



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA
DOS MATERIAIS

SAMANTHA DA SILVA GUIMARÃES

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE FORMULAÇÃO
COSMÉTICA CONTENDO ARGILA BENTONITA

JOÃO PESSOA - PB

2021

SAMANTHA DA SILVA GUIMARÃES

DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE FORMULAÇÃO COSMÉTICA CONTENDO ARGILA BENTONITA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento das exigências para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, sob orientação do Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira e co-orientação da Prof^a. Dr^a. Melânia Lopes Cornélio.

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

G963d Guimarães, Samantha da Silva.

Desenvolvimento e avaliação de formulação
cosmética contendo argila bentonita / Samantha da
Silva Guimarães. - João Pessoa, 2021.
129 f. : il.

Orientação: Heber Sivini Ferreira.

Coorientação: Melânia Lopes Cornélio.

Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

1. Engenharia de materiais. 2. Bentonita. 3.
Ativo cosmético - Base facial. 4. Hidratação da pele.
5. Ação anti-oleosidade. I. Ferreira, Heber Sivini.
II. Cornélio, Melânia Lopes. III. Título.

UFPB/BC

CDU 620.1(043)



**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA**

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Ata da defesa de dissertação de mestrado apresentada pela aluna SAMANTHA DA SILVA GUIMARÃES, no dia 11 de agosto de 2021.

Às nove horas do dia 11 de agosto de 2021, em ambiente remoto específico (link: meet.google.com/puj-kskg-eva), em virtude da impossibilidade de reunião presencial por ocasião da pandemia do COVID-19, reuniram-se os membros da banca examinadora composta pelos Professores: Prof. Dr. HEBER SIVINI FERREIRA – UFPB/PPCEM (Presidente, Orientador), Prof. Dr. RAMON ALVES TORQUATO – UFPB/PPCEM (Examinador Interno), Prof^a. Dr^a. MELANIA LOPES CORNELIO (Examinadora externa ao Programa), Prof^a. Dra. REBECA TIBAU AGUIAR (Examinadora externa à Instituição), Prof^a. Dr^a. SHEYLA CRISTIANE XENOFONTE ALMEIDA (Examinadora Externa à instituição), a fim de avaliarem a dissertação de mestrado do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, com título “DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE FORMULAÇÃO COSMÉTICA CONTENDO ARGILA BENTONITA” de autoria da aluna SAMANTHA DA SILVA GUIMARÃES, matrícula 20181020656. A reunião foi aberta pelo Presidente da banca, que deu início aos trabalhos autorizando a candidata a iniciar sua apresentação. Concluídos os trabalhos de apresentação e de arguição, a Comissão Examinadora emitiu o seguinte parecer:

A discente foi APROVADA

A discente tem um prazo de 30 dias para realizar as alterações.

A aluna é obrigada a realizar as sugestões da banca. Para constar, foi lavrada a presente ata, que vai assinada pelos membros da Comissão Examinadora além do referido discente que apresentou a defesa de seu mestrado.

Prof. Dr. HEBER SIVINI FERREIRA – UFPB/PPCEM
(Presidente, Orientador)

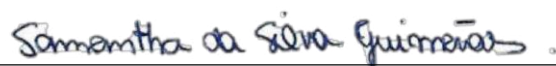
Prof^a. Dr^a. MELANIA LOPES CORNELIO
(Co Orientadora, Examinadora externa ao Programa)

Prof. Dr. RAMON ALVES TORQUATO – UFPB/PPCEM
(Examinador Interno)

Prof^a. Dra. REBECA TIBAU AGUIAR
(Examinadora externa à Instituição)



Prof^a. Dr^a. SHEYLA CRISTIANE XENOFONTE ALMEIDA
(Examinadora Externa à instituição)



SAMANTHA DA SILVA GUIMARÃES
(Discente)

Emitido em 20/08/2021

ATA Nº Def. 08/21/2021 - PPCEM (11.01.17.35)

(Nº do Documento: 7)

(Nº do Protocolo: NÃO PROTOCOLADO)

(Assinado digitalmente em 23/08/2021 10:35)

HEBER SIVINI FERREIRA

PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR
1644533

(Assinado digitalmente em 20/08/2021 21:03)

REBECA TIBAU AGUIAR

TECNICO EM QUIMICA
2797967

(Assinado digitalmente em 23/08/2021 11:14)

RAMON ALVES TORQUATO

PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR
2890742

(Assinado digitalmente em 24/08/2021 09:41)

MELANIA LOPES CORNELIO

PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR
1910371

Para verificar a autenticidade deste documento entre em <https://sipac.ufpb.br/documentos/> informando seu número: 7, ano: **2021**, documento (espécie): **ATA**, data de emissão: **20/08/2021** e o código de verificação: **f0658541f1**

AGRADECIMENTOS

Não seria justo iniciar sem citar Deus primeiramente, que sempre tem me direcionado e me dado suporte para concretizar todos os planos mais desafiadores que me proponho a ter, e esse projeto foi um deles. Certamente, se não fosse por Ele e seu cuidado comigo, nenhum desses planos seriam concretizados. Grata também pela possibilidade de absorver um pouco do vasto conhecimento dos professores Heber Sivini Ferreira e Melânia Lopes Cornélio, bem como o suporte e paciência em transferir pra mim o que eles podiam para que esse projeto saísse de um esboço para uma realidade palpável, foi de fundamental importância.

Agradeço também pela contribuição das pessoas maravilhosas que tive a oportunidade de conhecer durante todo o percurso que me trouxe até aqui: à “dupla dinâmica” Amanda Brito e Matheus Ferreira por todo o suporte nas etapas iniciais, aos técnicos Larissa, Herickson e Meyson pela ajuda enquanto estavam no exercício de suas funções e pelo conhecimento compartilhado e disponibilidade para fazê-lo, à Ana Beatriz e Wictor que me ajudaram muito enquanto alunos de iniciação científica desse projeto, à Gabriela, Yasmim, Wennya e David pela companhia durante os ensaios e por serem tão inspiradores pela disciplina e entrega em seus projetos, à Arthur e Júlio pela ajuda durante os testes de estabilidade e estudo cinético, ao ilustre técnico Clóvis por todo o suporte no laboratório durante todo o processo de desenvolvimento da formulação cosmética. À minha amiga de longa data Rebeca, por todo o apoio dado desde sempre, seja como amiga, como química industrial, como mestre, doutora, técnica de laboratório...você é demais, mulher!

