

ANÁLISE MICROBIOLÓGICA EM FORMULAÇÕES DE XAMPU: O CONTROLE DA QUALIDADE EM PRODUTOS COM E SEM CONSERVANTES

MICROBIOLOGICAL ANALYSIS IN SHAMPOO FORMULATIONS: QUALITY CONTROL ON PRODUCTS WITH AND WITHOUT PRESERVATIVES

Isabel Boff Vieira,¹ Angélica Cristiane Moreira,¹ Matias Nunes Frizzo¹

¹ Universidade Regional do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul – Unijuí/Ijuí-RS/Brasil.

Autor correspondente: Isabel Boff Vieira e-mail: isabel_farmacia@yahoo.com.br

RESUMO

O controle de qualidade avalia as características físico-químicas e microbiológicas da formulação, que são fundamentais para garantir a eficácia, segurança e qualidade dos cosméticos. O objetivo deste trabalho foi avaliar a qualidade microbiológica e físico-química de formulações de xampus manipulados com e sem a adição de conservantes. Foi realizado um estudo com caráter quanti-qualitativo descritivo e experimental, a partir de análises dos xampus manipulados com e sem a adição de conservantes. As análises foram feitas no momento do preparo, 30 e 60 dias após a manipulação. Os resultados encontrados mostraram que as amostras não apresentaram alterações das características organolépticas, e nos testes de estabilidade houve diminuição do pH, demonstrando instabilidade. Quanto à análise microbiológica, foram identificados nos três tempos todos os microorganismos patogênicos: *Staphylococcus aureus*, *Salmonella* sp., *Pseudomonas aeruginosa* e *Escherichia coli*. A utilização do conservante não obteve os resultados esperados, pois as formulações de xampu com e sem conservantes apresentaram alterações no pH, densidade, viscosidade e contaminação microbiológica, não estando aptas para serem utilizadas.

Palavras-chave: Cosméticos. Boas práticas de manipulação. Controle de qualidade. Estabilidade.

Submetido em: 22/8/2015

Aceito em: 13/7/2017

ABSTRACT

Quality control evaluates the physicochemical and microbiological characteristics of the formulation, that are crucial to ensure the efficacy, safety and quality of cosmetics. The objective of this study was to evaluate the microbiological quality and physico-chemical shampoo formulations handled with and without the addition of preservatives. A study of quantitative and qualitative descriptive and experimental was conducted from analyzes of shampoos handled with and without the addition of preservatives. The analysis were performed at the time of preparation, 30 and 60 days after handling. The results showed that the samples showed no change in organoleptic characteristics and stability tests was decreasing pH, demonstrating instability. As for microbiological analysis, it was identified in the three times all pathogenic microorganisms: *Staphylococcus aureus*, *Salmonella* sp., *Pseudomonas aeruginosa* and *Escherichia coli*. The use of preservatives has not obtained the desired results, because the shampoo formulations with and without preservative had changes in pH, density, viscosity, microbiological contamination and are not suitable for use.

Keywords: Cosmetics. Good practices of manipulation. Quality control. Stability.

INTRODUÇÃO

Os produtos destinados a tratamentos dermatológicos são, com frequência, preparados em farmácias magistrais. Até pouco tempo, uma característica comum de preparações magistrais era o uso de altas concentrações de conservantes para garantir a estabilidade microbiológica. A consciência atual da toxicidade e irritabilidade causada pelos conservantes, porém, tem alterado este comportamento (PEREIRA, 2011).

O xampu é um produto cosmético formulado a partir de substâncias tensoativas que apresentam propriedades molhantes, detergentes, emulsionantes e formadoras de espuma (BARATA, 2003). Tem como função promover a limpeza dos cabelos e do couro cabeludo por meio da eliminação de resíduos de material graxo, suor, poeira, células mortas e micro-organismos. Como todo produto cosmético, a formulação deve ser agradável no aspecto e aplicação, com viscosidade adequada, produzir espuma suficiente e não irritar os olhos (FARIA et al., 2012).

O xampu é composto por tensoativos, os quais são responsáveis pela remoção de sujidades e sobre-engordurantes, estabilizantes de espuma que dão poder espumante, agentes conservantes utilizados para evitar o aparecimento e desenvolvimento de micro-organismos, essências e corantes, que atribuem aroma e cor, espessantes para aumentar a viscosidade, reguladores de pH, aditivos que conferem características específicas a cada xampu, além do diluente (geralmente a água) sendo o maior constituinte na formulação (GOMES; PIRES, 2014).

Os conservantes fazem parte da formulação do xampu e são empregados para prevenir ou retardar a deterioração bacteriana, limitando, assim, o crescimento microbiano. De modo geral, todos os agentes conservantes são tóxicos. Para maximizar a proteção dos consumidores, a concentração de conservantes deve estar bem abaixo dos níveis tóxicos estabelecidos para os seres humanos (FASSIHI, 2001).

