

AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE BLOQUEADORES SOLARES FPS 30¹

Marília Heloise Mundstock²
Ana Paula Zanini Frasson³

Resumo

A pele é constantemente exposta a fatores químicos e ambientais, como os raios UV. As radiações podem ser originadas de fontes naturais ou artificiais, gerando benefícios à pele e a saúde, ou proporcionando efeitos nocivos, provocados principalmente pelos raios UVB. Com base nisso, tem aumentado o uso de bloqueadores solares, os quais são capazes de conferir proteção intensiva frente às radiações solares, por conterem substâncias que absorvem ou refletem 95% das radiações UV incidentes sobre a pele. Os bloqueadores solares podem ser manipulados em farmácias, as quais possuem grandes dificuldades em estabilizá-los devido a elevada concentração de filtros lipossolúveis. Na maioria das vezes ocorrem sinais de instabilidade como separação de fases, especialmente naqueles que possuem FPS 30. Buscando solucionar esse problema, foram desenvolvidas fórmulas de bloqueadores solares com FPS 30, em bases não-iônicas das quais avaliou-se a estabilidade físico-química, através de testes de estabilidade acelerada e em tempo real, pelas características organolépticas, determinação do índice de espalhabilidade, variação de pH e viscosidade. Após o término das análises verificou-se que a formulação B obteve melhor desempenho dentre as demais, destacando-se a presença do Nikkomulse 41[®] o qual aumentou a sua estabilidade.

Palavras-chave: Filtros solares. Radiações UV. Bases não-iônicas. Fotoprotetores.

Physical-Chemical Stability Evaluation of Sunscreens SFP 30

Abstract

The skin is constantly exposed to chemical and environmental factors, as UV radiations. The radiations can be originated from natural or artificial sources, generating benefits to the skin and the health, or providing noxious effects, as skin cancer and precocious cutaneous aging. Thinking about that, it has been increasing the use of sun block, which are capable to check protection intensive front the solar radiations, that contain substances capable absorb or reflect 95% of the radiations UV incidents on the skin. The sun block can be manipulated at drugstores, which has great difficulties to stabilize them due to the high concentration of liposoluble filters frequently happen signs of instability as separation of phases, especially in those that possess SPF 30. Front to that problem formulas of sun blocking with SPF 30 was made in non-ionic bases, which had the physical-chemical stability evaluated, through tests of accelerated stability and in real time, for the organoleptical characteristic, determination of the spneady index, pH variation and viscosity. After the ending of the analyses was verified that formularization B got better performance, being distinguished it presence of the Nikkomulse 41[®] which increased its stability.

Keywords: Solar filters. UV radiations. Non-ionic bases. Sunscreens.

¹ Trabalho de Conclusão de Curso I do curso de Farmácia.

² Acadêmica do Curso de Farmácia da Universidade Regional do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul – Unijuí. hemundi@yahoo.com.br

³ Mestre em Ciência e Tecnologia Farmacêuticas, docente do Departamento de Ciências da Saúde da Universidade Regional do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul – Unijuí. afrasson@unijuí.tche.br

Introdução

A luz ultravioleta (UV) corresponde a aproximadamente 5% do espectro solar que atinge a terra (Rubin; Iribarrem; Viglioglia, 1993). Dentre as radiações que compõem o espectro solar, as UV são as que apresentam menor longitude e maior energia (Rubin; Iribarrem; Viglioglia, 1993; Viglioglia, 1997). Podem ser divididas em UVA (320 a 400 nm – longas), UVB (290 a 320 nm – medianas) e UVC (100 a 290 nm – curtas) (Corrêa; Rangel, 2002).

As radiações podem proporcionar benefícios à pele e a saúde (Sena; Silva; Pires, 2003), bem como gerar conseqüências desfavoráveis, causando danos muitas vezes irreversíveis (Sena; Silva; Pires, 2003; Steiner, 2001). Essas radiações, além de causarem queimaduras e manchas hipercrômicas (Azzellini, 1996), provocam envelhecimento cutâneo precoce, lesões pré-cancerosas e até tumores malignos (Sena; Silva; Pires, 2003; Steiner, 1995; Viglioglia, 1997). Com a maior incidência desses danos, tem aumentado consideravelmente a procura por fotoprotetores de alta eficácia, ou seja, produtos capazes de conferir proteção intensiva frente aos efeitos das radiações solares (Azzellini, 1996). Baseados nisso, fabricantes de cosméticos têm incluído filtros solares em formulações, de cuidados rotineiros da pele (Schneider, 2002).

O filtro solar tem a capacidade de absorver ou refletir as radiações UV incidentes sobre a pele, eliminando parcialmente os efeitos dessa radiação (Steiner, 1997). Inicialmente, as formulações possuíam apenas filtros solares UVB, os quais eram destinados à prevenção de queimaduras (Schneider, 2002), sendo posteriormente reconhecidos na prevenção e redução de lesões benignas e malignas (Salgado; Galante; Leonardi, 2004). As preparações solares de hoje, incluem os filtros UVA, podendo-se contar, também, com filtros para a radiação infravermelha (Schneider, 2002).

A radiação UVB atinge totalmente a epiderme e parcialmente a derme, sendo responsável pelo espessamento da camada córnea (Schneider, 2000), pigmentação indireta e pela formação de eritema (queimadura solar) (Salgado; Galante; Leonardi,

2004; Schneider, 2000; Viglioglia, 1997). É responsável pelo bronzamento tardio (Rubin; Iribarrem; Viglioglia, 1993) e pela transformação do ergosterol em vitamina D (Osterwalder; Luther; Herzog, 2000; Viglioglia, 1997).