Agradeço a confiança de sempre que meus pais e minhas irmãs procuram depositar em mim e em todo projeto que me desafio a cumprir, o acolhimento e torcida deles sempre vai ser muito valioso pra mim. A meu noivo e melhor amigo, por todo o apoio e paciência em todos os momentos de instabilidade e incredulidade que confessei por tantas vezes, e por procurar me motivar sempre. Amo verdadeiramente vocês, sem vocês em minha vida eu não seria nada.

“Lembre-se da minha ordem: Seja forte e corajoso! Não fique desanimado, nem tenha medo, porque eu, o Senhor, seu Deus, estarei com você em qualquer lugar para onde você for!”

Josué 1:9

RESUMO

O consumo de itens de higiene pessoal, perfumaria e cosméticos atualmente atinge números positivos em nível mundial, e os itens de cosméticos de maquiagem, alcançam o 4º lugar no *ranking* de consumo em 2020. Esses dados têm causado impacto nas indústrias do segmento cosmético, buscando trazer aos consumidores novas propostas de produtos cuja formulação atenda às necessidades da grande variedade de tipos de pele e de exigências, a exemplo de produtos cosméticos com componentes minerais atuando como ativos. Após a aprovação dos estudos da formulação cosmética em participantes pelo Comitê de Ética da Universidade Federal da Paraíba (UFPB), a argila bentonita verde lodo, oriunda do município de Boa Vista- PB, foi escolhida como objeto de estudo a fim de observar sua influência como ativo cosmético para base facial, avaliando possíveis benefícios como agente de controle de brilho e oleosidade da pele. A argila *in natura* passou por processo de purificação e modificação química através da ativação com Na_2CO_3 , submetida à caracterização físico-química, para posterior incorporação como ativo em formulações, em três diferentes concentrações e uma formulação controle, seguida de estudos de estabilidade de emulsão, e análises reológica e microbiológica. Foi realizado o estudo cinético da pele, avaliando o desempenho da base facial desenvolvida no controle de brilho e oleosidade no decorrer de 8 horas de aplicação, em comparativo com produto comercial de mesma proposta. Os resultados de caracterização apresentaram melhorias do material beneficiado em capacidade de troca catiônica, uniformização de tamanho de partícula e diminuição de minerais acessórios. A formulação apresentou resultados positivos no teste de estabilidade acelerado, manteve-se reologicamente estável e microbiologicamente apta para aplicação como produto de uso tópico. A argila bentonita mostrou-se um interessante ativo no controle de brilho e oleosidade da pele, mantendo bons níveis de hidratação e elasticidade da pele, diminuição da aparência dos poros e melhoria na questão da sensibilidade, inclusive quando comparada com produto comercial. É importante ressaltar uma possível influência da argila no controle do pH facial. Foi possível comprovar que a argila bentonita tem potencialidades de grande interesse ao ser aplicada como ativo cosmético.

Palavras-chave: bentonita, base facial, hidratação, antioleosidade, ativo cosmético.

ABSTRACT

The consumption of personal hygiene, perfumery and cosmetic items currently reaches positive numbers worldwide, and makeup cosmetic items reach 4th place in the consumption ranking in 2020. This data has caused an impact on the cosmetics segment industries, seeking bring to consumers new proposals for products whose formulation meets the needs of a wide variety of skin types and requirements, such as cosmetic products with mineral components acting as actives. After the approval of the cosmetic formulation studies in participants by the Ethics Committee of the Federal University of Paraíba (UFPB), the bentonite clay green sludge, originating from the municipality of Boa Vista-PB, was chosen as an object of study in order to observe its influence as a cosmetic active for facial foundation, evaluating possible benefits as an agent to control skin shine and oiliness. The clay in natura underwent a purification process and chemical modification through activation with Na_2CO_3 , submitted to physicochemical characterization, for subsequent incorporation as an active in formulations, in three different concentrations and a control formulation, followed by emulsion stability studies, and rheological and microbiological analyses. A kinetic study of the skin was carried out, evaluating the performance of the facial foundation developed in controlling shine and oiliness during 8 hours of application, in comparison with a commercial product of the same proposal. The characterization results showed improvements of the processed material in terms of cation exchange capacity, uniformity of particle size and reduction of accessory minerals. The formulation showed positive results in the accelerated stability test, remained rheologically stable and microbiologically suitable for application as a topical product. Bentonite clay proved to be an interesting asset in controlling the shine and oiliness of the skin, maintaining good levels of hydration and skin elasticity, reducing the appearance of pores and improving sensitivity, even when compared to a commercial product. It is important to emphasize a possible influence of clay on the control of facial pH. It was possible to prove that bentonite clay has potential of great interest when applied as a cosmetic active.