Para que uma formulação de xampu esteja adequada para o uso é necessário realizar o controle de qualidade. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa) exige a realização dos testes de controle de qualidade. Estes avaliam as características físico-químicas e microbiológicas das matérias-primas, embalagens, produtos em processo e produtos acabados e não se deve limitar as operações laboratoriais, mas, sim, abranger todas as decisões relacionadas à qualidade do produto. Os resultados encontrados devem estar de acordo com as especificações farmacopeicas, legislações vigentes e pesquisas científicas (BRASIL, 2008). As análises físico-químicas e microbiológicas são fundamentais para garantir a eficácia, segurança e qualidade dos cosméticos (ANDRADE et al., 2005; MEDEIROS et al., 2007).

A qualidade microbiológica de produtos constitui um dos atributos essenciais para o seu desempenho adequado, principalmente em relação à segurança, eficácia e aceitabilidade. Com isso, o controle de qualidade microbiológico é muito importante para a avaliação de pontos críticos de contaminação e estabelecer normas, a fim de se obter produtos de excelente qualidade, estabilidade e confiança. O controle de qualidade é definido pelo conjunto de procedimentos que assegura que os ensaios sejam executados e apenas liberados para uso depois de garantida a qualidade (BRASIL, 2008). Avaliando os desvios de qualidade com o sistema de Garantia da Qualidade, é possível promover ações de investigação das causas e adotar as medidas necessárias para sua correção (BRASIL, 2003).

Os desvios na qualidade podem causar contaminação dos produtos manipulados, resultando em alterações das características sensoriais, degradação de componentes da formulação, inativação dos princípios ativos e excipientes, alterações físicas e da aparência do produto e comprometimento do desempenho em razão da quebra da estabilidade. Ressalta-se, ainda, que existe a necessidade de investigar o sistema conservante, posto que muitos fabricantes o utilizam na tentativa de manter a carga microbiana dentro do limite estipulado, desconsiderando a toxicidade decorrente do uso do sistema (YAMAMOTO et al., 2004).

O objetivo do presente trabalho foi avaliar a qualidade microbiológica e físico-química de formulações de xampus manipulados, com e sem a adição de conservantes, durante a elaboração do produto transcorridos 30 e 60 dias após sua produção, de forma a observar as transformações ocorridas nas amostras relativas ao ambiente a que foram submetidas e ao tempo transcorridos após a manipulação.

MATERIAIS E MÉTODOS

Foram realizados estudos com caráter quanti-qualitativo descritivo e experimental, a partir de análises dos xampus manipulados com e sem a adição de conservantes. O estudo foi realizado entre os meses de janeiro e abril de 2015. As análises foram feitas no momento do preparo, 30 e 60 dias após a manipulação. Foram feitas avaliações da qualidade microbiológica, físico-química e testes de estabilidade em tempo real e acelerado. Os testes aconteceram em 18 amostras: seis foram armazenadas na estufa (37°C +/- 2°C), outras seis na geladeira (5°C +/- 2°C) e as restantes na temperatura ambiente (temperatura média em torno de 20°C a 30°C). De cada grupo de amostras, três continham conservante na formulação e as três restantes não.

O xampu foi manipulado na Farmácia Universitária da Universidade Regional do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul (Unijuí-RS), de acordo com a formulação constante no formulário farmacêutico utilizado pela Farmácia, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 – Formulação Farmacêutica do Xampu manipulado na Farmácia Universitária na Unijuí

Xampu com conservante	
Lauril éter sulfato de sódio	28 %
Cocoamidopropilbetaína	5 %
EDTA	0,1 %
Amida 80	3 %
Metilparabeno	0,3 %
Propilparabeno	0,05 %
Propilenoglicol	3 %
Plantarem 1200	3 %
Base perolada	4 %
Cloreto de Sódio	0,1 %
Ácido cítrico	qsp pH 6,5
Essência de maçã verde	0,5 %
Corante azul	2 gtts
Água	qsp 100 mL

EDTA = ácido etilenodiamino tetra-acético; qsp = quantidade suficiente para; gtts = gotas.

O xampu sem conservante consiste na mesma formulação, exceto para os componentes Metilparabeno e Propilparabeno.

AMOSTRAS

Foram realizadas análises em triplicata, amostras com conservante armazenadas na estufa (ECC), amostras sem conservantes armazenadas na estufa (ESC), amostras com conservantes armazenadas na geladeira (GCC), amostras sem conservante armazenadas na geladeira (GSC), amostras com conservante armazenadas na prateleira (PCC) e amostras sem conservantes armazenadas na prateleira (PSC).

CONTROLE DA QUALIDADE FÍSICO-QUÍMICA

Houve avaliação dos parâmetros organolépticos, observando características de alteração na cor e no odor, como surgimento de sedimento ou precipitado e separação de fases. O valor de pH foi determinado pela média de três determinações, utilizando pHmetro digital. A densidade relativa foi analisada em triplicata pelo método do picnômetro de vidro, e a determinação da viscosidade foi realizada em triplicata, usando Copo Ford. De acordo com o manual Gehaka (2005), para calcular a viscosidade aplica-se as equações:

$$V^1 = \text{Coef. A} \times T + \text{Coef. B}$$

Na qual:

V¹: viscosidade em centistokes

Coef. A: 0,6658

Coef. B: -17,08

T: tempo em segundos do escoamento da amostra

Equações para o cálculo da viscosidade em centipoises (cps):

$$V^1 \times d = V^2$$

Na qual:

V¹: obtido na equação anterior

d: 1g/cm³

V²: viscosidade em centipoise

TESTES DE ESTABILIDADE

Antes de iniciar os testes de estabilidade foram realizados os testes de centrifugação, a 3.000 RPM durante 30 minutos, na centrífuga Excelsa II Modelo Fanem 206MP. A separação das fases após centrifugação ou formação de precipitados/sedimentos indicaram a reprovação do xampu.

