

# Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física de emulsões O/A contendo óleo de babaçu (*Orbignya oleifera*)

## Development and evaluated the physical stability O/W emulsions containing babassu oil (*Orbignya oleifera*)

Cleide G. Lima<sup>1</sup>; Adrea Fernanda G. Vilela<sup>1</sup>; Alex Antonio S. da Silva<sup>1</sup>; Aline R. Piannovski<sup>1</sup>; Ketlyn K. Silva<sup>1</sup>; Vanessa F. M. Carvalho<sup>1</sup>; Carlo R. De Muisis<sup>2</sup>; Sílvia Regina P. Machado<sup>3</sup> & Márcio Ferrari<sup>4#</sup>

**RESUMO** – Este trabalho teve como objetivo desenvolver e avaliar a estabilidade física de emulsões óleo em água (O/A) contendo óleo de babaçu. Emulsões O/A foram preparadas com 10% (p/p) de óleo de babaçu e, para promover a estabilidade à adição de carbômero, cloreto de sódio, sulfato de magnésio e oleato de sorbitano foram estudadas. O tipo de emulsão foi verificado pelo método de diluição e o aspecto, homogeneidade e características organolépticas, avaliadas através de análises macroscópicas. Como testes preliminares, foram utilizadas a centrifugação, o ciclo gela-degela e o estresse térmico. Para avaliar a estabilidade acelerada, as amostras foram submetidas em diferentes condições de estresse e analisadas a partir do valor de pH, análises macroscópicas e comportamento reológico. As emulsões preparadas com 10% (p/p) de óleo de babaçu, 0,3% (p/p) de Pemulen® TR 1 e 0,4% (p/p) de Span® 80, apresentaram-se estáveis e com propriedades pseudoplásticas. As características macroscópicas e valores obtidos de pH, viscosidade aparente, índice de fluxo e da área de histerese durante a estocagem, indicaram estabilidade da formulação.

**PALAVRAS-CHAVE** – Óleo de babaçu; *Orbignya oleifera*; O/A emulsão; estabilidade física, reologia.

**SUMMARY** – The aims of this study was to develop and evaluate the physical stability of O/W emulsions containing Babassu oil (*Orbignya oleifera*). O/W emulsions containing Babassu oil at 10.0% (w/w) were prepared and to improve the stability, the carbomer, sodium chloride, magnesium sulfate and sorbitan oleate were added and studied. The emulsions direction was evaluated by dilution method and through macroscopic analysis, the appearance; homogeneity and organoleptic properties. The centrifugation, freeze/thaw cycles and stress thermal were used to investigate the preliminary stability. To evaluate the accelerated stability, the samples were stored at different stress conditions and evaluated the pH value, in macroscopic analysis and rheological behaviour. The O/W emulsions prepared with Babassu oil at 10.0% (w/w), Pemulen® TR 1 - 0.3% (w/w) and Span® 80 - 0.2% (w/w) have been found to be stable and presented pseudoplastic flow behaviour. The macroscopic characteristics, the pH values and the apparent viscosity values, both consistency and flow index and hysteresis areas during aging, indicated good long-term stability of this formulation.

**KEYWORDS** – Babassu oil; *Orbignya oleifera*; O/W emulsion; physical stability; rheology.

## INTRODUÇÃO

Emulsão é um sistema termodinamicamente instável resultante da mistura de duas fases imiscíveis entre si, estabilizadas por um agente emulsificante<sup>1</sup>, podendo ser classificada em O/A (óleo em água) e A/O (água em óleo), dependendo da fase externa, contínua ou, também denominada dispersante<sup>2</sup>.

No desenvolvimento de uma emulsão cosmética além do aspecto estético da formulação, o delineamento das propriedades físicas e da estabilidade é fundamental<sup>3</sup>.

Os principais aspectos de instabilidade dos sistemas dispersos, incluindo as emulsões, são cremeação, floculação e coalescência<sup>1</sup>. Diferentes fatores intrínse-

cos e extrínsecos<sup>1</sup> podem desencadear esses processos de instabilidade: composição da formulação, tipo do tensoativo utilizado, tamanho dos glóbulos, viscosidade, volume de fases, valor de pH, presença de eletrólitos, propriedades do filme interfacial formado, processo de fabricação e velocidade de agitação<sup>6,7,8,9,10,11</sup>.

Não somente do ponto de vista comercial, mas também no tocante ao desenvolvimento da formulação, é interessante obter resultados rápidos sobre a estabilidade e prazo de validade do produto. Por essas razões, o estudo de estabilidade acelerada é fundamentado em técnicas que aceleram a instabilidade, como a centrifugação e exposição da formulação a diferentes temperaturas e condições de estresse<sup>5,12,13,14</sup>.

Recebido em 22/02/2008

<sup>1</sup>Acadêmicos do Curso de Farmácia da Universidade de Cuiabá/UNIC; <sup>2</sup>Estatístico, Doutor, Professor da Universidade de Cuiabá/UNIC

<sup>3</sup>Farmacêutica, Doutora, Professora de Tecnologia Farmacêutica da Faculdade de Farmácia/UNIC;

<sup>4</sup>Farmacêutico, Doutor, Professor de Cosmetologia da Faculdade de Farmácia/UNIC; \*Pesquisa foi realizada no Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Produtos Cosméticos da Faculdade de Farmácia da Universidade de Cuiabá/UNIC

De acordo com QUENCA-GUILLEN & *et al.*<sup>15</sup>, os consumidores estão mais adeptos da consciência ambiental e atraídos pela utilização sustentável de recursos naturais. Os mesmos autores reafirmam a tendência cosmética, no que diz respeito ao uso de produtos da flora brasileira, destacando o interesse dos mercados nacional e internacional.