Keywords: bentonite, facial base, hydration, anti-oiliness, cosmetic active.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura da pele.	31
Figura 2 - Fluxograma de atividades da pesquisa.....	45
Figura 3 - Comparativo da mistura Argila + Água após agitação por lavadora ultrassônica (esquerda) e antes de ser submetida ao processo.....	47
Figura 4 - Presença de impurezas depositadas ao fundo do recipiente após a etapa de centrifugação.	47
Figura 5 - Ímã de alto magnetismo utilizado no processo de retirada do ferro do material. ..	48
Figura 6 – Medição das alturas dos pós.....	53
Figura 7 - Obtenção da base facial contendo argila bentonita verde lodo.....	55
Figura 8 – Colorímetro FRU, modelo WR-10QC.	56
Figura 9 – Frascos contendo a base facial (3,0%) de argila verde lodo identificados para realização do estudo de estabilidade.....	57
Figura 10 – Dispositivo da Biolaminoteste para análise microbiológica.	59
Figura 11 - Amostras padronizadas para a análise cinética na pele e sensorial.	63
Figura 12 - Equipamento API-100 (Aram Huvis).	65
Figura 13 - Representação das regiões analisadas pelo API 100.	65
Figura 14 - Sonda Corneometer CM 825.	67
Figura 15 - Representação das regiões analisadas pela sonda Corneometer CM 825.....	67
Figura 16 - Sonda Sebumeter SM815.....	68
Figura 17 - Representação das regiões analisadas pela sonda Sebumeter SM815.....	69
Figura 18 - Medição do pH da pele com a utilização do Skin-pH-Meter PH905.	70
Figura 19 - Volume cumulativo obtido a partir da Análise Granulométrica das Argilas VLN e VLP.....	71
Figura 20 - Volume incremental obtido a partir da Análise Granulométrica das argilas VLN e VLP.....	72
Figura 21 - Análise térmica da argila VLN.	73
Figura 22 - Análise térmica da argila VLP.....	74
Figura 23 - Difratoograma de raios X da amostra VLN.....	76
Figura 24 - Difratoograma de raios X da amostra VLP.	76
Figura 25 - Morfologia e medida de altura e largura das partículas das amostras a-b) VLN e c-d) VLP.	79

Figura 26 - Comparativo da análise de tonalidade da base facial sobre a pele.	81
Figura 27 – Tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento com controle de taxa de cisalhamento de 0 a 100 s ⁻¹	84
Figura 28 – Tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento com controle de tensão de cisalhamento de 0,1 a 100 Pa.....	84
Figura 29 – Módulos de armazenamento (G') e de perda (G'') versus tensão.	85
Figura 30 – Módulos de armazenamento (G') e de perda (G'') versus tempo.....	86
Figura 31 - Disposição da amostra de base facial contendo argila verde lodo sobre as faces do dispositivo para análise microbiológica (Biolaminoteste da marca IPEL).....	87
Figura 32 – Resumo ilustrativo de informações acerca da análise da pele através do programa Solutionist.....	91
Figura 33 – Imagens ilustrativas geradas pelo equipamento API-100 transmitidas para o software Solutionist.	91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Formulação de base facial contendo argila bentonita verde lodo.	54
Tabela 2 - Diâmetro de partículas das amostras de argilas VLN e VLP.	72
Tabela 3 - Capacidade de Troca de Cátions das amostras VLN e VLP.	75
Tabela 4 - Percentual de Óxidos VLN.....	77
Tabela 5 - Percentual de Óxidos VLP.	78
Tabela 6 - Comparativo da análise de tonalidade em amostras de bases faciais comerciais e base desenvolvida utilizando o colorímetro.	80
Tabela 7 - Ficha de análise de estabilidade da formulação de base facial exposta à temperatura ambiente.	82
Tabela 8 - Ficha de análise de estabilidade da formulação de base facial em temperatura ambiente, com exposição à luz solar.	82
Tabela 9 - Ficha de análise de estabilidade da formulação de base facial em temperatura de 50°C, armazenada em estufa.	82
Tabela 10 - Ficha de análise de estabilidade da formulação de base facial em temperatura de 5°C, armazenada em geladeira.	83
Tabela 11 - Classificação do tipo de pele referente aos valores obtidos através da análise com a sonda Corneometer.	98

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Exemplo de composição básica de uma emulsão.....	35
Quadro 2 - Critérios para avaliação das características organolépticas (aspecto, cor e odor) da formulação.	58

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Resultados do Teste de Aceitação e Atitude de Compra, comparando a formulação contendo: a) 3%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.	89
Gráfico 2 - Análise da elasticidade da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.	92
Gráfico 3 - Análise da hidratação da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.	94
Gráfico 4 - Análise de aparência dos poros da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.	95
Gráfico 5 - Análise minimização da acne da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.	96
Gráfico 6 - Análise da sensibilidade da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.	97
Gráfico 7 – Avaliação da hidratação da pele utilizando a sonda Corneometer, comparando a formulação contendo 3,0% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	98
Gráfico 8 - Avaliação da hidratação da pele utilizando a sonda Corneometer, comparando a formulação contendo 1,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	99
Gráfico 9 - Avaliação da hidratação da pele utilizando a sonda Corneometer, comparando a formulação contendo 0,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	100
Gráfico 10 - Avaliação da hidratação da pele utilizando a sonda Corneometer, comparando a formulação sem argila verde lodo (controle) com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	100

Gráfico 11 - Avaliação da redução de oleosidade da pele utilizando a sonda Sebumeter, comparando a formulação contendo 3% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	101
Gráfico 12 - Avaliação da redução de oleosidade da pele utilizando a sonda Sebumeter, comparando a formulação contendo 1,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	102
Gráfico 13 - Avaliação da redução de oleosidade da pele utilizando a sonda Sebumeter, comparando a formulação contendo 0,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	103
Gráfico 14 - Avaliação da redução de oleosidade da pele utilizando a sonda Sebumeter, comparando a formulação sem argila verde lodo (controle) com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	104
Gráfico 15 - Análise do pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter, comparando a formulação contendo 3% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	105
Gráfico 16 - Análise do pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter, comparando a formulação contendo 1,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	105
Gráfico 17 - Análise do pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter, comparando a formulação contendo 0,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	106
Gráfico 18 - Análise do pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter, comparando a formulação sem argila verde lodo (controle) com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.	107

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABIHPEC – Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos

HPPC – Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária

A/O – Fase aquosa incorporada em meio dispersante composto por fase oleosa

O/A – Fase oleosa incorporada em meio dispersante composto por fase aquosa

RDC – resolução da diretoria colegiada

BB cream – *Blemish Balm cream*

CC cream – *Color Correcting cream*

q.s.p. – *Quantum Satis Para* (quantidade suficiente para)