Estabilidade Acelerada

As amostras foram acondicionadas em frascos de vidro neutro. O teste teve duração de 60 dias com avaliações a cada 30 dias. Foram utilizadas 12 amostras, sendo três com conservante e três sem conservante, colocadas na estufa a 37°C +/- 2°C e três amostras com conservante e três sem conservante colocadas na geladeira 5°C +/- 2°C.

Estabilidade de Longa Duração ou Teste de Prateleira

Foram utilizadas três amostras com conservante e três sem conservante que foram armazenadas à temperatura ambiente (em torno de 20°C a 30°C).

CONTROLE DA QUALIDADE MICROBIOLÓGICO

Foram realizadas análises microbiológicas para identificação dos micro-organismos patogênicos: *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella* sp. e *Staphylococcus* sp. e verificação da presença/ausência destes patógenos.

Utilizou-se os meios de cultura Ágar Cled (não seletivo, avalia a fermentação dos Gram positivos e negativos), Ágar SS (seletivo para *Shigella* e *Salmonella*), MacConkey (seletivo para Gram negativo), Cetrimide (seletivo para *Pseudomonas* sp.) e Verde brilhante (seletivo para *Salmonella* sp.) para isolamento de bactérias. Os meios de cultura foram preparados a partir do meio de cultura desidratado e esterilizado em autoclave a 121°C por 15 minutos. Para a identificação dos micro-organismos, as amostras foram semeadas pelo método semeadura em superfície e incubadas em estufa (37°C +/- 2°C) em placas de ágar Cled, MacConkey, Ágar SS, Cetrimide e Verde Brilhante e examinadas em 24 horas e 48 horas.

A identificação dos micro-organismos isolados, nos meios supracitados, foi realizada pelo método semeadura em superfície com aplicação direta da amostra (10 µl), sem diluição. Este procedimento foi executado em todas as análises microbiológicas. Após a incubação em estufa (37°C +/- 2°C) por 24 horas a 48 horas, efetuou-se o isolamento das colônias que cresceram e as placas foram submetidas à incubação (37°C +/- 2°C) por 24 horas a 48 horas. Nas amostras que não apresentaram crescimento microbiano é utilizada a sigla NHCB. Não foi realizado contagem de micro-organismos mesófilos totais, apenas identificação.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As amostras analisadas quanto às características organolépticas no momento do preparo apresentaram aspecto viscoso, cor azul, em razão do corante utilizado, e odor de essência de maçã. Após 30 e 60 dias não houve alteração em nenhum dos aspectos. Não ocorrendo sedimentação ou presença de precipitado, não houve separação de fases.

No estudo de Cunha, Silva e Chorilli (2009), os resultados encontrados foram similares aos dados do nosso estudo. Os xampus analisados não apresentaram alteração na coloração e odor durante o período de 30 dias, mantendo-se a coloração de amarelo claro a castanho claro com odor característico, conforme a formulação do xampu.

Para Isaac et al. (2008), a homogeneidade e a coloração do produto são aspectos importantes do ponto de vista comercial, podendo influenciar a compra, considerando que o consumidor pode não se sentir atraído pela aparência deste produto. Em sua pesquisa foram observadas alterações no odor que podem ter ocorrido, provavelmente, por contaminação microbiológica, em razão do uso inadequado do produto.

Os resultados das determinações do controle de qualidade físico-químico são apresentados na Tabela 2.

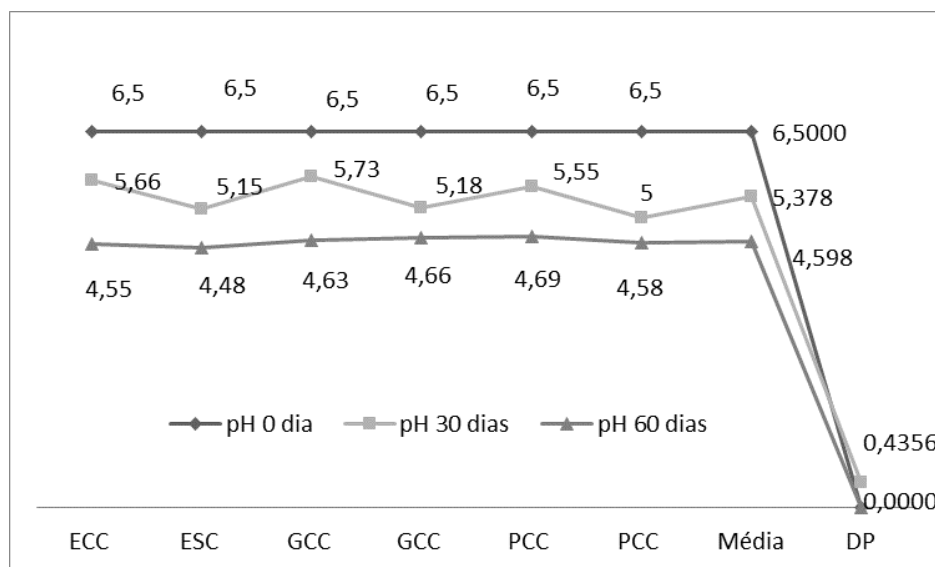
Tabela 2 – Resultados dos testes físico-químico em xampus com e sem conservante, armazenados sob diferentes temperaturas