O babaçu (*Orbignya oleifera*) é uma palmeira encontrada no estado silvestre nas matas de toda a região amazônica, podendo chegar a 30m de altura. Apresenta-se perene e exuberante<sup>16</sup>. As flores são creme-amareladas, aglomeradas em longos cachos. Cada palmeira pode apresentar até 6 cachos, surgindo de janeiro a abril<sup>17</sup>. Os seus frutos são ovais e alongados, de coloração castanha, constituídos por um caroço lenhoso e extremamente duro<sup>16</sup>.

As partes utilizadas são: sementes, para extração do óleo e, as folhas, para a fabricação de utilitários, cobertura de casas e alimentos para os animais<sup>17</sup>.

A importância cosmetológica do óleo de babaçu se deve à presença de compostos, como os ácidos mirístico, palmítico e oléico<sup>18</sup>.

O óleo de babaçu é um óleo emoliente que pode ser utilizado em várias formulações para o cuidado da pele e cabelo. Pode ser empregado em formulações cosméticas, como cremes faciais, emulsões de limpeza e cremes para o corpo. Em formulações para o cuidado dos cabelos, o óleo de babaçu pode ser útil, pois os ácidos graxos láuricos e os insaponificáveis presentes podem ajudar na reposição lipídica e na elasticidade da fibra capilar<sup>16</sup>.

MARTINS & *et al.*<sup>19</sup> realizaram estudos e comprovaram a atividade antiinflamatória e cicatrizante da espécie *Orbignya phalerata*, demonstrando a capacidade dessa planta em aumentar a produção de óxido nítrico e liberação de histamina, o que, conseqüentemente, estimula a atividade fagocítica do macrófago.

Face ao exposto, os objetivos deste trabalho foram: desenvolver emulsões O/A estáveis com o óleo de babaçu da região amazônica, contemplado na flora matogrossense e avaliar a sua estabilidade física.

## MATERIAL E MÉTODOS

As emulsões foram formuladas com as seguintes matérias-primas denominadas pela *International Nomenclature Cosmetics Ingredients* (INCI)<sup>20</sup>: *Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer* – Pemulen® TR1 e *Carbomer* – Carbopol® Ultrez10 (BFGoodrich, Dinaco SA), *Orbignya oleifera seed oil* – Óleo de Babaçu, *Ca-*

TABELA I  
Composição das emulsões O/A com óleo de babaçu

Composição	B1 % (p/p)	B2 % (p/p)	B3, B4, B5 % (p/p)	B6, B7, B8 % (p/p)	B9, B10 % (p/p)	B11, B12 % (p/p)	B13, B14 % (p/p)	B15, B16 % (p/p)	B17, B18 % (p/p)	B19, B20 % (p/p)
Óleo de Babaçu	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00
Pemulen® TR 1	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
BHT	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Crodamol GTCC	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
Crodacol B10	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
EDTA	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Solução Trietanolamina (50%)	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60
Cosmoguard®	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Água destilada q.s.p.	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Essência	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Carbopol® Ultrez		0,20		0,20		0,20		0,20		0,20
Cloreto de Sódio			X1, X2, X3	X1, X2, X3					0,10	0,10
Sulfato de Magnésio					Y1-Y2	Y1-Y2				
Span® 80							Y1-Y2	Y1-Y2	Y1-Y2	Y1-Y2

Onde: X1, X2 e X3 correspondem respectivamente às concentrações de 0,10; 0,15 e 0,20. Y1=0,20 e Y2= 0,40. A substituição destes na tabela resulta em diferentes formulações.

*prylic/ Capric Triglyceride* – Crodamol GTCC, *Oleyl Alcohol* – Crodacol B10, (Croda do Brasil Ltda), BHT, EDTA, *Magnesium Sulfate* – Sulfato de magnésio, *Sodium Chloride* – Cloreto de sódio e *Triethanolamine* – Trietanolamina (Henrifarma Ltda), *Methyldibromo Glutaronitrile (and) phenoxyethanol* – Cosmoguard® (Galena Química e Farmacêutica Ltda), *Sorbitan Oleate* – Span® 80 (Oxiten), essência – Parfum e Água destilada – Água.

### • Preparo das emulsões

Foram preparadas pelo método de inversão de fases. As fases aquosas e oleosas foram aquecidas a 75°C. Sob agitação constante, adicionou-se o Pemulen® TR1 na fase oleosa, permanecendo por 1h até total dispersão, vertendo posteriormente, à fase aquosa. Foi mantida a agitação a 1200rpm durante 25min. Após este tempo, adicionou-se o conservante. Todas as formulações foram preparadas e avaliadas em 3 lotes diferentes. Emulsões aditivadas com Carbopol® Ultrez, cloreto de sódio, sulfato de magnésio e Span® 80, associadas ou não, também foram avaliadas (Tabela I).

### • Análise macroscópica das formulações

Esta etapa foi realizada após 24h do preparo das amostras e durante as avaliações, foram observadas as características organolépticas e a homogeneidade das formulações, afim de identificar provável processo de instabilidade como cremeação, floculação e coalescência<sup>21</sup>.