A radiação UVA é menos energética que a UVB, mas penetra profundamente na pele (Schueller; Romanowski, 2000). Caracteriza-se por não produzir eritema e ser pigmentógena, pelo estímulo da produção de melanina (Corrêa; Rangel, 2002; Moura, 1996; Schueller; Romanowski, 2000; Viglioglia, 1997). Pode atingir a derme provocando a degradação das fibras elásticas, ocasionando elastose e seus efeitos cumulativos induzem ao envelhecimento cutâneo precoce, chamado envelhecimento actínico. As longas e repetidas exposições aos raios UVA e UVB provocam profundas modificações nas células da derme, que podem levar a carcinomas cutâneos (Salgado; Galante; Leonardi, 2004; Schneider, 2000). Assim como ocorre com a luz visível, pode causar fotossensibilização (Schneider, 2000).

Os produtos contendo filtros solares são classificados em bronzeadores, protetores solares ou bloqueadores. A proteção solar máxima é obtida pelo uso de bloqueadores que absorvem ou refletem 95% das radiações UVA e UVB (Schneider, 2000; Steiner, 2001).

O fator de proteção solar (FPS) foi instituído com o objetivo de propiciar um índice numérico ao grau de proteção oferecido por determinada preparação e está relacionado com a Dose Eritematógena Mínima (DEM) que é definida como a quantidade mínima de energia que, em determinado período de tempo, é capaz de provocar eritema cutâneo perceptível (Salgado; Galante; Leonardi, 2004; Schneider, 2000; Viglioglia, 1997). O FPS é calculado dividindo-se a DEM na pele protegida, pela DEM na pele desprotegida (Corrêa; Rangel, 2002; Salgado; Galante; Leonardi, 2004).

A preocupação de um formulador não está somente ligada às interações desfavoráveis, mas também ao fator de proteção que o filtro ou associação desses, vai fornecer ao produto acabado (Johncock, 2000). Como existem diversas bases cosméticas para a incorporação dos filtros solares, deve-se conside-

rar a capacidade de proteção nas diferentes bases e se essas permanecerão estáveis frente aos testes físico-químicos.

Nas loções hidroalcoólicas, a evaporação do álcool pode resultar em falhas no filme formado, interferindo na qualidade da proteção. Já os óleos apresentam maior proteção do que as anteriores, mas pela qualidade do filme não proporcionam elevados FPS. Os géis, alcoólicos ou não, conduzem a baixos FPS. Géis hidroalcoólicos podem produzir filmes pouco uniformes, enquanto os lipossolúveis, que são produtos oleosos gelificados, conduzem a uma maior proteção quando comparados aos óleos tradicionais. As emulsões A/O promovem a maior proteção possível, pelo melhor desempenho do filme formado (Mendonça; Kedor, 1996; Viglioglia, 1997). Entretanto, a oleosidade excessiva é um ponto negativo no que diz respeito ao conforto para o usuário. As emulsões O/A representam o veículo mais utilizado e adequado para o preparo de fotoprotetores (Corrêa; Rangel, 2002).

Algumas matérias-primas podem alterar o espectro de absorção dos filtros solares. O resultado tanto pode ser benéfico (aumento do FPS) quanto prejudicial (redução do FPS) ao protetor solar. Diversos ésteres graxos podem aumentar o FPS, principalmente ao solubilizar adequadamente alguns filtros químicos que apresentam problemas de cristalização no produto final devido à baixa solubilidade (Corrêa; Rangel, 2002).

A concentração e o tipo de filtro exercem um efeito direto sobre o grau de proteção obtido. A eficiência dos diversos filtros disponíveis e permitidos são diferentes entre si, podendo alguns ser mais efetivos que outros. Nenhum filtro solar atinge sozinho FPS maior que 10, sendo necessária a combinação de dois ou mais filtros, para alcançar FPS superiores (Corrêa; Rangel, 2002).

No Brasil vigoram duas resoluções que regulamentam o uso de filtros solares. A RDC nº 161/2001 apresenta uma relação de filtros UV permitidos para uso em produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes definindo as concentrações máximas desses (Brasil, 2001). A RDC nº 237/2002, aprova o Regulamento Técnico Sobre Protetores Solares em

Cosméticos e traz as definições de raios ultravioletas, FPS e fototipos de peles com os FPS recomendados para esses. Possui também as informações que devem constar no rótulo e as metodologias para a determinação do fator de proteção (Brasil, 2002).

Os filtros solares podem ser físicos ou químicos. Os químicos possuem estrutura química não saturada, geralmente sintética, que absorve as radiações Uv devido sua estrutura aromática contendo um grupamento carbonila e um substituinte aminado ou metoxilado, doador de elétrons, situado em posição "orto" ou "para" do grupamento carbonila (Schneider, 2002), que transformam essa energia em calor (Steiner, 1997). Para serem efetivos devem absorver radiações de comprimento de onda entre 290 e 400 nm, classificando-se como absorvedores UVA, UVB ou UVA/UVB (amplo espectro) (Galena, 2001).