Amostras	0	30 dias			60 dias		
	pH*	pH	Densidade	Viscosidade	pH	Densidade	Viscosidade
ECC	6,5	5,66	1,01	332,41	4,55	1,01	377,73
ESC	6,5	5,15	1,01	292,51	4,48	1,02	279,20
GCC	6,5	5,73	1,02	345,11	4,63	1,02	434,33
GSC	6,5	5,18	1,03	326,47	4,66	1,02	458,30
PCC	6,5	5,55	1,02	542,85	4,69	1,03	504,24
PSC	6,5	5,00	1,03	592,12	4,58	1,04	767,23

* No tempo 0 foram realizadas apenas a análise do pH pela falta de equipamentos, entretanto as amostras apresentavam pH, densidade e viscosidade apropriadas à formulação. Resultados em triplicata.* ECC: estufa com conservante, ESC: estufa sem conservante, GCC: geladeira com conservante, GSC: geladeira sem conservante, PCC: prateleira com conservante, PSC: prateleira sem conservante.

A variação no pH das formulações pode ser observada no Gráfico 1.

Gráfico 1 – pH das formulações de xampu com e sem conservante nos diferentes locais de armazenamento

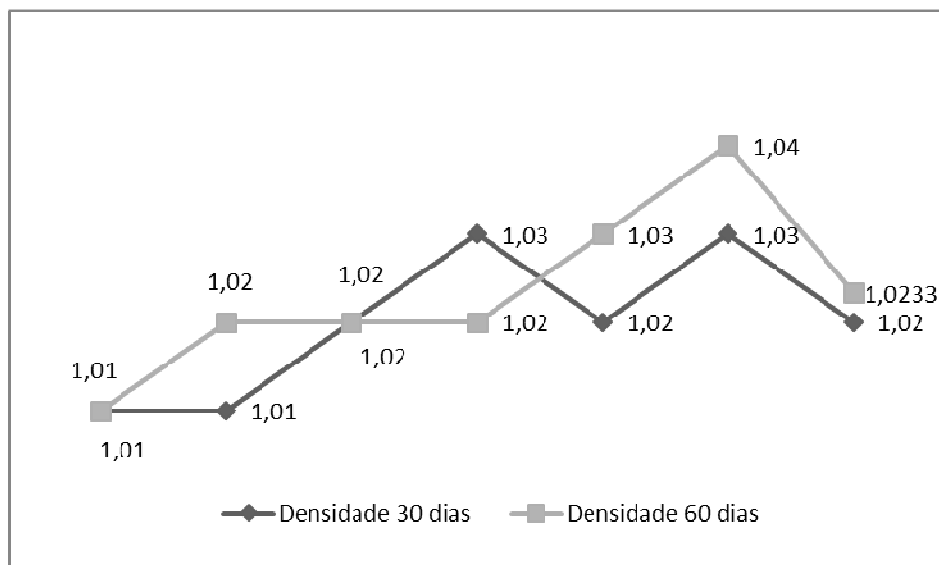


No nosso estudo, o pH das amostras no momento da manipulação foi de 6,5, semelhante ao estudo citado anteriormente. A densidade teve uma variação menor que 1%, e a amostra da geladeira e prateleira sem conservante, no tempo 30, apresentou a mesma densidade do estudo de Scacheti et al. (2011).

De acordo com Ferreira (2008), de um modo geral pode-se considerar que a densidade ideal dos xampus encontra-se entre 1,010 e 1,020g/cm³ e o pH deve permanecer entre 5,0 e 7,0.

A variação da densidade pode ser observada no Gráfico 2.