### • Determinação do tipo de emulsão

O teste de diluição foi realizado com o objetivo de identificar o tipo de emulsão (A/O ou O/A)<sup>22</sup>.

### • Testes preliminares de estabilidade

As emulsões classificadas macroscopicamente como estáveis, após 24h de sua manipulação, foram subme-

tidas aos testes preliminares de estabilidade: centrifugação, estresse térmico e ciclo gela-degela<sup>5,21,23</sup>. Foram realizados em triplicata.

#### • **Teste de centrifugação**

Em um tubo de ensaio cônico graduado para centrifuga (Fanem Ltda - Mod. 206 R, Excelsa BABY II/440 watts) foram adicionados 10,0g de cada amostra (Gehaka, Mod. BG 2000) e submetidas aos ciclos de 1.000, 2.500 e 3.500rpm (70, 440 e 863g, respectivamente) durante 15m em cada rotação à temperatura ambiente<sup>12,14,21,24,25</sup>.

#### • **Estresse térmico**

As emulsões testes foram acondicionadas em frascos plásticos de poliestireno e submetidas ao aquecimento em banho termostatzado (Nova Ética Ltda - Mod. 500/2D) na faixa de temperatura de 40 a 80°C. Programou-se o aumento da temperatura de 5±1°C em 5±1°C, mantendo-se por 30m em cada temperatura. As leituras foram realizadas ao término a 80°C após o arrefecimento natural das amostras à temperatura ambiente<sup>21,23</sup>.

As amostras que permaneceram macroscopicamente estáveis foram avaliadas a partir dos seguintes parâmetros: análise macroscópica; determinação do valor do pH e determinação da condutividade elétrica.

#### • **Ciclo gela-degela**

As formulações permaneceram nas temperaturas padronizadas por período de 12 dias. O 1º dia corresponde às 24h após o preparo das formulações.

As amostras foram submetidas a 4±2°C / 24 horas (Geladeira Consul, Mod. CFC 28A) e 45±2°C / 24 horas (Estufa Fabbe Primar Ltda, Mod. 171/6000W), completando assim, um ciclo. As leituras foram realizadas antes do início do teste e no final do 6º ciclo (12 dias). Foram utilizados os mesmos parâmetros de avaliação do teste de estresse térmico<sup>21,23</sup>.

#### • **Determinação do valor do pH**

Esse valor foi determinado, inserindo o eletrodo (Logen – Mod. LS300-01) diretamente na diluição aquosa 1:10 (p/p) das amostras.<sup>22</sup> As leituras foram realizadas em triplicata em cada lote.

#### • **Determinação da condutividade elétrica**

Utilizando o condutímetro (Alpax-Mod. ACA-150) aferido com solução padrão, foi avaliada a condutividade elétrica das emulsões à temperatura de 25°C, inserindo o eletrodo diretamente na amostra.<sup>22</sup> As leituras foram realizadas em triplicata em cada lote.

#### • **Testes de Estabilidade Acelerada**<sup>5,21,23</sup>

Foram acondicionados em frascos plásticos de poliestireno e fechados, sessenta gramas (60,0g) das emulsões consideradas estáveis pelos testes preliminares e submetidas a condições variáveis de temperatura: 4±2°C (Geladeira Consul Compacto 120 litros), 25±2°C (Temperatura Ambiente Controlada), 37±2°C com Umidade relativa (UR) 75±5% (Câmara Climática Nova Ética – 420/CLD 300) e 45±2°C, 75±5% UR (Câmara Climática Nova Ética – 420/CLD 300).

As leituras foram realizadas antes do início do teste (24h após o preparo das formulações) e no 7º, 15º, 30º, 60º, 90º dias. Os parâmetros avaliados foram: características organolépticas, valor do pH e determinação da viscosidade e comportamento reológico.

#### • **Determinação da viscosidade e comportamento reológico**

As determinações foram realizadas em Reômetro (Brookfield-modelo RV-III) tipo cone e placa, acoplado a um *Software Rheocalc* versão V 3.0, utilizando o *spindle* CP 52 e 0,5g de amostra a 25°C<sup>23</sup>. As medidas foram feitas à velocidade de rotação progressivamente mais alta (1-50rpm com variação em intervalo de 10 em 10rpm) para se obter a curva ascendente e o procedimento foi repetido no sentido inverso, com velocidades progressivamente mais baixas (50-1rpm), para se obter a curva descendente. Nestas condições, foi conseguida uma variação de taxa de deformação de 2-100 1/s. A avaliação das amostras foi realizada no 1º, 7º, 15º, 30º, 60º e 90º dias. Foram realizadas três leituras de cada lote nas diferentes condições de armazenamento.

#### • **Análise dos resultados**

Os resultados dos testes de estabilidade acelerada foram submetidos aos testes estatísticos de Tamhane para amostras heterogêneas e, ao teste de Tukey, para as homogêneas, considerando p<0,05. As análises estatísticas foram avaliadas pelo programa SPSS 13.0 for Windows.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Seguindo a tendência cosmética e atendendo a expectativa dos consumidores na utilização de produtos naturais em cosméticos,<sup>26</sup> foi escolhido para o desenvolvimento desta pesquisa, o óleo de babaçu, um óleo da Região Amazônica contemplado na flora mato-grossense.

O óleo de babaçu é um produto natural e devido a sua composição graxa, apresenta propriedades emolientes,<sup>16</sup> compatibilidade com a pele<sup>27</sup> e propriedades hidratantes superiores aos dos óleos de amêndoa e de semente de uva<sup>18</sup>.

