeros Natrosol 250® (hidroxietilcelulose) e Carbopol 940® (carbômero acrílico) com a incorporação dos extratos glicólicos de Barbatimão e Hamamélis, visando uma avaliação da estabilidade preliminar, fornecendo dados que possam indicar um grau de estabilidade relativa do produto, nas várias condições a que possa estar sujeito, viabilizando a melhor formulação entre os dois polímeros e juntamente testes de espalhabilidade, a fim de garantir à formulação maior cobertura na região de aplicação (mucosa vaginal).

## 2. OBJETIVO

Desenvolver e avaliar a estabilidade preliminar de formulações em gel contendo extratos glicólicos de barbatimão (*Stryphnodendronbarbatiman M.*) e Hamamélis (*Hamamelis virginiana L.*), permitindo selecionar a formulação mais adequada para o perfil do cosmético para uso vaginal.

## 3. METODOLOGIA

### 3.1. Desenvolvimento e preparo das formulações

As bases gelificantes hidrofílicas foram preparadas neste estudo, com a utilização de dois polímeros comumente utilizados em preparações semissólidas para uso tópico: carbômero acrílico (Carbopol 940®), hidroxietilcelulose HEC (Natrosol 250®). Os extratos glicólicos de *Stryphnodendronbarbatiman Mart.* (Barbatimão) e *Hamamelis virginiana L.* (Hamamélis) na concentração de 5% foram incorporados nestas bases galênicas, assim como outros componentes metilparabeno, propilparabeno, glicerina, trietanolamina, álcool de cereais e água destilada (Quadro 1). Foram seguidos os métodos farmacopeicos de preparo.

Quadro 1: Componentes e percentuais das concentrações empregadas para preparação dos hidrogéis.

Componentes	Fornecedor	F1 (%)	F2 (%)
Extrato de glicólico de Hamamélis	Laboratório Catedral	5	5
Extrato de glicólico de Barbatimão	Laboratório Catedral	5	5
Carbopol 940®	Química Amanter	1	-
Natrosol 250®	Química Amanter	-	1
Metilparabeno	Química Amanter	0,2	0,2
Propilparabeno	Química Amater	0,1	0,1
Glicerina	Química Anastácio	5	5
Trietanolamina	Química Amanter	1	-
Álcool cereais	Química Amanter	5	5
Água destilada	qsp	100	100

F1: Formulação 1; F2: Formulação 2; qsp = quantidade suficiente para.

### 3.2. Avaliação inicial das formulações

Após a produção dos géis, as amostras permaneceram em repouso por 24 horas e em seguida foram submetidas a testes iniciais nos quais foram avaliados: resistência à centrifugação, espalhabilidade, pH e viscosidade.

#### 3.2.1 Teste de centrifugação

A massa de 10,0 g (triplicata) das formulações (Natrosol 250® e Carbopol 940®) foram transferidas para tubos de ensaio e centrifugadas a 3000 rpm (rotações por minuto) durante 15 minutos à temperatura ambiente, segundo método proposto por LIMA *et al*, 2008 e VELASCO *et al*, 2008.

#### 3.2.2 Teste de espalhabilidade

A espalhabilidade foi determinada de acordo com metodologia por Knorst (1991) com adaptações. Utilizou-se uma placa molde quadrada, de vidro (comprimento: 5x5 cm; espessura: 0,4 cm), com orifício central de 2 cm de diâmetro, que foi colocada sobre um papel milimetrado. As amostras (triplicata) foram introduzidas no orifício da placa molde e a superfície foi nivelada com espátula. A placa molde foi retirada e sobre a amostra foi colocada uma placa de vidro de Peso I conhecido de 34,27g. Após um minuto, foi realizada a leitura das áreas abrangidas pela amostra, com auxílio da escala do papel milimetrado. Este procedimento foi repetido acrescentando-se sucessivamente outras placas de pesos crescentes (Peso II: 70,39g, Peso III: 284,34g, Peso IV: 497,69g e Peso V: 1048,33g). Posteriormente foi calculada a área média, em intervalos de um minuto. Os valores da espalhabilidade foram expressos pela média da área abrangida a cada peso inserido sobre as amostras.

### 3.2.3 pH

A determinação do pH das formulações foi realizada em amostra em triplicata dispersa em água destilada (10%, p/v), a 25 °C, em potenciômetro calibrado com soluções **tampões** de fosfato e biftalato pH 4,0 e 7,0. Os resultados correspondem à média da triplicata das determinações (BRASIL, 2014).