BHT – Hidroxitolueno butilado

EDTA – ácido etilenodiamino tetra-acético

CTC – Capacidade de troca de cátions

HCl – Ácido Clorídrico

Na₂CO₃ – Carbonato de Sódio

pH – Potencial hidrogeniônico

rpm – rotação por minuto

DRX - Difração de Raios X

Cu – Cobre

K α –Radiação

DTA – Análise Térmica Diferencial

TG – Termogravimetria

Ta – Temperatura da amostra

Tr – Temperatura do material de referência

ΔT – Variação de temperatura

FRX – Fluorescência de Raios X

ED-FRX – Fluorescência de Raio X por dispersão de energia

WD-FRX – fluorescência de Raio X por dispersão de comprimento de onda

IM – Intensamente modificado (critério para estudo de estabilidade da formulação)

IP – Intensamente precipitado (critério para estudo de estabilidade da formulação)

IS – Intensamente separado (critério para estudo de estabilidade da formulação)

IT – Intensamente turvo (critério para estudo de estabilidade da formulação)
LM – Levemente modificado (critério para estudo de estabilidade da formulação)
LP – Levemente precipitado (critério para estudo de estabilidade da formulação)
LS – Levemente separado (critério para estudo de estabilidade da formulação)
LT – Levemente turvo (critério para estudo de estabilidade da formulação)
M – Modificado (critério para estudo de estabilidade da formulação)
N – Normal, sem alteração (critério para estudo de estabilidade da formulação)
VLN – argila verde lodo in natura, passando apenas pela peneira em malha #200
VLP – argila verde lodo que foi submetida pelo processo de purificação

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	22
1.1	Objetivos.....	23
1.1.1	Geral.....	23
1.1.2	Específicos	23
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	24
2.1	Argilas Bentonitas.....	24
2.2	Purificação de Argilas	25
2.2.1	Ativação de Argilas.....	26
2.2.2	Secagem via <i>Spray Dryer</i>	27
2.3	Uso da argila em tratamentos estéticos e formulações cosméticas.....	28
2.3.1	Funções das argilas em tratamentos da pele	29
2.4	Mercado de Cosméticos.....	29
2.5	Pele	30
2.5.1	Tipos de pele.....	32
2.5.2	Pele oleosa e com tendência a acne.....	33
2.6	Histórico da Maquiagem.....	33
2.6.1	Base Facial.....	34
2.6.2	Estabilidade físico-química de bases faciais	37
2.6.3	Controle de qualidade microbiológica de bases faciais.....	38
2.7	Estado da arte	38
2.8	Análise Crítica.....	43
3	MATERIAIS E MÉTODOS	44
3.1	Materiais.....	44
3.1.1	Etapa de purificação da argila	45
3.2	Etapas desenvolvidas durante a pesquisa.....	45
3.2.1	Processo de purificação da Argila Bentonita Verde Lodo	46

3.2.1.1	Retirada do Ferro.....	48
3.2.1.2	Ativação com Na ₂ CO ₃ e secagem por Spray Dryer	48
3.2.2	Caracterização físico-química	49
3.2.2.1	Análise Granulométrica (AG)	49
3.2.2.2	Análise Termogravimétrica (TG)	50
3.2.2.3	Análise Térmica Diferencial (DTA).....	50
3.2.2.4	Capacidade de troca de cátions (CTC).....	50
3.2.2.5	Difração de Raios X (DRX)	51
3.2.2.6	Fluorescência de Raios X (FRX)	52
3.2.2.7	Análise Morfológica por Perfilometria.....	53
3.2.3	Elaboração de formulação de base facial	53
3.2.3.1	Desenvolvimento da tonalidade da base utilizando colorímetro	56
3.2.4	Estudo da Estabilidade da formulação	57
3.2.5	Estudo Reológico da formulação	58
3.2.6	Análise microbiológica da formulação.....	59
3.2.7	Pesquisa com participantes – Aprovação pelo Comitê de Ética.....	60
3.2.8	Análise Sensorial.....	61
3.2.9	Estudo cinético basal da função da pele dos participantes	64
3.2.9.1	Análise da pele através do equipamento API-100 (Aram Huvis).....	64
3.2.9.2	Análise de medida de hidratação da pele através da sonda CORNEOMETER® CM825	66
3.2.9.3	Análise de medida de oleosidade da pele através da sonda SEBUMETER® SM815	68
3.2.9.4	Análise de medida de pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter® PH90569	
3.2.10	Análise Estatística	71
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	71
4.1	Caracterização físico-química	71
4.1.1	Análise Granulométrica (AG)	71
4.1.2	Análises Termogravimétrica (TG) e Térmica Diferencial (DTA).....	73
4.1.3	Capacidade de troca de cátions (CTC)	75
4.1.4	Difração de Raios X (DRX).....	76
4.1.5	Fluorescência de Raios X (FRX)	77

4.1.6	Análise Morfológica por Perfilometria	78
4.2	Desenvolvimento de tonalidade de base facial utilizando colorímetro	80
4.3	Estudo da Estabilidade da formulação	81
4.4	Estudo Reológico da formulação	84
4.5	Controle de Qualidade microbiológica da formulação	87
4.6	Análise Sensorial	88
4.7	Estudo cinético basal da função da pele dos voluntários	90
4.7.1	Análise da pele através do equipamento API-100 (Aram Huvis).....	90
4.7.2	Análise de medida de hidratação da pele através da sonda CORNEOMETER® CM825	98
4.7.3	Análise de medida de oleosidade da pele através da sonda SEBUMETER® SM815.....	101
4.7.4	Análise de medida de pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter® PH905	104
4.8	Análise conjunta dos resultados	108
5	CONCLUSÕES	112
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	113
	REFERÊNCIAS	114
	APÊNDICES	122

1 INTRODUÇÃO

A preocupação com saúde e bem-estar da pele tem aumentado consideravelmente em tempos atuais, e isso refletiu no crescimento do setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (HPPC), resultando para o Brasil a 4ª posição mundial no consumo de produtos desse segmento, com o consumo de itens de maquiagem ocupando 5ª posição no país (ABIHPEC, 2019). Esses dados têm estimulado indústrias do segmento cosmético a desenvolver novas formulações atraentes à grande diversidade de tipos de pele existentes e suas necessidades, a exemplo de produtos com finalidade de embelezamento e uniformização aliadas à benefícios para a pele no decorrer do tempo de uso (DOMINGOS & MORAES, 2016).