Na sua maioria, os filtros solares químicos são lipossolúveis e pouco coloridos. Estes, além de absorver as radiações na faixa UVA ou UVB, não devem ser tóxicos, irritantes, nem sensibilizantes devem ser resistentes à água e ao suor, ter adequada solubilidade para facilitar sua incorporação no veículo, bem como ser resistentes ao calor e umidade. Ainda, devem ser capazes de se fixar nas camadas superiores da epiderme sem penetração profunda, exercendo sua função protetora por várias horas (Schneider, 2002).

O metoxicinamato de octila (Eusolex 2292®) é um filtro solar com elevada capacidade de absorção da radiação UVB, especialmente na faixa de 300 a 310 nm, comprimentos de onda mais eritematógenos. É usado em concentrações de 2 a 7,5% (Batistuzzo; Itaya; Eto, 2000), podendo ser incorporado a emulsões O/A e A/O. É prontamente dissolvido em óleo, fotoestável, praticamente inodoro e compatível com as bases cosméticas. Devido sua solubilidade limitada em água este filtro é ideal para uso em formulações de protetores solares impermeáveis. A combinação com 0.5 a 5% de Eusolex 232® (ácido fenilbenzimidazol sulfônico) em emulsão O/A ou A/O, provou ser especialmente eficaz (Merck, 1999).

O octil dimetil PABA (Eusolex 6007[®]) possui pico de absorção em torno de 310nm e é um dos filtros UVB mais conhecidos em todo o mundo. É insolúvel em água, não mancha os tecidos, não é sensibilizante, irritante e nem fototóxico (Batistuzzo; Itaya; Eto, 2000). Não possui nenhuma dificuldade de incorporação às emulsões, sendo usado em concentrações de 0,5 a 5% (Merck, 1999).

A benzofenona-3, também conhecida como oxibenzona ou Eusolex 4360[®] é um filtro solar UVA/UVB, com picos de absorção em 320 e 290 nm (Batistuzzo; Itaya; Eto, 2000). É indicado em concentração de 1 a 4%, dependendo da natureza do produto acabado. Em óleos relativamente não-polares, recomenda-se o uso de concentrações de até 5% (Merck, 1999).

Os filtros solares físicos são substâncias pulverulentas opacas, capazes de refletir e dispersar a energia solar, formando uma barreira física às radiações (Galena, 2001). Possuem baixo potencial irritante, sendo recomendados para produtos infantis (Paola, 2001). O grau de tenuidade do pó é muito importante para a eficácia desses filtros, pois o tamanho das partículas, bem como o índice de refração influenciam na capacidade das substâncias em dispersar as radiações (Paola, 2001; Schneider, 2002).

São exemplos de filtros físicos o dióxido de titânio, óxido de zinco, silicato de magnésio, óxido de magnésio e óxidos de ferro, entre os quais, os mais utilizados são o dióxido de titânio (TiO₂) e o óxido de zinco (ZnO). Ambos são atóxicos e inertes, usados em associação com filtros químicos para fotoprotetores de elevado FPS. Essas substâncias existem na forma micronizada, o que melhora as características organolépticas das formulações, facilitando o espalhamento sobre a pele e diminuindo o aspecto esbranquiçado após a aplicação (Paola, 2001).

O dióxido de titânio ou Eusolex T-2000[®] oferece proteção muito eficiente entre 250 a 380 nm (UVA e UVB). Porém, o dióxido de titânio não micronizado conduz a problemas de dispersão nas formulações e causa esbranquecimento da pele. O Eusolex T-2000[®] que é uma forma micronizada de dióxido de titânio é de fácil dispersão nas bases cosméticas,

sem provocar efeito fotocatalítico. Pode ser incorporado facilmente na fase aquosa como oleosa, inclusive óleo de silicone, o que se deve a modificação de sua superfície (Merck, 1999).

Existem diversas bases para o preparo de emulsões, as quais podem ser aniônicas ou não-iônicas. O Paramul Já e o Polawax J[®] são bases auto-emulsionantes não-iônicas adequadas ao preparo de emulsões do tipo O/A. Consistem de uma mistura de álcool cetosteárico e seu derivado etoxilado, o que os torna bastante hidrofílicos (Batistuzzo; Itaya; Eto, 2000; Galena, 1999?). Os cremes e loções cremosas obtidos a partir do Paramul Já, são brilhantes, de toque agradável, não gorduroso e têm boa espalhabilidade, compatíveis com a maioria dos ativos dermatológicos, estáveis na faixa de pH entre 5,0 e 7,0 (Galena, 1999?; Paramul, 2005). O Paramul J[®] pode ser usado em concentrações de 2 a 15%, de acordo com a viscosidade desejada (Galena, 1999?). O Polawax J[®], produz emulsões viscosas em concentrações de 5 a 10% (Batistuzzo; Itaya; Eto, 2000).

O Nikkomulse 41[®] é formado por um complexo de ésteres graxos de poliglicerina, álcool berrênico e estearil lactato de sódio. Segundo a literatura técnica, esse complexo promove grande estabilidade às formulações, inclusive em ampla faixa de temperatura, pois forma uma estrutura reticular de gel acompanhada por cristais líquidos lamelares. Por se tratar de uma base auto-emulsionante, facilita o preparo de emulsões, podendo dispensar o uso de espessantes e suportando a adição de diversos tipos de óleos. Por formar uma película hidrofóbica, promove resistência à água e prolongada emoliência à pele (Galena, 2003; Souza, 2003). Também apresenta boa compatibilidade com a pele, possuindo baixa irritabilidade, e por isso pode ser usado no preparo de vários cosméticos, principalmente fotoprotetores resistentes à água. As concentrações de uso deste produto são determinadas de acordo com a forma cosmética desejada, variando de 1 a 3%. A faixa de pH de estabilidade varia entre 4 e 8, sendo compatível com a maioria dos eletrólitos fortes (Galena, 2003).