### 3.2.4. Determinação da Viscosidade

Foi empregado o viscosímetro de orifício. As amostras foram diluídas a 10% (triplicata) e inseridas no equipamento, sendo determinado o tempo médio de escoamento completo da preparação após três repetições. Os resultados foram expressos pela média do tempo de escoamento das amostras.

### 3.2.5. Avaliação da estabilidade após ciclos congelamento e descongelamento

No teste dos ciclos de congelamento e descongelamento, as amostras são submetidas ao estresse térmico para surgimento de instabilidades. As amostras (50 g, triplicata) foram armazenadas em estufa, na temperatura de  $40 \pm 2^\circ\text{C}$  e no freezer na temperatura de  $-5 \pm 2^\circ\text{C}$ . Foram realizadas intercalações entre a estufa e o freezer, a cada 24 horas durante 12 dias resultando em 6 ciclos. Após cada ciclo, as amostras foram avaliadas quanto às suas características organolépticas (aparência, cor e odor), pH e viscosidade.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Avaliação inicial

As amostras foram submetidas ao teste de centrifugação e não apresentaram alterações perceptíveis. Na avaliação das características organolépticas logo após a produção inicial, as amostras de bases Natrosol 250® e Carbopol 940® (em triplicata) tiveram com aspecto normal, homogêneo, sem ocorrência de precipitação, mesmo após o processo de centrifugação.

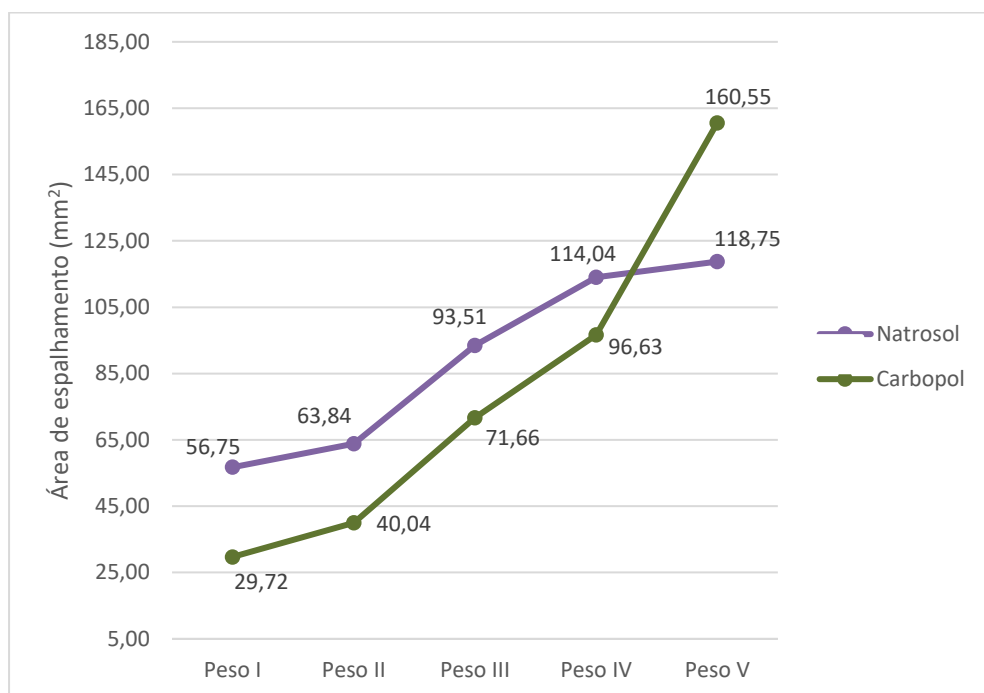
As amostras preparadas com gel Natrosol® apresentaram o pH médio de  $6,45 \pm 0,01$ ; enquanto nas amostras em gel Carbopol® o pH foi  $7,00 \pm 0,15$ .

Em relação à verificação da viscosidade, não houve variação considerável dos valores obtidos. Os tempos médios de escoamento, em segundos, foram  $5,36 \pm 0,083$  para as amostras em Natrosol® e  $4,87 \pm 0,082$  para as amostras preparadas em Carbopol®. O menor tempo de escoamento demonstrado para as amostras do gel Carbopol® confirmou a menor viscosidade conferida à esta formulação quando comparada à de Natrosol®.

O Carbopol 940® indicou apresentar um comportamento reológico do tipo pseudoplástico, pois quanto maior a força aplicada sobre ele, maior foi a espalhabilidade; demonstrando as alterações na viscosidade em função da força.

O teste de espalhabilidade permitiu identificar que o gel Natrosol 250® apresentou uma espalhabilidade limitada com a utilização de um peso maior, ou seja, seu comportamento pseudoplástico foi menor quando comparado com gel Carbopol 940®.