O uso de argilas em cuidados com a pele é conhecido há séculos, a exemplo da atuação de argilas como agente cicatrizante, controlador de oleosidade e até mesmo colaborando com o retardo do aparecimento de linhas de expressão (DARÉ *et. al.*, 2015). Suas propriedades têm sido cada vez mais exploradas em formulações de cosméticos multibenefícios, por apresentar excelente desempenho atuando como componente ativo ou excipiente (DARDIR *et. al.*, 2018).

Dentre os tipos de argilas utilizados para aplicações tecnológicas e destinadas a pesquisas acadêmicas, a bentonita sódica se destaca por apresentar excelentes propriedades de inchamento, capacidade de troca de cátions e área superficial, gerando grande interesse comercial e permitindo seu emprego em diferentes áreas (CALLEGARO, 2017). No Brasil, as bentonitas são predominantemente de natureza cálcica, e em decorrência de sua natureza e forma pelas quais são obtidas e extraídas, as bentonitas cálcicas são facilmente encontradas com contaminantes em sua composição, como sais e minerais não solúveis e partículas de argila não suspensas. Ao submeter essa argila a purificação e beneficiamento, além de evitar que as propriedades de interesse das bentonitas sejam prejudicadas pela fração de contaminantes associadas a ela, também é possível agregar valor ao material, devido as transformações químicas que proporcionam a melhoria das características do material e permitem seu emprego em diversas aplicações científicas e industriais (PEREIRA *et. al.*, 2018; ZANINI, 2013; TEIXEIRA-NETO E TEIXEIRA-NETO, 2009).

Em um vasto estudo apresentando um panorama completo sobre argilas bentoníticas, Silva e Ferreira (2008) mostraram a aplicação de argilas bentonitas destinadas a 140 usos industriais, dentre eles o uso na indústria cosmética. O uso de argilas para aplicação em fármacos e cosméticos deve seguir uma série de requisitos que garantam a segurança química,

física e toxicológica para tornar o produto apto para comercialização (MATTIOLI *et. al.*, 2016; LOPÉZ-GALINDO *et. al.*, 2007). Visando um olhar mais aprofundado acerca do comportamento da bentonita em formulação de maquiagem, o presente trabalho aborda as etapas necessárias para adequar a argila ao uso em produto cosmético facial, possíveis benefícios ao ser incorporada como componente ativo em maquiagem, e a avaliação da presença da bentonita em diferentes concentrações na emulsão, buscando também garantir a estabilidade e aplicabilidade da formulação desenvolvida.

1.1 Objetivos

1.1.1 Geral

Avaliar a argila bentonita verde lodo como ativo em formulação cosmética para base facial, analisando a sua influência na composição na melhoria de características como controle de brilho e oleosidade, mediante realização de testes em participantes com pele mista a oleosa e com tendência a acne.

1.1.2 Específicos

- Realizar etapas de purificação e caracterização físico-química da composição da argila bentonita;
- Realizar estudo de estabilidade das formulações da base líquida tendo como ativo a argila bentonita;
- Testar a ação da argila como agente de controle de brilho e oleosidade em diferentes concentrações na formulação cosmética;
- Realizar estudo de cinética da pele em participantes, a fim de verificar os benefícios da argila no produto formulado para tratamento da pele;
- Realizar análise sensorial com participantes, com a finalidade de obter opiniões acerca do uso do produto no decorrer do tempo de estudo;

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Argilas Bentonitas

O termo “bentonita” apareceu pela primeira vez em 1897, utilizado por Knight para definir uma argila localizada em Fort Benton (no estado de Wyoming, oeste dos Estados Unidos), caracterizada por apresentar consistência plástica e coloidal. No Brasil, a comprovação da existência de argila bentonita foi feita na década de 60, após relatos dos habitantes do município de Boa Vista, na Paraíba, onde tiveram conhecimento de um material disponível na natureza em cores diversas e propriedades interessantes (SILVA, 2011; LUZ & OLIVEIRA, 2008).

Bentonita é o nome atribuído a materiais argilosos provenientes de alterações químicas de material ígneo vitrificado, geralmente cinzas vulcânicas presentes em ambientes alcalinos e com pouca circulação de água. Esse termo também foi utilizado por Grim e Guven em 1978 para classificar qualquer argila que fosse constituída majoritariamente pelo mineral esmectita, que por sua vez engloba silicatos hidratados de sódio, cálcio, magnésio, ferro, lítio e alumínio. Dentro do grupo de esmectitas estão presentes os minerais montmorilonita (sódica ou cálcica), saponita (Mg), nontronita (Fe) e hectorita (Li). O argilomineral montmorilonita é o argilomineral de maior abundância no grupo das esmectitas, sendo também o mais utilizado em aplicações industriais. As montmorilonitas, pertencentes ao grupo dos filossilicatos, são caracterizadas pelo seu formato em placas (ou lâminas), constituídas de unidades empilhadas, que compreendem duas folhas tetraédricas de sílica unidas a uma folha octaédrica central de alumina. O empilhamento das placas de montmorilonitas deve-se a forças polares e forças de van der Waals e, localizados nas lacunas existentes entre as placas, estão presentes cátions interlamelares fixos eletrostaticamente (Na^+ e Ca^+ por exemplo), responsáveis por compensar o desequilíbrio de carga ocasionado por substituições isomórficas (GAMA, 2015; SILVA & FERREIRA, 2008; MURRAY, 2007).

A classificação das bentonitas é observada pela presença do cátion interlamelar majoritariamente presente em sua estrutura, e essa característica também define propriedades como sua capacidade de expansão na presença de moléculas de água entre as camadas. Quando o cátion interlamelar é o sódio, sua menor força atrativa entre as lamelas permite a penetração de água entre as lamelas, facilitando a capacidade de expansão do material. Se o cátion

presente é o cálcio, a força atrativa que o cátion exerce não permite um maior afastamento das lamelas, desta forma, a capacidade de intumescimento do material em contato com água é comprometida. Ainda se tratando de definições da bentonita baseada em seus cátions trocáveis, é possível classifica-la como homocatiônica, onde apenas um cátion interlamelar está presente, ou policatiônica, quando não há cátion majoritariamente presente na estrutura do argilomineral (SILVA, 2011; FERREIRA, 2009).