Para a comprovação ou não da eficácia de um produto é necessária a realização de testes de controle de qualidade. No caso dos bloqueadores solares, recomenda-se a realização de testes para verificar sua estabilidade físico-química e o FPS (Barata, 2002). Os testes de estabilidade podem ser realizados em tempo real ou pela aplicação de condições de tensão que acelerem as reações de degradação. Os testes de estabilidade em tempo real são realizados durante um determinado período de tempo, dentro do qual espera-se que o produto se mantenha sem alterações, expondo-o a temperatura ambiente e observando alterações significativas que possam vir a ocorrer. Já os testes de estabilidade acelerada em diferentes temperaturas são úteis para prever, de forma rápida, se a formulação oferecerá boa estabilidade ou sofrerá alterações durante o período de armazenagem e uso. Pode-se monitorar a estabilidade de uma emulsão através de medidas de viscosidade e pH, avaliações da espalhabilidade e comportamento após centrifugação (Müller; Guterres, 1999).

Os bloqueadores solares manipulados em farmácias, possuem dificuldade na estabilização, devido ao elevado FPS, ocorrendo geralmente sinais de instabilidade como a separação de fases, especialmente naqueles que possuem FPS 30, e que, portanto, requerem maior quantidade de filtros.

Frente a esse problema, o objetivo desse trabalho foi desenvolver fórmulas de bloqueadores solares com FPS 30, avaliando as dificuldades e as diferenças encontradas, na manipulação das fórmulas, especialmente quanto à incorporação dos filtros solares, bem como a estabilidade físico-química das mesmas.

Materiais e Métodos

As análises foram realizadas no Laboratório de Farmacotécnica e Cosmetologia da Unijuí, no período de novembro de 2004 a maio de 2005, totalizando 6 meses. As amostras foram analisadas em temperatura ambiente, sendo essa devidamente registrada.

Composição das amostras

Baseado nos coeficientes teóricos de proteção solar dos filtros solares, buscando obter FPS 30, foram utilizados os seguintes filtros solares e concentrações: Eusolex T-2000® (3%), 4360® (3%), 6007® (4%) e 2292® (4%).

Além dos filtros solares, as fórmulas eram compostas pelas seguintes bases descritas na Tabela 1.

Tabela 1: Composição das bases não-iônicas utilizadas nas fórmulas

Base Não Iônica	Fórmula A	Fórmula B	Fórmula C	Fórmula D
Paramul J®	7 %	6,5%	–	–
Nikkomulse 41®	–	2%	–	1,5%
Polawax J®	–	–	10%	7%

Na composição de todas as fórmulas foram utilizados óleo de silicone, BHT, miristato de isopropila, propilenoglicol, EDTA, propilparabeno, metilparabeno, água deionizada.

Preparo das amostras

Preparou-se 400 g de cada uma das 4 fórmulas de protetores solares com as diferentes bases não-iônicas. Em seguida, realizou-se os primeiros testes de controle de qualidade através das medidas de pH, viscosidade e espalhabilidade, centrifugação e caracterização organoléptica de cada uma das formulações. Posteriormente essas foram fracionadas em 4 potes de 100 gramas destinados a diferentes locais de armazenagem.

Avaliação da estabilidade

Os testes foram realizados diariamente durante 5 dias consecutivos; após uma vez por semana (durante 1 mês), a cada 15 dias (durante 1 mês) e, após 1 vez por mês até completar o período de 6 meses após o início da manipulação da formulação.

Para a avaliação de estabilidade acelerada as formulações foram submetidas a diferentes condições de estresse, entre elas, a estocagem em refrigerador de 4 a 10°C, em estufa a aproximadamente

50°C e na janela (exposição solar). Variações na estabilidade foram avaliadas através de modificações sensoriais (alteração de cor, odor, aspecto, separação de fases e espalhabilidade), variação de pH e viscosidade.

Para a estabilidade em tempo real, analisou-se as amostras mantidas em temperatura ambiente (prateleira), sendo essas submetidas aos mesmos testes que as amostras da estabilidade acelerada.

Determinação do pH

Para a avaliação das amostras em análise utilizou-se potenciômetro (pHmetro – DIGIMED, modelo DM 20) previamente calibrado. Para a verificação do pH as amostras foram diluídas na proporção de 1:10 em água deionizada.

Determinação da Viscosidade

Para a determinação da viscosidade das amostras, utilizou-se o Viscosímetro de BROOKFIELD, modelo LVT SPINDLE SET, no qual acoplou-se o spindle nº4. As velocidades aplicadas foram 6, 12 e 30 rpm, conforme a formulação.

Centrifugação

Transferiu-se aproximadamente 3,0 cm de cada amostra para tubos de centrífuga, submetendo-os a 3000 rpm por 15 minutos. Após, essas foram avaliadas conforme a escala arbitrária descrita na Tabela 2. Os testes de centrifugação foram realizados nos cinco primeiros dias após o preparo.