Gráfico 1: Determinação da espalhabilidade das amostras dos géis Natrosol® e Carbopol®



Fonte: O autor (2018)

Estudos reológicos são cada vez mais importantes no desenvolvimento de produtos, pois permitem conhecer melhor sobre a estabilidade das formulações e sua aceitação pelo consumidor, bem como sua eficácia (CORREA et al., 2005).

Considerando esta propriedade, torna-se interessante para produtos cosméticos visto que a viscosidade fica diminuída com a aplicação e retoma aos níveis iniciais após o repouso. Segundo Martin (1993), produtos com comportamento pseudoplástico ou tixotrópico possuem maior estabilidade de prateleira, visto que, ao longo do armazenamento sua viscosidade permanece constante, impedindo qualquer separação dos componentes.



## 4.2. Avaliação após ciclos de congelamento e descongelamento

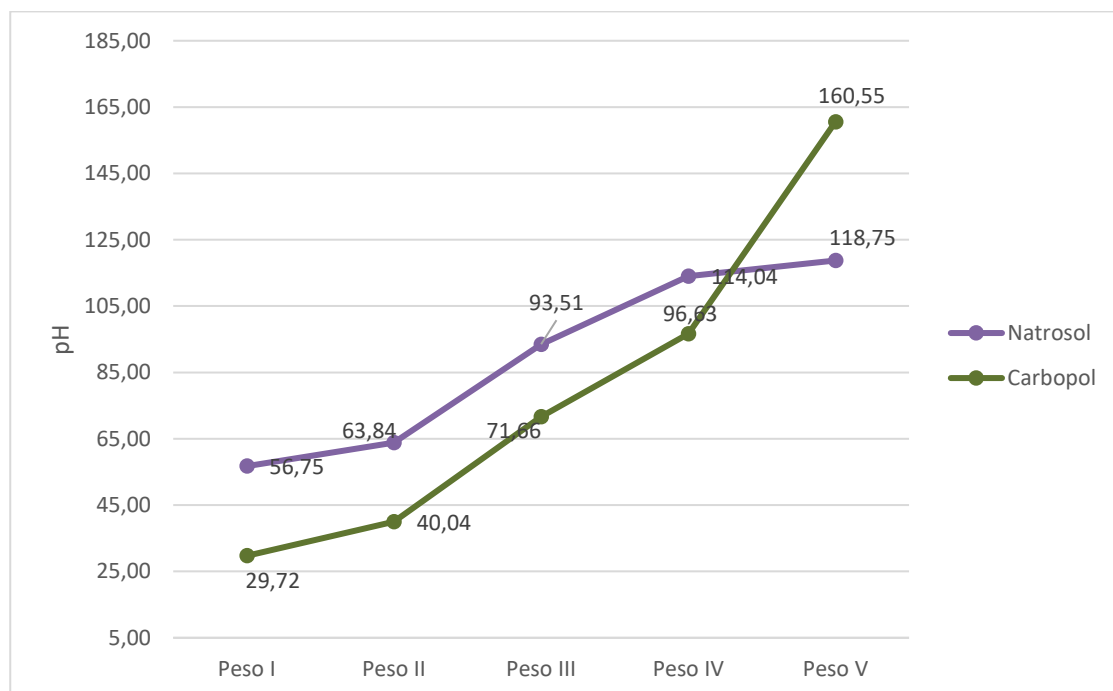
### 4.2.1 Características organolépticas

As amostras (em triplicata) foram submetidas aos ciclos do teste de congelamento e descongelamento. Após cada ciclo, as amostras foram submetidas à análise macroscópica das características organolépticas de cor, odor e aspecto em cada ciclo. As amostras em gel Carbopol® não apresentaram alterações perceptíveis ao longo de todos os ciclos. No entanto, as amostras em Natrosol® apresentaram turvação gradativa a partir do ciclo 2 que foi evidenciada pela alteração na cor e aspecto da formulação.

### 4.2.2. pH

Os valores de pH não apresentaram alterações significativas ao longo dos ciclos, mantendo-se próximo ao valor de pH 6 equiparando à faixa de pH vaginal na mulher adulta, conforme BONET e GARROT, 2005. O Gráfico 2 apresenta um compilado destes resultados, utilizando a média dos valores obtidos de pH em cada ciclo.