O estudo iniciou-se a partir de uma formulação padrão (B1-Tabela I) e com o objetivo de melhorar a sua estabilização, foram realizadas alterações nas concentrações, adição e associações ou não de outros componentes, resultando em diferentes formulações (Tabela I).

A fórmula B1 apresentou-se com aspecto de creme, branca, brilhante e macroscopicamente estável.

Diferentes trabalhos têm demonstrado, cada vez mais, a preferência pelos tensoativos poliméricos na estabilização dos sistemas emulsionados, devido à sua conformação, mecanismos de estabilização, boa compatibilidade com a pele e também, pela baixa concentração de uso<sup>8,11,28</sup>.

O Pemulen® TR1 é um polímero do ácido acrílico modificado (C10-C30) por cadeias longas de alquil acrilato, cujo mecanismo de estabilização da emulsão por essa classe é chamado de estabilização eletroestérica<sup>29,30</sup>. Na presença da fase oleosa, as cadeias hidrofóbicas alquil migram para a superfície das partículas de óleo, formando interações hidrofóbicas<sup>28</sup>. Ao mesmo tempo, a longa cadeia hidrofílica, hidratada e carregada negativamente, forma uma rede de microgéis ao redor das partículas de óleo dispersas, prevenindo a coalescência<sup>31</sup>.

Outra vantagem desse polímero é a possibilidade de ser disperso, tanto na fase oleosa (método indireto), quanto na fase aquosa (método direto)<sup>32</sup>. Os dois méto-

dos foram testados neste estudo e foi observado que, as emulsões macroscopicamente mais estáveis, foram manipuladas pelo método indireto, sendo então utilizado este procedimento para produção de todas as emulsões desta pesquisa.

Através do teste de diluição, verificou-se que todas as emulsões apresentaram fase externa aquosa, caracterizando-as do tipo O/A e confirmando o caráter hidrofílico do tensoativo utilizado<sup>32</sup>.

Após 24h de preparo, as emulsões macroscopicamente estáveis (Tabela I), foram submetidas aos testes preliminares de estabilidade.

O primeiro teste utilizado de caráter eliminatório, foi o de centrifugação. Neste, utiliza-se a força centrífuga para acelerar a sedimentação, cremação ou a coalescência do sistema<sup>33</sup>, demonstrando rapidamente, possíveis processos de instabilidade.

As formulações B1, B2, B6, B7, B14, B16 e B20 (Tabela II) foram aprovadas no teste de centrifugação e, então, submetidas às outras condições de tensão, como o estresse térmico e o ciclo gela/degela e, a instabilidade, avaliada por meio das determinações da condutividade elétrica, do pH e das características organolépticas<sup>21,23</sup>.

**TABELA II**  
Testes preliminares de estabilidade das formulações contendo óleo de babaçu

Avaliações	B1	B2	B6	B7	B14	B16	B20
<b>Tempo Inicial (24 h)</b>							
Centrifugação	N	N	N	N	N	N	N
Valor do pH	6,7	6,0	5,6	5,6	6,7	5,9	5,8
Condutividade elétrica (ms/cm <sup>3</sup> )	0,64	0,92	2,25	1,90	0,65	0,91	2,60
<b>Após Estresse Térmico</b>							
Centrifugação	N	N	N	N	N	N	N
Valor do pH	6,7	6,0	5,6	5,6	6,7	5,9	5,9
Condutividade elétrica (ms/cm <sup>3</sup> )	0,88	1,22	2,63	2,50	0,82	1,28	2,65
<b>Após Ciclo Gela-Degela</b>							
Centrifugação	N	N	N	N	N	N	N
Valor do pH	6,7	6,0	5,7	5,7	6,7	5,9	5,8
Condutividade elétrica (ms/cm <sup>3</sup> )	0,72	0,95	2,40	3,70	0,73	0,98	2,70

N = Normal

Diferente de NUNES & *et al.*,<sup>34</sup> que obtiveram sistemas emulsionados estáveis com óleo de babaçu utilizando 10% da associação de tensoativos (Tween® e Span® 80), o uso do tensoativo polimérico Pemulen® TR1 permitiu obter emulsões estáveis com 0,3%(p/p). Tadros<sup>33</sup> também obteve sistemas estáveis com baixa concentração de tensoativo polimérico e destacou que esta característica é devido à estrutura química e à formação da membrana interfacial.

A adição do Carbopol® Ultrez (Fórmula B2 – Tabela I) manteve a estabilidade da fórmula padrão (B1), demonstrando compatibilidade deste com o Pemulen® TR1. Este carbômero atua como estabilizante, aumentando a viscosidade da fase externa, diminuindo a coalescência<sup>32</sup>.

Ao observar a Tabela I, constata-se que as formulações B3, B4, B5 e B9, B10, foram aditivadas de cloreto de sódio (NaCl) e sulfato de magnésio, respectivamente, em diferentes concentrações. Todas se apresentaram intensamente modificadas após o teste de centrifugação. Segundo MARTINEZ, RISCARDO & FRANCO,<sup>35</sup> a adição desse eletrólito pode interferir nas propriedades reológicas do sistema, provocando a instabilidade. Possivelmente, o polímero Pemulen® TR1 foi sensível à adição desses eletrólitos, pois, diferentes pesquisas demonstraram melhora na estabilidade da emulsão com a adição do NaCl<sup>9,33,36</sup>. GOTCHEV & *et al.*<sup>9</sup> obtiveram emulsões estáveis com altas concentrações de NaCl e atribuíram a compatibilidade deste com a estrutura do polímero. Assim, como nesta pesquisa, FERRARI<sup>23</sup> observou a instabilidade do sistema quando adicionado o sulfato de magnésio. Em contrapartida, TADROS & *et al.*<sup>33</sup> e GOTCHEV & *et al.*<sup>9</sup> obtiveram emulsões estáveis com sulfato de magnésio. Essa estabilidade foi conferida pela presença de polifrutose na estrutura do tensoativo polimérico.