Gráfico 2 – Densidade das formulações de xampu com e sem conservante



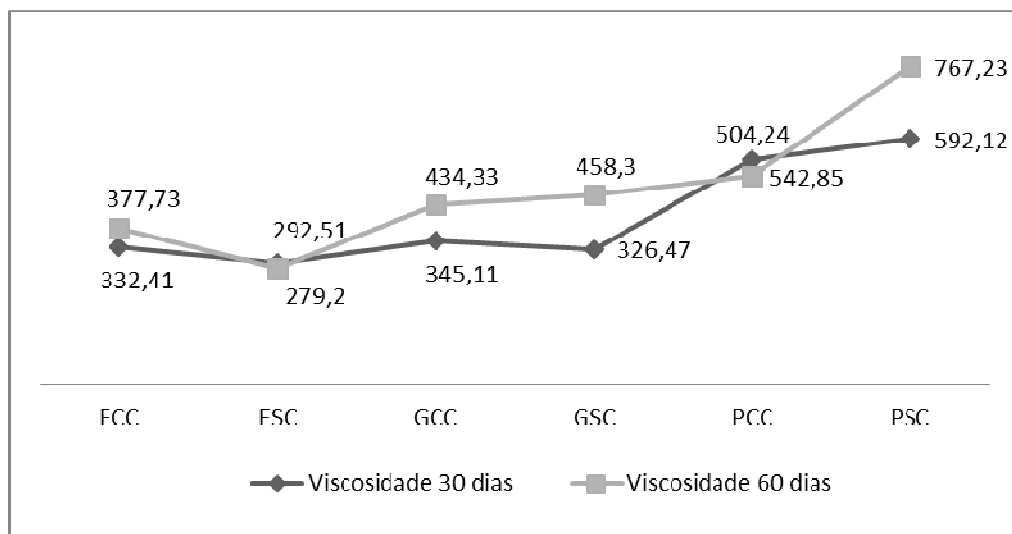
No estudo de Scacheti et al. (2011) com xampu esfoliante com extrato hidroalcoólico de *Capsicum frutescens* L. (conservante), foram realizadas análises sensoriais à temperatura ambiente (25°C +/- 2°C) que apresentaram pH de 6,04 e densidade de 1,03 g/mL. O teste de viscosidade aparente do xampu demonstrou a resistência que o produto oferece à deformação ou ao fluxo e os testes microbiológicos permitiram observar que não houve crescimento microbiano. Considerando os aspectos físico-químicos e microbiológicos exigidos para a garantia da qualidade do produto final, os resultados encontrados foram satisfatórios.

A análise das amostras de 30 para 60 dias, referentes à determinação do pH, mostrou que todas as amostras apresentaram diminuição no pH. A maior alteração de pH foi 19,6% das amostras da estufa com conservante, e a menor variação de pH foi 8,4% das amostras da prateleira sem conservante. A amostra de geladeira com conservante apresentou uma variação de 19,2% e a sem conservante mostrou variação de 10%, o que permite inferir que neste estudo a alteração do pH não apresentou relação com o sistema conservante.

É recomendável que as formulações de xampu tenham viscosidade de pelo menos 2000 cps. A maioria dos xampus comerciais apresenta viscosidade entre 2000 e 5000cps (ALMEIDA; BAHIA, 2003).

A variação da viscosidade das formulações pode ser observada no Gráfico 3.

Gráfico 3 – Viscosidade das formulações de xampu com e sem conservante nos diferentes locais de armazenamento



Em algumas pesquisas de Cunha, Silva e Chorilli (2009) e Oliveira et al. (2013), sobre a garantia de qualidade de xampus anticaspa, os valores de pH apresentados pelas formulações em diferentes exposições sugerem que não houve alterações significativas, indicando não haver formação de compostos de degradação durante o período avaliado. Desta forma, as formulações mostraram-se estáveis quanto à homogeneidade, coloração, odor, pH e viscosidade quando, principalmente os resultados de pH, não sofrem oscilações significativas (CUNHA, SILVA, CHORILLI, 2009; OLIVEIRA et al., 2013). No presente estudo os resultados encontrados apresentaram claramente alterações no pH, densidade e viscosidade, o que pode estar relacionado com a formação de compostos de degradação em razão da ação, em especial, de micro-organismos.

No estudo de Fujiwara et al. (2009), as formulações farmacêuticas foram analisadas à temperatura ambiente (25°C +/-). Até 30 dias da manipulação todas apresentavam o sistema conservante. O pH mostrou uma redução com valores inferiores a 5,0 (no dia 30). As viscosidades decresceram com o tempo e isso pode ter ocorrido pelo pH ácido das formulações, que leva à instabilidade dos tensoativos que, com o decorrer do tempo, alteram a viscosidade do produto final. Em comparação com este estudo, o pH também teve redução, após 30 dias da manipulação, a valores ao redor de 5,0 nas amostras sem conservante da estufa. O mesmo ocorreu com a viscosidade que, nesta mesma amostra, diminuiu, provavelmente pela formação dos metabólitos ácidos produzidos pela contaminação microbiológica.

A menor viscosidade encontrada no estudo de Fujiwara et al. (2009) foi no xampu com conservante 251,77 cps, diferente deste estudo, em que a menor viscosidade foi da amostra da estufa sem conservante que apresentou 292,91 cps. Outro resultado de viscosidade da pesquisa de Fujiwara et al. (2009), de uma formulação semelhante as nossas formulações com conservante, armazenada à temperatura ambiente (25°C +/- 2°C), obteve 258,32 cps, valores bem abaixo dos apresentados neste estudo. As formulações aqui utilizadas, portanto, não são consideradas adequadas para o teste de viscosidade, e todas as formulações apresentaram resultados inferiores a 2000 cps.

As amostras submetidas ao teste de centrifugação permaneceram estáveis, não havendo separação de fases. A não ocorrência de separação de fases, entretanto, não assegura a estabilidade; somente indica que o produto pode ser submetido, sem necessidade de reformulação, aos testes de estabilidade. A centrifugação é um dos

ensaios realizados em condições extremas de armazenamento que pode fornecer indicações de instabilidade da formulação, mostrando a necessidade de alteração na sua composição (ISAAC et al., 2008).