Tabela 2: Escala adotada para os testes de estabilidade

Escala	Aspecto
1	Nenhuma modificação visível
2	Leve evidência de falta de homogeneidade
3	Início da separação das fases
4	Separação de fases marcada
5	Separação total das fases

Determinação do Índice de Espalhabilidade (Ei)

Para a avaliação da espalhabilidade das amostras, utilizou-se o método descrito por Knorst (1991) (Muller; Guterres, 1999). O equipamento para a medida da espalhabilidade é composto por uma placa molde de vidro, contendo um orifício central de 1,0 cm de diâmetro, através do qual a amostra é aplicada. Essa placa molde fica sobre duas placas-suporte entre as quais encontra-se uma folha de papel milimetrado. Após a aplicação da amostra retirou-se cuidadosamente a placa molde. Sobre a amostra, colocou-se uma placa de vidro com peso previamente determinado e após um minuto, verificou-se a área abrangida, através da medida do diâmetro do eixo horizontal e vertical, com posterior cálculo do diâmetro médio. Este procedimento foi realizado sucessivamente, acrescentando-se as placas em intervalos de um minuto e registrando-se a cada determinação do diâmetro obtido e peso da placa adicionada, até o total de 5 placas. Os resultados são expressos em espalhabilidade (Ei) da amostra em função da massa aplicada de acordo com a equação:

$$Ei = d^2 \cdot \pi / 4$$

Onde: Ei = espalhabilidade da amostra para peso i (cm²)

d = diâmetro médio (cm)

Características Organolépticas

Para a análise sensorial, foram observadas a coloração, odor, consistência e homogeneidade do creme quanto à formação de gotas ou gotículas de óleo em sua superfície e separação de fases, em tempo real e em condições de estresse.

Resultados e Discussão

No preparo das formulações os Eusolex 6007[®] e 4360[®] foram facilmente incorporados à fase oleosa, enquanto o Eusolex 2292[®] foi incorporado após o resfriamento da emulsão. Apesar do fabricante afirmar que o Eusolex T-2000[®] é facilmente incorpora-

do em qualquer uma das fases da emulsão, foram encontradas dificuldades no processo de incorporação desse, sendo necessária sua dispersão para incorporação no final do processo de preparo das fórmulas. Foram avaliados diversos solventes para isso, obtendo-se melhores resultados com miristato de isopropila.

pH

O pH das bases antes da incorporação dos filtros encontrava-se dentro da faixa de 6,0 e 7,0 considerada ideal para esses produtos (Souza, 2003; Viglioglia, 1997). Com a incorporação dos filtros, houve uma redução desse parâmetro, como pode ser observado na Figura 1, onde são apresentados valores médios das verificações realizadas.

Conforme os resultados todas as amostras mantiveram-se na faixa de pH entre 5 e 6. As amostras da janela apresentaram-se menos estáveis que as demais, sendo que a formulação A, a partir da 8ª

medida, ou seja, aproximadamente um mês após seu preparo, começou a apresentar queda de pH. As amostras C e D apresentaram queda de pH após cerca de 2 meses, e a amostra B, a partir do 3º mês. As formulações B e D, mantiveram-se estáveis por maior tempo quando expostas à condições climáticas naturais. As amostras armazenadas nos outros locais, as quais não tinham contato com a luz solar, mostraram-se estáveis frente ao teste de pH, durante o período da análise. Para a análise dos resultados, desconsiderou-se a 13ª verificação, devido a grande variação observada nos valores de todas as amostras.

Viscosidade

Conforme os dados obtidos através da análise da viscosidade, as formulações A, B e D apresentaram características de fluidos não-newtonianos, tendo um comportamento pseudoplástico, no qual a força aplicada pode gerar tensões de corte variável, aumentando ou diminuindo a viscosidade do fluido (Marriott, 2005).