No Brasil, a bentonita encontrada é geralmente policatiônica, tendo como cátion trocável predominante o cálcio, e atualmente a ocorrência do maior volume de reserva deste material está localizada no estado da Paraíba, nos municípios de Cubati e Boa Vista, com destaque para o município de Boa Vista, concentrando aproximadamente 80% das argilas bentoníticas produzidas no Brasil, havendo exploração de argilas consideradas nobres, como verde, chocolate e chocobofo, e passam por tratamentos para se tornarem sódicas a fim de que sejam empregadas em diversas finalidades industriais e em pesquisas científicas (SILVA, 2020; GAMA, 2015). Dentre a grande possibilidade de aplicações da argila bentonita, o emprego deste material é comumente direcionado à fluidos de perfuração, pelletização, fabricação de filtros, fundição, construção civil, cosméticos, tintas, esmaltes e vernizes, cerâmica branca, entre outros (LUZ & OLIVEIRA, 2008).

2.2 Purificação de Argilas

Ao serem encontradas na natureza, é possível observar que associadas às argilas bentoníticas também estão presentes outros tipos de argilominerais, minerais acessórios, matéria orgânica e impurezas, que podem ser prejudiciais quando há a finalidade de obter um produto final com valor tecnológico significativo e que exige alto grau de pureza, a exemplo da incorporação argilas bentoníticas em fármacos, cosméticos, fluidos de perfuração, nanocompósitos poliméricos, e demais campos de aplicação que envolvam processos mais refinados. Para que seja viável utilizar bentonita ou quaisquer argilas de interesse industrial, a etapa de purificação é fundamental por garantir que o argilomineral de maior interesse para o processo se encontre em sua forma mais estável e com suas propriedades conservadas. A presença de contaminantes e minerais residuais na composição da argila bentonita *in natura* afetam sua capacidade de expansão e de troca de cátions, que são propriedades de grande interesse industrial e indispensáveis para etapas que visam o aperfeiçoamento dessas características, como as etapas de ativação e de organofilização (MARQUES, 2018;

CALLEGARO, 2017; CAVALCANTI, 2016; CAVALCANTI *et. al.*, 2014; COSTA *et. al.*, 2012).

Um dos métodos de purificação de bentonitas envolve a centrifugação da argila em suspensão, promovendo a desagregação do material por meio de força centrífuga, a fim de que ocorra a extração de partículas de tamanhos menores. Dentre outros tratamentos utilizados em pesquisas, é possível citar a purificação de argilas por meio de centrifugação e sonicação, avaliando a eficiência dos processos aplicados individualmente ou combinados. A purificação envolvendo hidrociclonagem também se mostrou uma eficiente alternativa na obtenção de um material viável para uso em processos que exigem grau mínimo de impurezas, a exemplo do emprego de argila bentonita em nanocompósitos poliméricos (PEREIRA *et. al.*, 2018; COSTA *et. al.*, 2012; THUC *et. al.*, 2010). O tipo de processo de purificação a ser selecionado está diretamente ligado com a finalidade à qual a argila bentonítica deverá ser aplicada, visto que a depender de sua aplicação o processo poderá ou não se tornar oneroso (CALLEGARO, 2017; ZANINI, 2013).

2.2.1 Ativação de Argilas

O processo de ativação envolve a modificação química do material, a fim de que haja melhoramentos em suas propriedades, aproveitando estes ajustes para o melhor uso do material em diferentes aplicações tecnológicas. O emprego do processo de ativação em argilas bentoníticas permite que haja a potencialização em sua capacidade de troca catiônica, possibilitando também maior interação com a água, garantindo o intumescimento das partículas e evitando a precipitação, podendo ser visto também como benéfico na redução dos tempos de reação (DARÉ *et. al.*, 2015; ZANINI, 2013).

As bentonitas sódicas são amplamente empregadas em pesquisas científicas, bem como em diversas aplicações destinadas ao uso de argilas dessa natureza. Essa escolha decorre do fato de que estas aplicações industriais exigem características específicas que são encontradas em bentonitas sódicas, a exemplo de excelentes propriedades coloidais, bem como capacidade de inchamento, troca catiônica e área superficial, tornando-a um material de grande interesse comercial (MORAIS *et. al.*, 2018; CALLEGARO, 2017).

No Brasil existe uma grande reserva de bentonita, sendo as principais jazidas localizadas no município de Boa Vista – PB. Entretanto, não são encontradas no país argilas bentoníticas cuja natureza é sódica, havendo a necessidade de submeter o material ao processo de ativação, que permite a melhoria de suas propriedades e torna a argila modificada apta ao

uso industrial. O processo de ativação mais utilizado foi desenvolvido e patenteado em 1933 pela empresa *Erbsloh & Co*, na Alemanha, sendo feito através do uso do carbonato de sódio (Na_2CO_3 , também conhecido como “barrilha”). Esse processo permite que haja a troca dos cátions de Ca^+ pelos cátions Na^+ , presentes no carbonato de sódio. Desta forma, a presença de cátions Na^+ entre as lamelas da bentonita modificada irá permitir uma maior penetração de água devido à facilidade de afastamento das camadas que ocorre pela menor força atrativa que o cátion sódio exerce entre elas, o contrário do que ocorre na presença de cátions Ca^+ , que exerce maior força de atração interlamelar, o que acarreta na diminuição da capacidade de inchamento da argila, por exemplo (SILVA *et. al.*, 2017; CAVALCANTI, 2016; TEIXEIRA-NETO & TEIXEIRA-NETO, 2009; SILVA & FERREIRA, 2008; LUZ & OLIVEIRA, 2008).