De acordo com a literatura técnica,<sup>37</sup> o carbômero é vulnerável ao NaCl, podendo promover instabilidade à formulação. A adição desse polímero proporcionou estabilidade à formulação com 0,1% (p/p) de NaCl (B6, Tabela I). A mesma situação foi observada por MASMOUDI & *et al.*<sup>13</sup>.

A utilização do Span® 80 é recomendada<sup>32</sup> para aumentar a estabilidade de emulsões contendo Pemulen® TR1, pois, promove diminuição do tamanho do glóbulo por reduzir a tensão na interface O/A<sup>33</sup>. Foi observada estabilidade quando se adicionou 0,4% (p/p) de Span® 80 (Tabela I – fórmula B14). O sistema com Span® 80 (0,4% p/p) se manteve estável com adição do Carbopol® Ultrez (B16) e também quando associado 0,1% (p/p) de cloreto de sódio (B20).

A fórmula B7 (Tabela II), apesar de não apresentar modificações no teste de centrifugação e no valor de pH, apresentou alterações na condutividade elétrica muito acima de 10%, tanto no estresse térmico, quanto no ciclo gela e degela, desqualificando-a para os testes de estabilidade acelerada.

De acordo com FERRARI,<sup>23</sup> nos testes de estabilidade preliminar, os resultados não podem ser analisados isoladamente; sendo assim, as fórmulas B1, B2, B6, B14 e B16, mesmo com condutividade elétrica acima de 10% no teste de estresse térmico, apresentaram valores consideráveis no ciclo gela-degela e por esse motivo foram conduzidas aos testes de estabilidade acelerada. As formulações com óleo de babaçu B1, B2, B6, B14, B16 e B20 foram consideradas estáveis nas condições padronizadas dos testes preliminares (Tabela II).

As emulsões selecionadas pelo estudo preliminar foram então, manipuladas em três lotes e submetidas a diferentes temperaturas durante 90 dias, sendo avaliado periodicamente o valor do pH, viscosidade, comportamento reológico e características organolépticas. Apesar do valor do pH não ser uma medida tão sensível à instabilidade quando comparado à condutividade elétrica, alterações desta durante o período de estocagem nas diferentes temperaturas podem indicar um processo de instabilidade. Ao analisar o perfil do pH no decorrer dos 90 dias de teste, observaram-se diferenças estatísticas nas formulações B1 e B20 em tempos e temperaturas diferentes, indicando instabilidade das emulsões. Por critérios de exclusão pré-estabeleci-

dos nesta pesquisa, essas formulações foram excluídas do estudo. Em condições menos rigorosas poderiam ser consideradas estáveis, pois, não apresentaram qualquer modificação organoléptica e macroscópica ou de propriedades perceptíveis pelo consumidor<sup>3</sup>, ressaltando-se que, mesmo com a alteração apresentada no valor do pH, este ainda permaneceu compatível dermatologicamente<sup>38</sup>.

Após as análises estatísticas, as formulações B2, B6, B16 e B20 apresentaram diferenças significativas e aumento no índice de consistência em diferentes tempos e temperaturas, sendo então, excluídas do estudo, entendendo que essas alterações representaram indicativos de instabilidade. Em todas essas formulações, a viscosidade aumentou no final dos 90 dias. Esses resultados estão de acordo com os apresentados por GUARATINI, GIANETI & MAIA CAMPOS<sup>39</sup> e LEONARDI & *et al.*,<sup>40</sup> mas, contrapõem à afirmação de MARTIN<sup>41</sup> a qual relata que geralmente o índice de consistência diminui durante a estocagem.

Frente a esses confrontos de literaturas torna-se mais relevante considerar os diversos fatores que podem alterar a reologia de uma emulsão: problemas referentes à fase dispersa (interação entre as substâncias, floculação, tamanho e distribuição das partículas, viscosidade, composição e estrutura do polímero); influência da fase contínua (composição, polaridade, pH, concentração de eletrólitos); fatores referentes a membrana interfacial (composição química, potencial de energia da interação das partículas, concentração e solubilidade dos polímeros e estrutura da camada interfacial), além das condições de preparo da formulação<sup>33,42,43,44</sup>.

Sendo assim, a formulação considerada estável pelo teste de estabilidade acelerada, foi a B14 (fórmula base aditivada com 0,4% (p/p) de Span® 80).

A Fig. 1 registra o perfil do pH, enquanto que na Fig. 2, o perfil do índice de consistência da formulação B14, calculado pelo modelo matemático de Herschel-Bulkley não apresenta alterações organolépticas e nem diferenças estatísticas durante os 90 dias de estocagem nas diferentes condições de armazenamento, configurando estabilidade da formulação.