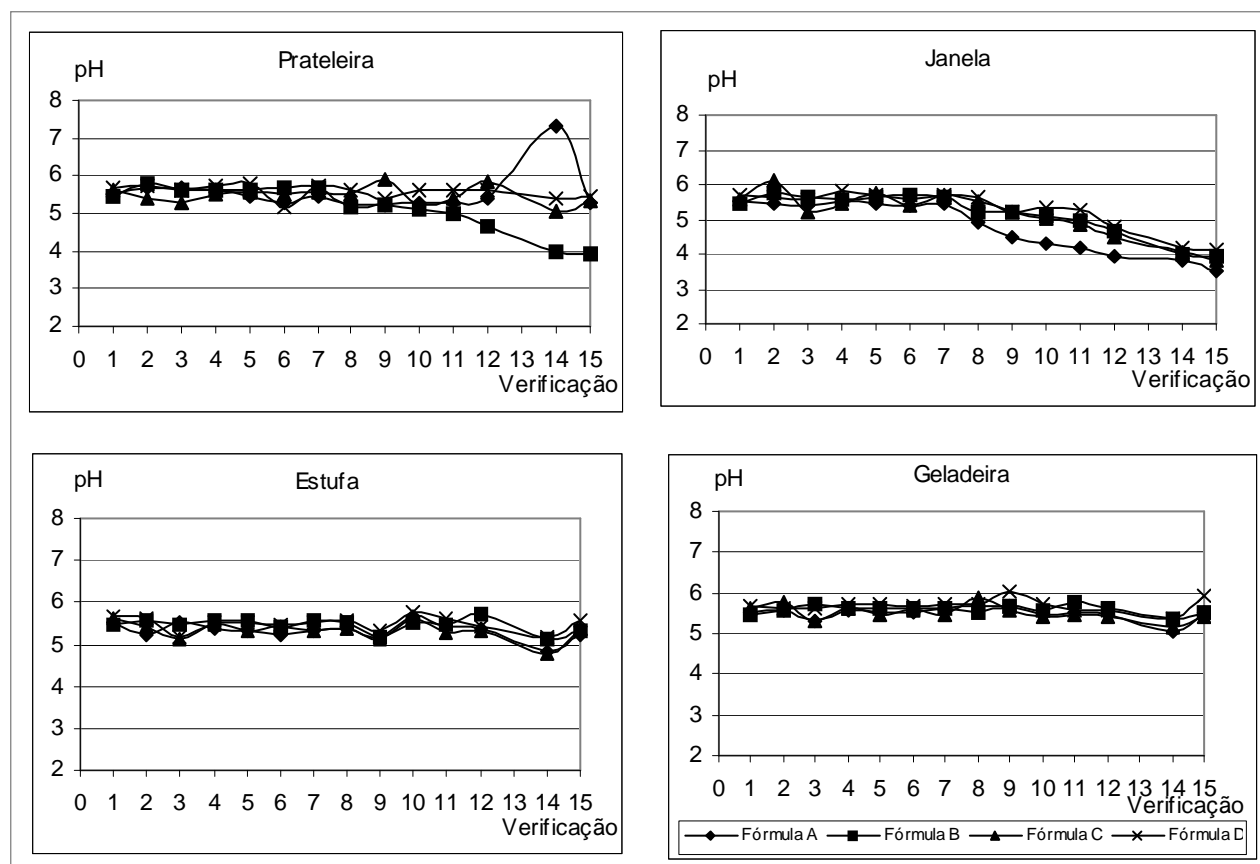


Figura 1: Gráficos comparativos das formulações na análise do pH por local de armazenamento

As formulações B e D sofreram aumento da viscosidade, independentemente das condições de armazenamento, ocorrendo maior variação com o aumento da temperatura e exposição à luz solar. Os resultados podem ser analisados de acordo com a Tabela 3.

Tabela 3: Média das medidas de viscosidade das diferentes formulações

Local	Fórmula A	Fórmula B	Fórmula C	Fórmula D
Estufa	5075,5 cPs	34601,1 cPs	17014,0 cPs	25945,8 cPs
Janela	9259,8 cPs	28603,5 cPs	9080,0 cPs	16113,1 cPs
Geladeira	12578,0 cPs	32251,1 cPs	6561,3 cPs	9014,0 cPs
Prateleira	8277,1 cPs	28710,0 cPs	9774,2 cPs	17186,9 cPs

A associação de Nikkomulse 41® reduziu as variações da viscosidade em comparação com as formulações nas quais foi utilizado. Observou-se uma redução de 24% do aumento da viscosidade da formulação D em relação a C e de 20% da formulação B em relação a A.

Centrifugação

Para a avaliação dos resultados da centrifugação seguiu-se a escala apresentada na tabela 2. Após a centrifugação realizada no dia do preparo das amostras, nenhuma foi classificada no nível 3, ou

seja, com início de separação de fases, indicando a estabilidade inicial dessas. Com base nisso deu-se seqüência aos testes. Os resultados são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4: Classificação do nível de homogeneidade das formulações frente à centrifugação.

Verificação	Fórmula A				Fórmula B				Fórmula C				Fórmula D			
	P	G	E	J	P	G	E	J	P	G	E	J	P	G	E	J
1º dia	1	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2
2º dia	1	1	1	2	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2
3º dia	1	2	2	2	2	2	1	2	2	3	2	2	2	2	2	2
4º dia	1	2	3	2	3	3	2	2	2	3	2	2	2	2	3	2
5º dia	2	2	3	2	3	3	2	2	2	3	2	2	2	3	3	2
	P=prateleira				G=geladeira				E=estufa				J=janela			

Nenhuma das fórmulas mostrou-se completamente estável, entretanto, nenhuma atingiu o nível 4, ou seja, a separação de fases marcada. As formulações que sofreram menos variações de homogeneidade em tempo real foram as amostras A, C e D. Observou-se que as variações de temperatura influenciaram mais as fórmulas A e D.

Espalhabilidade

Na verificação da espalhabilidade obteve-se os resultados demonstrados na Figura 2, sendo os valores calculados com base no peso de 260,1971g.