**Gráfico 1: Alterações no pH das formulações ao longo dos ciclos de estresse térmico**



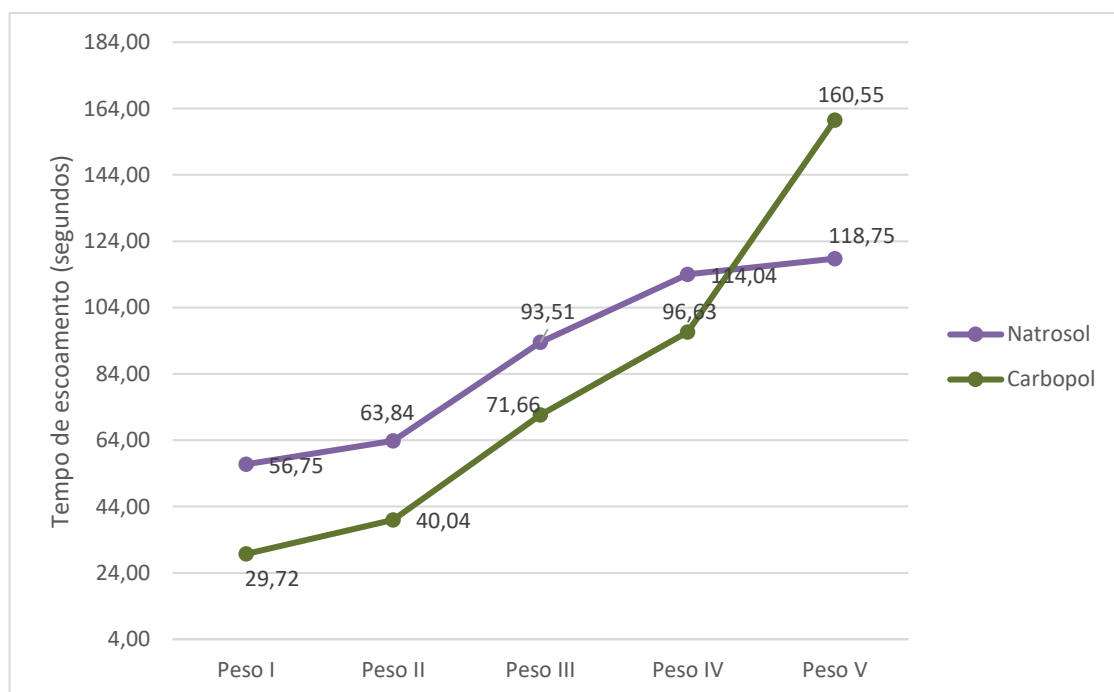
Fonte: O autor (2018)

Os resultados correspondentes ao pH no início e término dos ciclos do teste de estresse térmico apresentaram decréscimo, não alterando a estabilidade das formulações. Sendo assim, os valores apresentados estão conforme dados da literatura de BONET e GARROT, 2005.

#### 4.2.3. Determinação da viscosidade

Houve alterações como aumento da viscosidade nas amostras de Carpbopol 940® e diminuição da viscosidade nas amostras de Natrosol 250® conforme demonstrado no Gráfico 3. A diminuição da viscosidade é um parâmetro indicador da estabilidade da gelificação, cuja estrutura polimérica do Natrosol® não resistiu as variações térmicas ao longo dos ciclos.

Gráfico 3: Verificação da viscosidade em todas as fases deste estudo



Fonte: O autor (2018)

A perda da viscosidade pode comprometer a aderência da formulação na mucosa vaginal, podendo diminuir sua eficácia. Segundo Correa e colaboradores (2005), a

manutenção da viscosidade após exposição à temperaturas elevadas indica estabilidade física do gel e dos polímeros considerando o prazo adotado.

## **5. CONCLUSÃO**

Os testes realizados permitiram indicar a formulação com base de Carbopol 940® e extratos de Barbatimão e Hamamélis como mais adequada para composição de um fitocosmético sensual a ser utilizado na região vaginal. As características organolépticas observadas não alterações visíveis na base em Carbopol®, enquanto o Natrosol® apresentou turbidez durante os testes de centrifugação e de estresse térmico. O comportamento pseudoplástico foi evidente em ambas formulações, diante do qual, o gel Carbopol® apresentou a maior tendência de redução da viscosidade em função da força de aplicação. Da mesma forma, os resultados do teste de viscosidade demonstraram a maior viscosidade do gel em base Carbopol®, sendo um requisito fundamental para obter consistência e suavidade almejadas, garantindo maior permanência em contato com o local de ação. O pH da formulação em Carbopol® apresentou-se semelhante ao pH vaginal, contribuindo para manutenção de sua homeostase, reafirmando a escolha desta base.

Estudos futuros são necessários a fim de confirmar o potencial da formulação como de estabilidade acelerada e de longa duração, utilizando em as formulações previamente avaliadas. A avaliação da qualidade microbiológica dos géis deve ser considerada futuramente para reforças os resultados de estabilidade.