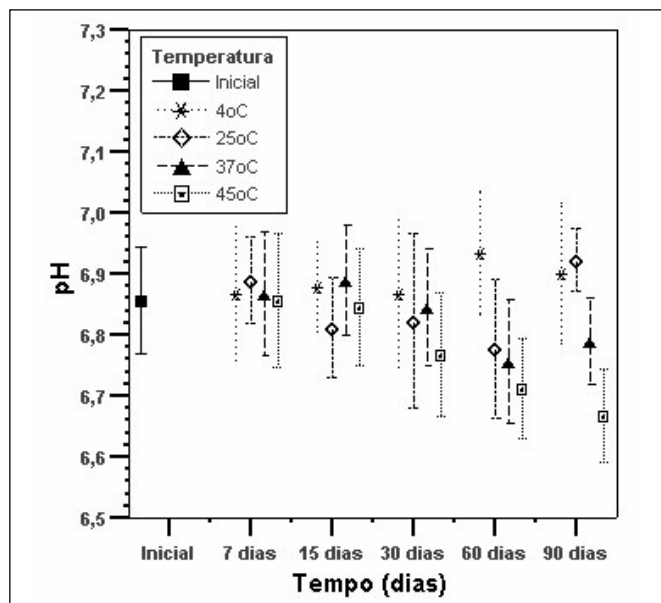


FIG. 1 - Perfil do pH durante os testes de estabilidade acelerada da formulação B14. Os resultados foram expressos pela média das leituras (n=3) de cada lote (n=3) e a barra de erro representa à média do intervalo de confiança.

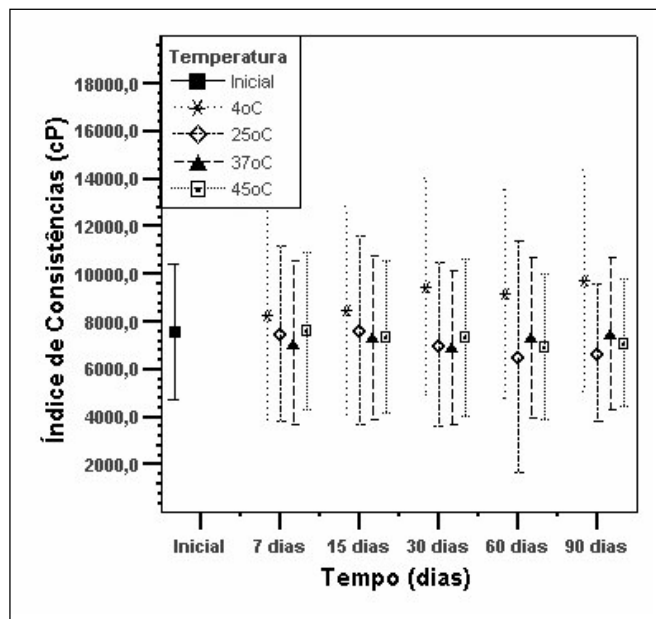


FIG. 2 - Perfil do índice de consistência durante os testes de estabilidade acelerada da formulação B14. Os resultados foram expressos pela média das leituras (n=3) de cada lote (n=3) e a barra de erro representa à média do intervalo de confiança.

Como não houve diferenças estatísticas entre as leituras em cada lote e também entre os lotes, optou-se por apresentar os reogramas do primeiro e do 90º dia nas diferentes temperaturas (Fig. 3).

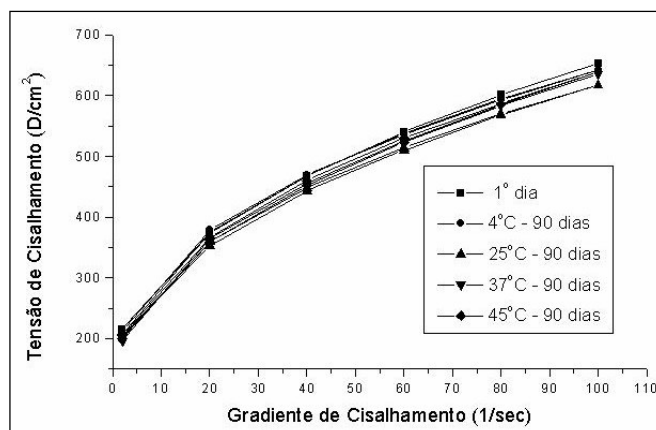


FIG. 3 - Reogramas do 1º e 90º dia da emulsão (B14) com o óleo de babaçu nos testes de estabilidade acelerada.

Analisando-se os reogramas (Fig. 3), observa-se que as formulações não obedeceram à lei de Newton,<sup>41</sup> apresentando características de fluidos pseudoplásticos<sup>33</sup>. Esses resultados estão de acordo com os apresentados por CORRÊA & *et al.*<sup>45</sup> que verificaram o comportamento pseudoplástico em formulações manipuladas com o Pemulen TR1 e com o Carbopol® Ultrez. Ainda, quanto à composição da fórmula, YASAR, TOGRUL & ARSLAN<sup>46</sup> relataram que é frequente o comportamento pseudoplástico em formulações que contém polímeros.

Outro parâmetro que confirmou o perfil pseudoplástico, foi o índice de fluxo (Tabela III), pois, quando esse for diferente de 1,0, será então, indicativo de pseudoplasticidade<sup>23,39,45</sup>.