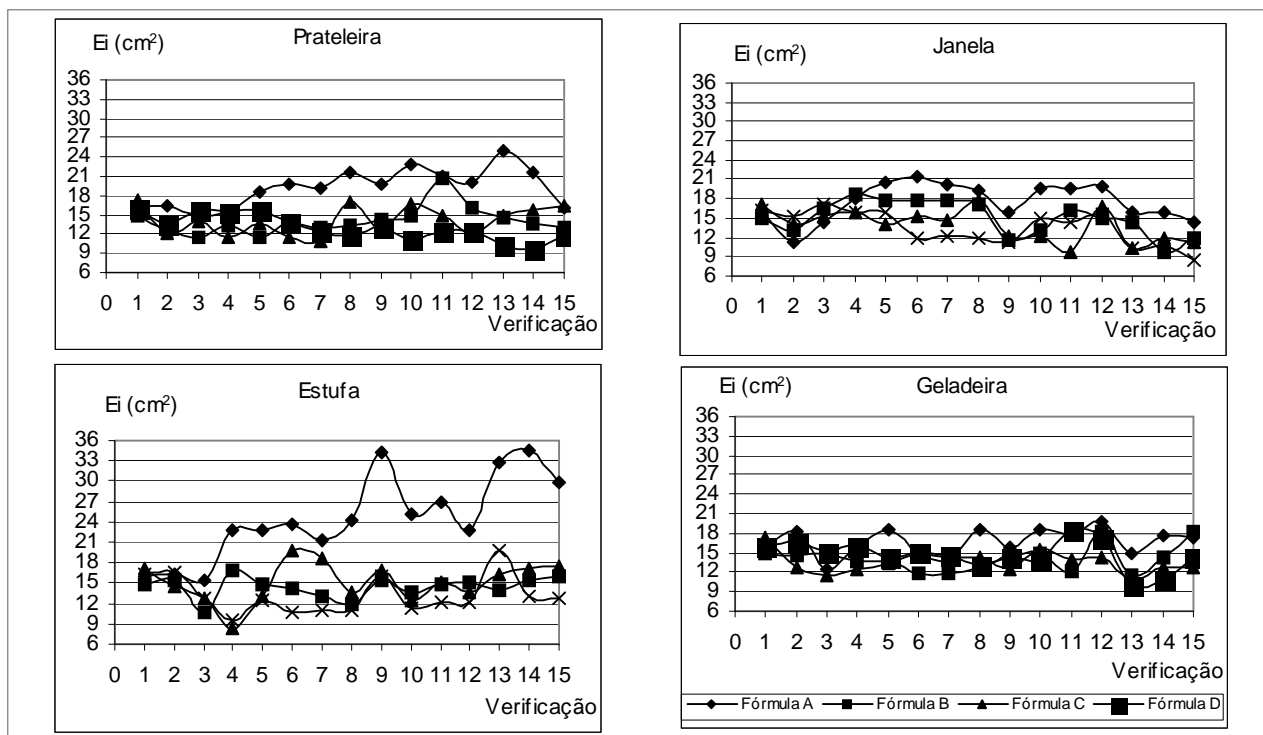


Figura 2: Variações da espalhabilidade das formulações

Na análise da espalhabilidade percebe-se que a fórmula A é mais sensível a variações de temperatura, pois essa sofreu variações consideráveis de acordo com os locais de armazenamento, especialmente quando expostas a temperaturas mais elevadas. Em temperaturas mais baixas houve menor variação da espalhabilidade. Nas formulações B e D houve diminuição da espalhabilidade quando comparadas as formulações A e C, respectivamente.

Características Organolépticas

Após a manipulação todas as fórmulas apresentaram coloração amarelo claro e odor agradável, sendo que as formulações A e D apresentaram menor consistência aparente que as demais.

Na análise da estabilidade real, a amostra A da prateleira, após 30 dias, passou a apresentar odor desagradável. Após 2 meses e quinze dias, essa apresentou gotículas de óleo da superfície.

Três dias após o início dos testes a formulação A da janela, apresentou leve redução na consistência e a formulação C apresentou gotículas de óleo em sua superfície. Decorridos 10 dias do preparo das fórmulas observou-se o início de modificações na coloração e odor das fórmulas A e C da janela. As amostras B e D armazenadas na estufa apresentaram gotículas de óleo na sua superfície, e a A teve perda significativa da consistência.

Transcorridos 18 dias, as amostras C e D da estufa, apresentaram respectivamente gotículas de óleo na superfície e alteração no odor. As amostras A, B e C da janela tiveram modificação significativa do seu odor e coloração. Na semana seguinte, a formulação D da janela teve modificação considerável em seu odor e sua coloração e as formulações C e D armazenadas na estufa tornaram-se opacas. No segundo mês de testes a formulação A armazenada na geladeira, teve redução da consistência. Quinze dias após a formulação C da geladeira apresentou duas gotas de óleo na superfície.

No terceiro mês de análise a amostra D armazenada na geladeira, passou a apresentar pequenas gotículas de óleo nas paredes do recipiente. E no quarto mês das amostras localizadas na janela, a A apresentou gotículas de óleo na superfície e a amos-

tra C uma camada fina de gordura na superfície. Após cinco meses a amostra B armazenada na janela apresentou gotículas de óleo na superfície e as amostras B, C e D da estufa apresentaram formação cerosa na sua superfície.

No 6º mês de análise, além das alterações já descritas, não houve modificações significativas nas formulações.

Dentre todas as formulações, a que sofreu menor variação durante os seis meses quanto as características organolépticas, foi a amostra B, armazenada na prateleira e na geladeira. Observou-se ainda, que as amostras expostas a elevadas temperaturas e radiações solares sofreram maiores alterações ao contrário das amostras submetidas à baixas temperaturas.

Conclusão

Em todas as análises observou-se que a formulação B apresentou melhor desempenho, sendo, portanto considerada a mais estável. Destaca-se que a presença do Nikkomulse 41® fez aumentar a estabilidade independente da base. O ideal seria mantê-los sob refrigeração para aumentar a estabilidade, prolongando assim seu prazo de validade.

Agradecimentos

Agradeço a Merck® Indústrias Químicas S/A pela disponibilização dos filtros solares e literatura técnica. A Unijuí pelo fornecimento do restante do material utilizado, e o empréstimo do laboratório, imprescindíveis para a realização deste trabalho.