A adoção de Boas Práticas de Fabricação é essencial para o sucesso do produto, minimizando desvios de qualidade e otimizando tempo de desenvolvimento. Assim, espera-se que este estudo forneça informações para o desenvolvimento futuro do produto, permitindo o registro futuro desta formulação, respeitando a legislação vigente e primando pela eficácia e segurança.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABEME. Associação Brasileira das Empresas do Mercado Erótico e Sensual. BONET, R; GARROT, A. Higiene de la zona íntima femenina. *Más allá de La limpieza. OFFARM.* vol .24, n.11, diciembre 2005.

BRASIL. ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**, v. 1, 2014. Disponível em: <<http://bvsms.saude.gov.br/bvs/publicacoes/cosmeticos.pdf>>. Acesso: em 27 nov. 2017.

BRASIL. ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 48, de 25 de outubro de 2013. **Aprova o Regulamento Técnico de Boas Práticas de Brasileira**. 2.ed. Brasília: Rev. 02, 2012.

BÜHLER, F. V; FERREIRA, J.R.N. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de formulações contendo extratos de *Ilex paraguariensis* St. Hil. a 5 e 10%. **Rev Perspect.** n. 32, p.47-55, 2008.

CORREA, N.M.; CAMARGO JÚNIOR, F.B.; IGNÁCIO, R.F.; LEONARDI, G.R. **Avaliação do comportamento reológico de diferentes geis hidrofílicos**. Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas, v. 41, n. 1, jan./mar., 2005.

COSTA, J. G.; LEITE, G. O.; DUBOIS, A. F.; SEEGER, R; L..BOLIGON, A. A.; ATHAYDE, M. L.; CAMPOS, A. R. ROCHAMM J. B. Antioxidant effect of *Stryphnodendron rotundifolium Martius* extracts from Cariri-Ceará State (Brazil): potential involvement in its therapeutic use. **Molecules**, v. 17, n. 1.; p.934-950, 2012.

FAIVRE. C.; GHEDIRA, A. K.; GOETZ. P.; EUNE R. Hamamelis virginiana L. (Hamamelidaceae). **Phytothérapie**. V.7, n. 4., p.215-20. 2009.

GONÇALVES, G. M. S.; CAMPOS, P. M. B. G. M. Aplicação de métodos de biofísica no estudo da eficácia de produtos dermocosméticos. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 45, n. 1, jan./mar. 2009.

[http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2013/rdc0048\\_25\\_10\\_2013.pdf](http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2013/rdc0048_25_10_2013.pdf)  
Acesso: em 27 nov. 2017.

KNORST, M. T. **Desenvolvimento tecnológico de forma farmacêutica plástica contendo extrato concentrado de Achyroclinesatureioides. Lam. DC. Composita e. (Marcela)** Porto Alegre, 1991. 228p. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Farmácia. Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

LIMA, G.C; VILELA, A.F.G; SILVA, A.A.S; PIANNOVSKI, A.R; SILVA, K.K; CARVALHO, V.F.M; MUSIS, C.R; MACHADO, S.R.P; FERRARI, M. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física de emulsões O/A contendo óleo de babaçu (*Orbignyaoleifera*). **Revista Brasileira de Farmácia**, v.89, n.3, p.239-245, 2008.

LOPES, A.R.A; VARGAS, M.L.S; CAVALCANTI, A.S.S; SILVA, A.G. Plantas e seus extratos administração e biodisponibilidade de fitoterápicos aplicados na pele. **Natureza online**. v. 4, n.2, p.62-66, 2006.

MAIA, A. M. **Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de formulações cosméticas contendo ácido ascórbico**. São Paulo, 2002. 117p, Dissertação de mestrado – Faculdade de ciências Farmacêuticas – Universidade de São Paulo.

**Manual do Comprador: Cosmética Sensual**. Brasil, 2012. Disponível em: <<https://www.abeme.com.br/empresas.pdf>>. Acesso em: 27 nov. 2017.

MARTIN, A. **Physical Pharmacy**. 4. ed. Philadelphia: Lea & Febiger, 1993. p. 153-476.

VELASCO, M.V.R; MACIEL, C.P.M; SARRUF, F.D; PINTO, C.A.S.O; CONSIGLIERI, V.O; KANEKO, T.M; BABY, A.R. Desenvolvimento e Teste Preliminar da Estabilidade de formulações cosméticas acrescidas de extrato comercial de *Trichiliacatigua*Adr. Juss (e) *Ptychopetalumolacoides* Bentham, **Revista de Ciências Farmacêuticas Básicas Aplicadas**, v.29, n.2, p.181-196, 2008.