No teste de estabilidade acelerado, quanto às características organolépticas, as amostras não apresentaram alteração da cor, odor, aparência e homogeneidade. Houve, entretanto, alterações na densidade, na viscosidade e na redução do pH. As alterações nos valores de pH podem ocorrer em razão de impurezas, hidrólise, decomposição, erro no processo e devido ao tempo de estocagem e/ou condições inadequadas de transporte e armazenamento (CUNHA, SILVA, CHORILLI, 2009), o que justifica a necessidade das avaliações microbiológicas de formulações cosméticas como forma de maior controle na qualidade.

O controle microbiológico em produtos não estéreis, como os cosméticos, tem como função determinar o número total de micro-organismos presentes em preparações, além de visar à identificação dos patógenos, tais como *Salmonella* sp., *Escherichia coli*, *Staphylococcus* sp. e *Pseudomonas aeruginosa*, que não devem estar presentes (BRASIL, 2010).

Os produtos cosméticos podem ser contaminados de duas maneiras: durante a produção ou durante o uso pelo consumidor. A contaminação pode causar indesejáveis mudanças na composição, no odor, na coloração dos produtos e, principalmente, no pH, conforme os resultados do presente estudo. Além disso, a contaminação microbiológica pode deteriorar o produto e os micro-organismos podem ser patogênicos, representando potenciais perigos para o usuário (RITO et al., 2012).

Com relação aos resultados sobre o crescimento microbiano nos diferentes locais e tempos, onde NHCB significa que não houve crescimento bacteriano, descreveram-se os resultados na Tabela 3.

Tabela 3 – Resultados das análises microbiológicas em xampus com e sem conservante

AMOSTRAS	Tempo 0	30 dias	60 dias
ECC*			
1	NHCB	<i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Pseudomonas</i> sp. <i>Salmonella</i> sp.
2	<i>Staphylococcus</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp. <i>Salmonella</i> sp.
3	NHCB	<i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Pseudomonas</i> sp. <i>Salmonella</i> sp.
ESC*			
1	NHCB	NHCB	<i>Salmonella</i> sp.
2	NHCB	<i>Escherichia coli</i> <i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Escherichia coli</i> <i>Pseudomonas</i> sp.
3	<i>Staphylococcus</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Escherichia coli</i>	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Escherichia coli</i> <i>Salmonella</i> sp.
GCC*			
1	NHCB	<i>Salmonella</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.
2	NHCB	<i>Salmonella</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.
3	NHCB	<i>Salmonella</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.
GSC*			
1	NHCB	<i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Pseudomonas</i> sp.
2	NHCB	<i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Pseudomonas</i> sp.
3	NHCB	<i>Salmonella</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.
PCC*			
1	<i>Salmonella</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp.
2	<i>Staphylococcus</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Salmonella</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Salmonella</i> sp.
3	<i>Salmonella</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp.
PSC*			
1	<i>Salmonella</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp.	<i>Salmonella</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.
2	<i>Staphylococcus</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Pseudomonas</i> sp.
3	<i>Staphylococcus</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Escherichia coli</i> <i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Staphylococcus</i> sp. <i>Escherichia coli</i> <i>Pseudomonas</i> sp. <i>Salmonella</i> sp.

Resultados em triplicata.* ECC: estufa com conservante, ESC: estufa sem conservante, GCC: geladeira com conservante, GSC: geladeira sem conservante, PCC: prateleira com conservante, PSC: prateleira sem conservante. NHCB: não houve crescimento bacteriano.

Avaliando-se a Tabela 3 percebe-se que, com o decorrer do tempo, houve maior quantidade de micro-organismos identificados, assim como uma diminuição no pH, demonstrando uma correlação entre ambas as variáveis.

No momento da manipulação das nove amostras com conservante, quatro apresentaram crescimento microbiano, assim como nas amostras sem conservante. Depois de 30 dias, todas as nove amostras com conservante apresentaram crescimento microbiano, e nas sem conservantes oito obtiveram crescimento. Após 60 dias, 100% das amostras analisadas estavam contaminadas.

Nos resultados encontrados por Scacheti et al. (2011), ambos os xampus com e sem conservantes apresentaram crescimento de micro-organismos patogênicos *Salmonella* sp., *Escherichia coli*, *Staphylococcus* sp. e *Pseudomonas* sp. Mijalli (2013) identificou, em um estudo com 96 amostras de 10 tipos de xampus de bebês, 11 espécies bacterianas diferentes, dentre elas: *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* e *Salmonella*, as quais similarmente foram encontradas nos xampus avaliados neste estudo.

Segundo Razooki, Saeed e Hamza (2009), em um estudo sobre produtos cosméticos, dos 60 produtos analisados o nível mais elevado de contaminação bacteriana ocorreu em xampus. Foram identificados *Pseudomonas* sp., *Shigella* sp. e coliformes fecais nas amostras de xampu. Os constituintes das formulações cosméticas são ricos em nutrientes, pois fornecem substratos orgânicos sob a forma de açúcar, amido, proteína, aminoácidos, ácidos orgânicos, álcool, aminas e lipídios para o crescimento microbiano. Os xampus são mais suscetíveis à contaminação do que outros produtos, porque contêm concentrações significativas de tensoativos surfactantes.