2.2.2 Secagem via *Spray Dryer*

A técnica de secagem através do *spray dryer* é amplamente utilizada em indústrias de diversos segmentos, a exemplo de indústrias química, bioquímica, alimentícia, cosmética, de corantes, de produtos farmacêuticos, entre outras. Sua ampla possibilidade de aplicação pode ser justificada pela capacidade desta técnica em atender desde os materiais mais resistentes aos que são mais sensíveis ao calor, como materiais que são de origem biológica, por exemplo (MAIA, 2019; MARQUES, 2018).

O material a ser submetido à secagem utilizando *spray dryer*, deve encontrar-se em solução, suspensão ou emulsão, sendo mantido a agitação contínua, a fim de que não haja sedimentação dos sólidos. O material em forma líquida é bombeado até a câmara de secagem e, ao entrar em contato com o bico atomizador, micro gotas que são jateadas no interior da câmara entram em contato com ar quente (cuja temperatura é aproximada ou maior que o ponto de ebulição do solvente), transformando-se rapidamente em um fino pó, logo após o líquido ser evaporado. Partículas sólidas, cuja granulometria e teor de higroscopicidade não permitem que as mesmas sejam arrastadas pela corrente de ar quente, caem e se depositam ao fundo da câmara de secagem, sendo geralmente descartadas. As partículas de menor granulometria ao serem arrastadas pela corrente de ar, passam por um ciclone e são por fim coletadas e armazenadas em um recipiente acoplado ao equipamento (MAIA, 2019; MARQUES, 2018; ENGEL *et. al.*, 2017; KESHANI *et. al.*, 2015).

Dentre as vantagens da técnica, é possível citar seu baixo custo operacional, sendo considerada mais econômica quando comparada às técnicas de liofilização e secagem a vácuo, em decorrência do menor consumo de eletricidade e menor tempo no processo de secagem.

Vale mencionar que o curto tempo de contato entre o produto e o ar quente presente na câmara de secagem pode permitir que o produto obtido não sofra degradação pelo calor, mantendo também propriedades do material que foi submetido à secagem. O produto da secagem por *spray dryer* trata-se de um material em pó estável com resistência à degradação microbiológica, e o conhecimento acerca das variáveis a serem utilizadas neste processo influenciam diretamente nas características morfológicas do produto final (densidade, área superficial, umidade e tamanho de partículas) (SISHIR & CHEN, 2017; ENGEL *et. al.*, 2017; URRUCHURTO *et. al.*, 2013). Masters (1985) apontou concentração, vazão, densidade, viscosidade e temperatura do fluido de alimentação, bem como vazão e temperatura do ar de secagem, como variáveis que influenciam diretamente nas propriedades e qualidade do pó seco obtido através da técnica de secagem por *spray dryer*.

2.3 Uso da argila em tratamentos estéticos e formulações cosméticas

A utilização de minerais como argila com finalidades estéticas e medicinais possui registros desde a pré-história, sendo aplicada sobre a pele para tratamento de feridas, limpeza de pele, máscaras faciais, o que tem acontecido até os tempos atuais (HEIDEMANN & CARVALHO, 2018; DARÉ *et. al.*, 2015).

Com o avanço dos estudos acerca dos minerais, as argilas passaram a ser utilizadas de maneira mais refinada como nas indústrias farmacêutica e cosmética. Agindo como ativo, as argilas podem trazer benefícios como ação cicatrizante, tensora, purificante, e de combate a oleosidade, por exemplo. Quando utilizadas como excipientes, atuam como agentes emulsionantes, espessantes, antiaglomerantes, podendo ser aplicados com funções lubrificantes, adsorventes, desintegrantes, etc (BURITI *et. al.*, 2018; GAMOUDI & SRASRA, 2017; SOUSA, 2017).

Sejam incorporadas como excipientes ou ativos em fármacos e cosméticos, é exigido que a argila atenda a requisitos que promovam a segurança e estabilidade nos produtos, garantindo que sejam inofensivos química e microbiologicamente. Para tanto, o tratamento prévio dos argilominerais é de grande importância a fim de que sejam garantidas a segurança e a pureza necessárias (BURITI *et. al.*, 2018; DARÉ *et. al.*, 2015).

As propriedades cosméticas das argilas são observadas ao avaliar a interação entre os elementos presentes na argila em contato com a pele: oligoelementos ou microminerais (como ferro, zinco, silício, cálcio, etc) penetram na pele em consequência da capacidade de troca

catiônica das argilas, e essa troca iônica ajuda a neutralizar radicais livres, contribuem na permeabilidade celular e na formação de tecidos (DUARTE, 2020; DAVID *et. al.*, 2017).

2.3.1 Funções das argilas em tratamentos da pele

As argilas são encontradas em abundância na natureza, e suas condições geológicas de formação dão origem a uma grande diversidade de espécies de argilas, com cores variadas. As cores das argilas são provenientes dos minerais que estão presentes em suas composições, e a presença desses elementos também pode definir suas funções e benefícios quando aplicados em tratamentos estéticos e como ativos em cosméticos (HEIDEMANN, 2018; AMARAL, 2019; DAVID *et. al.*, 2017).

Dentre as cores de argilas disponíveis cujas funções são conhecidas em tratamentos da pele, segundo Amaral, 2019; Amaral 2017, é possível citar:

- Argila verde ou acinzentada (montmorilonita): utilizada em tratamentos de controle de oleosidade em excesso, presentes em peles acneicas e com seborreia, contribui também no tratamento de manchas;
- Argila branca (silício): é indicada para peles sensíveis e maduras, podendo aliviar irritações e inflamações na pele, possui ação desintoxicante e ajuda na melhoria da aparência de manchas da pele;
- Argila roxa (magnésio): atua como atenuador de sinais e linhas de expressão, por ser considerada um estimulante para a formação de colágeno, tem ação calmante e proporciona o equilíbrio de produção lipídica, evitando o excesso de produção sebácea;
- Argila amarela (potássio): contribui na remoção de células mortas e na melhora da flacidez da pele;
- Argila vermelha (ferro e hematita): estimula a elasticidade da pele a ajuda a reduzir sinais de envelhecimento.

Para obter a base facial com funções de controle de brilho e oleosidade que o presente trabalho propõe, a argila verde se aplica de melhor forma como ativo promovendo esses benefícios, direcionados principalmente a pessoas de pele mista a oleosa com tendência a acne.