Analisando-se os reogramas (Fig. 3) e a dos dados numéricos da Tabela III, observa-se que existe área de histerese, região entre as curvas ascendente e descendente que caracteriza o grau de tixotropia da formulação<sup>33</sup>. Nesse caso, a formulação não foi considerada ti-

TABELA III

Valores da viscosidade aparente mínima (cP), índice de fluxo, área de histerese (d/cm<sup>2</sup>.s), da emulsão submetida ao teste de estabilidade acelerada nas diferentes temperaturas

Tempo (dias)	Temperatura (°C)	Viscosidade aparente mínima (cP)	Índice de fluxo	Área de histerese (d/cm <sup>2</sup> .s)
1°	25°C	653	0,49	35
90°	4°C	643	0,46	72
	25°C	617	0,47	334
	37°C	635	0,46	180
	45°C	639	0,48	526

xotrópica porque a variação entre as curvas não ultrapassou 10%, valor considerado limite de erro do equipamento.

Sendo assim, pelas análises das características organolépticas, valores de pH (Fig. 1), do índice de consistência (Fig. 2) e do comportamento reológico (Fig. 3 e Tabela III) durante o período dos testes de estabilidade acelerada, a formulação B14, foi considerada estável.

## CONCLUSÕES

Nas condições padronizadas, foi possível desenvolver emulsão estável do tipo O/A viável comercialmente com óleo de babaçu. A adição de 0,4% (p/p) de Span<sup>®</sup> 80 promoveu estabilidade ao sistema.

A partir das avaliações das características organolépticas, do valor do pH, viscosidade e da reologia durante os testes de estabilidade acelerada, pode-se presumir a estabilidade física da formulação, que apresentou comportamento reológico pseudoplástico, característica desejável a bases dermocosméticas, podendo ser utilizada como um veículo dermocosmético.

O desenvolvimento dessa formulação permitiu sinalizar um óleo da flora mato-grossense com aplicabilidade cosmética para cadeia produtiva de produtos naturais e desenvolvimento sustentável, podendo gerar projetos de responsabilidade social envolvendo comunidades regionais.

## APOIO E AGRADECIMENTOS

À Universidade de Cuiabá/UNIC e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Mato Grosso/FAPEMAT, pelo suporte financeiro e, à Croda do Brasil Ltda., pela doação das matérias-primas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BREUER, M.M. *Cosmetics emulsions*. In: BECHER, P. (ed.) Encyclopedia of emulsions technology. New York, Marcel Dekker, 1985, v. 2, p. 385-424.
- SHARMA, M.K & SHAH, D. *Introduction to Macro and Microemulsions*. In: SHAH, D.O. (ed.). Macro and microemulsions theory and applications. Washington, American Chemical Society, 1985. chap. 1.
- MOSTEFA, N.M.; SADOK, A. H.; SABRI, N & HADJI, A. Determination of optimal cream formulation from long-term stability investigation using a surface response modeling. *Int. J. Cosmet. Sci.*, 28(3): 211-218, 2006.
- SILVA, E.C & SOARES, I.C. Tecnologia de emulsões. *Cosmet. Toiletries*, 8(5): 37-46, 1996.
- ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. *Guia de estabilidade de produtos cosméticos*, v. 1, maio, 2004.