O crescimento destas bactérias, em cosméticos, depende da sua capacidade de utilizar a formulação do produto como fonte de energia e carbono. A capacidade que a *Pseudomonas aeruginosa* possui para sobreviver e crescer nutrindo-se dos componentes dos xampus, como o Lauril Éter Sulfato de sódio (surfactante) e a cocoamidopropilbetaína (formadora de espuma), foi estabelecida em virtude da utilização dos sais minerais suplementados destes compostos como a principal fonte de energia e carbono (MIJALLI, 2013).

Outro aspecto diferencial é a qualidade do processo de manipulação e o controle destes processos para a garantia da qualidade dos produtos. A contaminação dos produtos manipulados pode ser oriunda da água utilizada no processo da manipulação, ou por não haver correta higienização do manipulador. No estudo de Silva e Silva (2010) avaliou-se a presença de micro-organismos patogênicos em xampu de cetoconazol, no qual os resultados determinaram a contaminação com *Salmonella* sp., sendo posteriormente associada à qualidade da água no processo de manipulação.

A *Salmonella* sp. é um micro-organismo entérico, classificado como bacilo Gram negativo pertencente à família Enterobacteriaceae. Pode sobreviver em águas poluídas e fezes. A transmissão, portanto, se dá a partir de água contaminada, alimentos e demais produtos ingeridos. A principal via de transmissão da *Salmonella* sp. é oral-fecal. Por se tratar de um produto de uso externo, não há riscos maiores de infecções, desde que a concentração do patógeno seja reduzida (BATISTUZZO, ITAYA e ETO, 2006).

Assim como a *Salmonella*, a *Escherichia coli* pertence à família Enterobacteriaceae e habita o trato intestinal de seres humanos e animais de sangue quente. A contaminação das amostras por estes organismos se relaciona com a higiene pessoal dos manipuladores, podendo estar presentes nas mãos (MEDEIROS et al., 2007).

Outro patógeno humano é o *Staphylococcus aureus*, responsável por várias infecções alimentares, capaz de colonizar vários locais do corpo humano, como boca e narinas, e, principalmente, a pele e mãos, sendo os principais reservatórios para a propagação das bactérias (TANOMARU et al., 2008).

A *Pseudomonas aeruginosa*, pertencente à mesma família da *Salmonella* e *Escherichia coli*, a Enterobacteriaceae, possui uma ampla distribuição no ambiente, podendo estar presente no solo, na água e na vegetação. É responsável pelas doenças do trato respiratório inferior, podendo causar traqueobronquite, broncopneumonia e infecções pulmonares em pacientes com fibrose cística (MURRAY, ROSENTHAL e PFALLER, 2006).

Os resultados do presente estudo abrem perspectivas para futuras investigações acerca da identificação das fontes de contaminação pelas bactérias *Salmonella* sp., *Escherichia coli*, *Staphylococcus* sp. e *Pseudomonas* sp., verificadas no presente estudo. Dentre as ações para eliminar os riscos de contaminação por patógenos, as principais são boas práticas de manipulação, como uso de equipamentos de proteção individual (EPIs), higiene das mãos e luvas e local de manipulação limpo e estéril.

CONCLUSÃO

Os resultados dos testes realizados nos xampus mostraram que as formulações com e sem conservantes não atenderam às especificações de garantia da qualidade. Em relação à análise físico-química, as amostras apresentaram alterações no pH, densidade e viscosidade. O teste de estabilidade demonstrou que as amostras são instáveis e a avaliação microbiológica identificou micro-organismos patógenos, acima dos limites especificados na legislação. As formulações de xampus com e sem conservante, portanto, não estavam apropriadas para o uso.

A utilização do conservante não promoveu os resultados esperados, uma vez que o sistema conservante tem a finalidade de preservar a formulação, prevenindo ou retardando a deterioração bacteriana, fato que não ocorreu. Sugere-se que a continuidade desta linha de pesquisa seja de fundamental importância para apurar a eficácia do sistema conservante metilparabeno e propilparabeno para as bactérias testadas nas condições propostas.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, I. F.; BAHIA, M. F. Reologia: interesse e aplicação na área cosmético farmacêutica. *Cosmet. Toiletries*, São Paulo, v. 15, n. 3, p. 96-100, maio/jun. 2003.

ANDRADE, F. R. O. et al. Análise microbiológica de matérias-primas e formulações farmacêuticas magistrais. *Rev. Eletr. Farm.*, Goiás, v. 2, n. 2, p. 38-44. 2005.

BARATA, E. A. A. *Cosmetologia princípios básicos*. 1. ed. São Paulo: Tecnopress Editora e Publicidade, 2003.

BATISTUZZO, J. A.; ITAYA, M.; ETO, Y. *Formulário médico farmacêutico*. 3. ed. São Paulo: Pharmabooks, 2006.