Referências

- AZZELLINI, S. C. Fotoproteção e FPS. *Racine*, ano VI, n. 34. p. 15-17 São Paulo, set./out. 1996.
- BARATA, E. A. F. *A cosmetologia: princípios básicos*. São Paulo: Tecnopress, 2002. 176 p.

- BATISTUZZO, J. A. de O.; ITAYA, M.; ETO, Y. *Formulário médico-farmacêutico*. São Paulo: Tecnopress, 2000. 421 p.
- BRASIL. Agência Nacional da Vigilância Sanitária. RDC n. 161 de 11 de setembro de 2001. Estabelece a lista de filtros ultravioletas permitidos para produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br>>. Acesso em: 10 de maio de 2004.
- BRASIL. Ministério da Saúde. RDC n. 237 de 22 de agosto de 2002. Dispõe sobre o regulamento técnico sobre protetores solares em cosméticos. In: *Diário Oficial da União*, Brasília, n. 163, p. 40, 23 de agosto de 2002. Seção 1 E.
- CORRÊA, M. A.; RANGEL, V. L. B. I. Fotoproteção. *Cosmetics & Toiletries* (Edição em Português), São Paulo, v. 14. p. 88-95. nov./dez. 2002.
- GALENA. A importância da fotoproteção para um bronzeamento saudável. *Notícias Galena*, São Paulo, ano XI, ed. 93. p. 10-13, dez 2001.
- GALENA. *Lançamentos em ativos exclusivos 2003*. São Paulo: 2003. CD-ROM.
- GALENA. *Paramul*. São Paulo, 199?. Informe Técnico.
- JOHNSON, W. Interações de formulações com filtro solar. *Cosmetics & Toiletries* (Edição em Português), São Paulo, v. 12. p. 40-50, jul./ago. 2000.
- MARRIOTT, C. Reologia. In: AULTON, M. E. *Delimitação de formas farmacêuticas*. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2005. 677 p.
- MENDONÇA, V. L. M.; KEDOR, E. R. M. Proteção solar X Fator de proteção. *Racine*, São Paulo, ano VI, n. 34, p. 14, set./out. 1996.
- MERCK. Uv Filters. In: *Active Ingredients, Additives, Pigments – For the Cosmetic Industry*. Rio de Janeiro: LLUM, 1999. CD-ROM.
- MOURA, C. J. de. Radiações e filtros solares. *Racine*, ano VI, n. 34, p. 3-4. São Paulo, set./out. 1996.
- MÜLLER, C. R.; GUTERRES, S. S. Caracterização e avaliação da estabilidade física de emulsões contendo filtros solares. *Revista Brasileira de Farmácia*, São Paulo, n. 80 (1/2), p. 12-17, 1999.
- OSTERWALDER, U.; LUTHER, H.; HERZOG, B. Novo protetor UVA. *Cosmetics & Toiletries* (Edição em Português), São Paulo, v. 12. p. 52-59, jul./ago. 2000.
- PAOLA, M. V. R. V. Princípios de formulação de protetores solares. *Cosmetics & Toiletries* (Edição em Português), São Paulo, v. 13, p. 74-82, set./out. 2001.
- PARAMUL. Disponível em: <http://www.pharmacotecnica.com.br/materias_primas/index.htm>. Acesso em: 12 maio 2005.
- RUBIN, J.; IRIBARREM, N. A.; VIGLIOGLIA, P. A. Sol y Piel. In: VIGLIOGLIA, P. A.; RUBIN, J. *Cosmiatria II*. 3. ed. Buenos Aires: AP Americana, 1993. 406p.
- SALGADO, C.; GALANTE M. C.; LEONARDI, G. R. Filtros solares: Mecanismo de ação e metodologias em preparações magistrais. *International Journal Of Pharmaceutical Compounding* (Edição Brasileira), v. 6, n. 4. p. 224-236. São Paulo: Rx Editora & Publicidade, jul./ago. 2004.
- SCHNEIDER, L. *Atualização em cosmecêutica e em fotoproteção*. Porto Alegre: Instituto Magistral, 2002. Apostila.
- SCHNEIDER, L. *V Curso Extensivo de Cosmetologia*. Módulo VI. Porto Alegre: Instituto Magistral, 2000. Apostila.
- SCHUELLER, R.; ROMANOWSKI, P. Introdução aos produtos fotoprotetores. *Cosmetics & Toiletries* (Edição em Português), São Paulo, v. 12, p. 60-67, jul./ago. 2000.
- SENA, G. L. de; SILVA, E. A. F. ; PIRES, J. M. Moléculas Inibidoras de Radiações UV. *Cosmetics & Toiletries* (Edição em Português), São Paulo, v. 15, p. 82-84, jul./ago. 2003.
- SOUZA, V. M. de. *Ativos dermatológicos*. São Paulo: Tecnopress, 2003. 214 p.
- STEINER, D. Envelhecimento Cutâneo. *Cosmetics & Toiletries* (Edição em Português), São Paulo, v. 7. p. 29-32, jul./ago. 1995.
- STEINER, D. Filtros solares: o que há de novo? *Cosmetics & Toiletries* (Edição em Português), São Paulo, v. 13. p. 20. set./out. 2001.
- STEINER, D. Os filtros. *Racine*, São Paulo, nov./dez. 1997.
- VIGLIOGLIA, P. A. Medio ambiente y piel radiaciones solares. In: VIGLIOGLIA, P. A.; RUBIN, J. *Cosmiatria III*. Buenos Aires: AP Americana, 1997. 351p.