- AVENDANO-GOMEZ, J.R.; GROSSIORD, J.L & CLAUSSE, D. Study of mass transfer in oil-water-oil multiple emulsions by differential scanning calorimetry. *J. Colloid Interface Sci.*, 290(2): 533-545, 2005.
- DENINE, R & *et al.* Influence de la formulation d'une émulsion multiple cosmétique sur la libération des actifs encapsulés. *Int. J. Cosmet. Sci.*, 18(3): 103-122, 1996.
- EXEROWA, D & *et al.* Interaction forces in thin liquid films stabilized by hydrophobically modified inulin polymeric surfactant. 2. Emulsion films. *J. Surfaces Colloids*, 23(4): 1711-1715, 2007
- GOTCHEV, G & *et al.* Interaction forces in thin liquid films stabilized by hydrophobically modified inulin polymeric surfactant. 3. Influence of electrolyte type on emulsion films. *J. Surfaces Colloids*, 23(11): 6091-6094, 2007.
- SCHUELLER, R & ROMANOWSKI, P. Emulsões. *Cosmet. Toiletries*, 12(03): 71-74, 2000.
- TADROS, T. Principles of emulsion stabilization with special reference to polymeric surfactants. *J. Cosmet. Sci.*, 57(2): 153-169, 2006.
- IDSON, B. Stability testing of emulsions, I. *Drug Cosmet. Ind.*, 142(1): 27-28, 30, 1993a.
- MASMOUDI, H & *et al.* The evaluation of cosmetic and pharmaceutical emulsions aging process using classical techniques and a new method: FTIR. *Int. J. Pharm.*, 289(1/2): 117-131, 2005.
- RIEGER, M.M. Teste de estabilidade para macroemulsões. *Cosmet. Toiletries*, 8(5): 47-53, 1996.
- QUENCA-GUILLEN, J.S & *et al.* O Brasil está na moda. *Cosmet. Toiletries*, 19(4): 68-72, 2007.
- CRODAMAZON BABAÇU. Croda do Brasil (Catálogo). Campinas, julho, 2002.
- FRANQUILINO, E. Ativos amazônicos. *Cosmet Toiletries*, 18 (edição temática especial): 18-24, 26-40, 42-53, 2006a.
- SILVA, M.F & *et al.* Óleo de babaçu: novo adjuvante lipofílico. *Cosmet. Toiletries*, 12(05): 65-68, 2000.
- MARTINS, N.L.P & *et al.* Análise comparativa da cicatrização da pele com o uso intraperitoneal de extrato aquoso de *Orbignya phalerata* (babaçu). *Acta Bras. Cir.*, 21 (suppl.03): 1-19, 2006.
- ICID/*International Cosmetic Ingredient Dictionary and Handbook*. 8th. ed. Washington, CTFA, 3v, 2000.
- FERRARI, M. *Obtenção e aplicação de emulsões múltiplas contendo óleos de andiroba e copaíba*. Ribeirão Preto, 1998. 147p. Dissertação de Mestrado – Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto.
- DAVIS, H.M. *Analysis of creams and lotions*. In: SENZEL, A.J. (ed.) Newburger's manual of cosmetic analysis. Washington, Association of Official Analytical Chemists, 1977, p. 32, cap. 4.
- FERRARI, M. *Desenvolvimento e avaliação da eficácia fotoprotetora de emulsões múltiplas contendo metoxicinamato de etilhexila e óleo de andiroba* (Carapa guyanensis). 2002. 142p. Tese de Doutorado em Ciências Farmacêuticas - Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto.
- IDSON, B. Stability testing of emulsions. *Drug Cosmet. Ind.*, 103(12): 35-38, 72, 1988.
- IDSON, B. Stability testing of emulsions, II. *Drug Cosmet. Ind.*, 142(2): 38, 40, 42-43, 72, 1993b.
- FRANQUILINO, E. Em ritmo de expansão. *Cosmet. Toiletries*, 18 (edição temática especial): 7-10, 2006b.
- RIEGER, M. M. Skin lipids and their importance to cosmetic science. *Cosmet. Toiletries*, 102(7): 45-49, 1987.
- SIMOVIC, S & *et al.* An investigation into interactions between polyacrylic polymers and a non-ionic surfactant: an emulsion preformulation study. *Int. J. Pharm.*, 184(2): 207-217, 1999.
- HEMKER, W.J. Universal oil-in-water polyelectrolyte emulsifiers for advanced cosmetic product formulation. *Softw.*, 116(14): 505-508, 1990.
- LOCHEAD, R.Y & *et al.* Novel cosmetic emulsions. *Cosmet. Toiletries*, 101:125-138, 1986.
- BEMECKER, K.D & *et al.* Application-triggered drug release from an O/W emulsion. *Pharm. Ind.*, 54(22): 182-185, 1992.
- PEMULEN. Introducing Pemulen<sup>®</sup> Polymeric Emulsifiers. *Technical Literature*. September, Cleveland, 1999.
- TADROS, T. Application of rheology for assessment and prediction of the long-term physical stability of emulsions. *Adv. Colloid Interface Sci.*, v.108-109: 227-258, 2004.
- NUNES, J.R.L & *et al.* *Obtenção, caracterização e estudo da estabilidade física de nanoemulsões a base de óleo de babaçu*. In: 21° Congresso Brasileiro de Cosmetologia, São Paulo, 2006. Anais. São Paulo, Associação Brasileira de Cosmetologia, 2006. CD.
- MARTÍNEZ, I.; RISCARDO, M.A & FRANCO, J.M. Effect of salt content on the rheological properties of salad dressing-type emulsions stabilized by emulsifier blends. *J. Food Engineering*, 80(4): 1272-1281, 2007.

36. TORRES, L.G & *et al.* Preparation of O/A emulsions stabilized by solid particles and their characterization by oscillatory rheology. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 302(1-3): 439-448, 2007.
37. NOVEON. Carbopol<sup>®</sup> Ultrez Polímero. (*Informativo técnico*). June, Cleveland, 1997.
38. RIBEIRO, H.M. Teoria de estabilidade de emulsões cosméticas. *Cosmet. Toiletries*, 14(04): 88-90, 92, 2006.
39. GUARATINI, T.; GIANETI, M.D & MAIA CAMPOS, P.M.B.G. Stability of cosmetic formulations containing esters of Vitamins E and A: chemical and physical aspects. *Int. J. Pharm.* 327(1/2):12-16, 2006.
40. LEONARDI, G.R & *et al.* Produto de uso tópico com *Aloe vera*. *Cosmet. Toiletries*, 12(5): 44-53, 2000.
41. MARTIN, A.N. *Physical pharmacy*. 4th. ed. London, Lea & Febiger, 1993, p. 453-473.
42. CALLEGOS, C & FRANCO, J.M. Rheology of food, cosmetics and pharmaceuticals. *Colloid Interface Sci.* 4(4): 288-293, 1999.
43. OPREA, S & DODITA, T. Influence of agitation during emulsion polymerization of acrylic-styrene latexes on end product properties. *Progress in Organic Coatings*, 42(3):194-201, 2001.
44. TADROS, T.F. Fundamental principles of emulsion rheology and their applications. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 91: 39-55, 1999.
45. CORRÊA, N.M & *et al.* Avaliação do comportamento reológico de diferentes géis hidrofílicos. *Rev. Bras. Cienc. Farm.*, 41(1): 73-78, 2005.
46. YASAR, F.; TOGRUL, H & ARSLAN, N. Flor properties of cellulose and carboxymethyl cellulose from orange peel. *J. Food Engineering*, 81: 187-199, 2007.

---

*Endereço para correspondência*  
Prof. Dr. Márcio Ferrari  
E-mail: ferrarimarcio@uol.com.br  
Faculdade de Farmácia da Universidade de Cuiabá – UNIC  
Av. Beira Rio, 3100 - Jardim Europa  
78015-480  
Cuiabá/MT – Brasil