BRASIL. *Guia de controle de qualidade de produtos cosméticos: uma abordagem sobre os ensaios físicos e químicos*. 2. ed. Brasília: Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2008.

_____. Conselho Federal de Farmácia. Resolução nº 406, de 15 de dezembro de 2003. Regula as Atividades do Farmacêutico na Indústria Cosmética, Respeitadas as Atividades afins com outras Profissões. *Diário Oficial da União*, Brasília, DF, 18 dez. 2003.

_____. *Farmacopéia brasileira*. 5. ed. Parte I. Brasília: Fiocruz, 2010.

CUNHA, A. R.; SILVA, R. S.; CHORILLI, M. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física de formulações de xampu anticapa acrescidas ou não de extratos aquosos de hipérico, funcho e gengibre. *Rev. Bras. Farm.*, Campinas, v. 3, n. 90, p. 190-195, 2009.

- FASSIHI, R. A. *Preservation and microbiological Attributes of Nonsterile Pharmaceutics Products*. 5. ed. Philadelphia: Lippincott William e Wilkim, 2001.
- FARIA, A. B. et al. Desenvolvimento e avaliação de produtos cosméticos para a higiene capilar contendo tensoativos “não-sulfatados”. *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada*, São Paulo, v. 33, n. 4, p. 521-527, 2012.
- FERREIRA, A. *Guia prático da farmácia magistral*. 3. ed. São Paulo: Pharmabooks, 2008.
- FUJIWARA, G. M. et al. Avaliação de diversas formulações de xampus de cetoconazol quanto ao emprego de diferentes antioxidantes e solubilizantes. *Visão Acadêmica*, Curitiba, v. 10, n. 2, jul./dez. 2009.
- GEHAKA. *Manual do viscosímetro Copo Ford*, 2005.
- GOMES, M. V. S.; PIRES, J. C. *Avaliação do sal utilizado na composição dos xampus: uma revisão da literatura*. 2014. Disponível em: <<http://www.nead.faculdadeipiranga.com.br/revista/index.php/revista3/article/view/75/64>>. Acesso em: 10 jun. 2015.
- ISAAC, V. L. B. et al. Protocolo para ensaios físico-químicos de estabilidade de fitocosméticos. *Rev. Ciênc. Farm. Básica Apl.*, São Paulo, v. 29, n. 1, p. 81-96, 2008.
- MEDEIROS, A. C. D. et al. Análise de contaminantes microbiológicos em produtos comercializados em farmácia de manipulação. *Rev. Biol. Farm.*, Paraíba, v. 1, n. 1, p. 1-12, 2007.
- MIJALLI, S. H. S. A. Isolation of human pathogenic bacteria from baby shampoo and their susceptibility to common antibiotics in Riyadh, Saudi Arabia. *International Conference on Medical Sciences and Chemical Engineering*, Malaysia, v. 29, n. 28, aug. 2013.
- MURRAY, P. R.; ROSENTHAL, K. S.; PFALLER, M. A. *Microbiologia médica*. 5. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2006.
- OLIVEIRA, M. A. et al. Avaliação da estabilidade e atividade antifúngica de formulações de xampu anticaspa contendo piritionato de zinco e a influência da adição de extratos vegetais. *Revista Faculdade Montes Belos (FMB)*, Montes Belos, v. 6, n. 1, p. 2-21, 2013.
- PEREIRA, T. A. *Avaliação da eficácia de um sistema conservante em formulações adicionadas de biomoléculas farmacêuticas e estudos de adaptação microbiana*. 2011. Dissertação (Mestrado em Ciências da Saúde) – Universidade de Brasília, Brasília, 2011.
- RAZOOKI, R. A.; SAEED, E. N.; HAMZA, H. A Study on Cosmetic Products Marketed in Iraq: Microbiological Aspect. *Iraqi J Pharm Sci*, Iraque, v. 18, n. 2. p. 20-25, dez. 2009.
- RITO, P. N. et al. Avaliação dos aspectos do controle da qualidade de produtos cosméticos comercializados no Brasil analisados pelo Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, São Paulo, v. 3, n. 71, p. 557-565, 2012.
- SCACHETI, L. F. et al. Controle de qualidade e análise sensorial em voluntários de xampu esfoliante com extrato hidroalcoólico de *Capsicum frutescens* L. (Solanaceae). *Rev. Ciênc. Farm. Básica Apl.*, São Paulo, v. 3, n. 32, p. 369-374, maio 2011.
- SILVA, M. F.; SILVA, L. L. Análise microbiológica de três formulações magistrais. *Cadernos da Escola de Saúde*, Curitiba, v. 2, n. 6, p. 117-130, 2010.
- TANOMARU, J. M. G. et al. Antibacterial activity of four mouthrinses containing triclosan against salivary *Staphylococcus aureus*. *Braz. J. Microbiol.*, São Paulo, v. 39, n. 3, p. 569-572, 2008.
- YAMAMOTO, C. H. et al. *Controle de qualidade microbiológico de produtos farmacêuticos, cosméticos e fitoterápicos produzidos na Zona da Mata, MG*. Belo Horizonte: Congresso Brasileiro de Extensão Universitária, set. 2004.