2.4 Mercado de Cosméticos

De acordo com dados da Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (ABIHPEC, 2019), no Brasil existem 2.794 empresas deste segmento regularizadas na ANVISA, com aproximadamente 60% situadas na Região Sudeste, 20% na Região Sul, 11% na Região Nordeste, 7,0% na Região Centro-Oeste e 2% na Região Norte, sendo São Paulo o Estado brasileiro com a maior concentração destas empresas, tendo chegado a 42%, segundo o panorama do setor em 2019.

O Brasil ocupa atualmente a 4ª posição no mercado de consumo de produtos de HPPC (Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos), representando 6,2% de participação no consumo mundial, ficando atrás apenas dos Estados Unidos (1ª posição), China (2ª posição) e Japão (3ª posição). Na América Latina, o Brasil representa 48,6% de participação, ocupando o primeiro lugar com o faturamento de US\$ 30,3 bilhões (ABIHPEC, 2019).

Analisando o perfil de consumo de produtos de HPPC no Brasil por categorias, de acordo com o panorama da ABIHPEC do ano de 2019, os produtos que representam o segmento de forma mais significativa são:

- desodorantes, perfumes e produtos masculinos, que ocupam o 2º lugar entre os mais consumidos;
- produtos infantis e de proteção solar, na 3ª posição
- produtos para banho, cabelo e higiene oral, na 4ª posição,
- maquiagem, na 5ª posição;
- produtos depilatórios, na 6ª posição;
- produtos para a pele ocupando a 8ª posição.

É interessante citar que o Brasil se destaca como segundo maior mercado mundial de produtos masculinos, perdendo apenas para os Estados Unidos, conforme dados reportados no Caderno de Tendências SEBRAE-ABIHPEC. A Euromonitor, agência de pesquisa estratégica de mercado, ainda prevê que a América Latina possa vir a liderar o crescimento global do segmento de produtos masculinos até 2021. (ABIHPEC, SEBRAE, 2020).

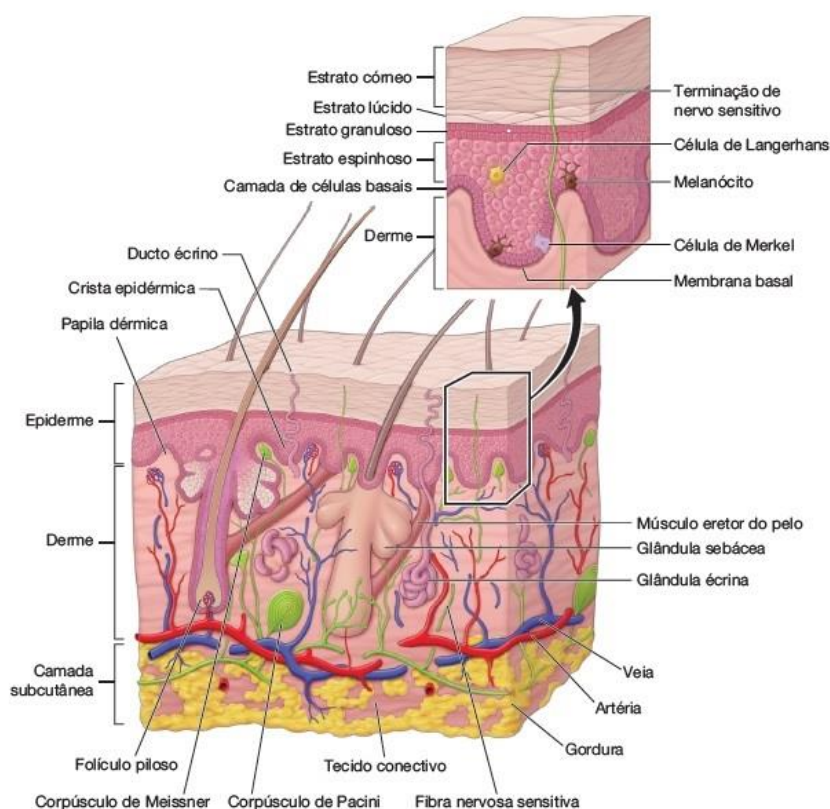
O setor de HPPC, segundo a ABIHPEC (2019), também se destaca positivamente na geração de empregos diretos em indústrias desse segmento, apresentando um crescimento de 4,3% entre os anos de 2017 e 2018.

2.5 Pele

A pele faz parte do sistema tegumentar, juntamente com seus anexos cutâneos (pelos, unhas e as glândulas sebáceas, sudoríparas e mamárias). É considerada com frequência o maior órgão do corpo humano, e compreende cerca de 16% do peso corporal total. Trata-se de um órgão de estrutura complexa, sendo um conjunto de diversos tipos de tecidos: epitelial, conjuntivo, nervoso, muscular e vascular. (MONTANARI, 2016; MELO, 2016; BENY, 2013; VENUS, 2011).

Sua estrutura, mostrada na Figura 1, é constituída pelas camadas de tecido epiderme e derme, e pelo tecido subcutâneo ou hipoderme, que não se trata especificamente de uma das camadas da pele, porém compartilha de muitas funções de proteção da pele. A camada da epiderme é responsável pela proteção da pele de microrganismos, substâncias químicas, traumatismos físicos e ressecamento causado pela perda transepidérmica de água. A derme, camada intermediária, é separada da epiderme pela membrana basal e tem a função de apoio e sustentação à epiderme, contém nervos, receptores sensoriais, vasos sanguíneos, folículos capilares, glândulas sebáceas e sudoríparas. A hipoderme é constituída principalmente de tecido adiposo e tecido conjuntivo frouxo ou areolar, responsável pelo preenchimento de espaço abaixo da derme, contribuindo para reserva energética, protege órgãos de choques mecânicos e atua como um isolante térmico (BENY, 2013; BOHJANEN, 2013; JUNQUEIRA & CARNEIRO, 2008; LIGHT, 2004).

Figura 1 - Estrutura da pele.



Fonte: BOHJANEN, 2013.

2.5.1 Tipos de pele

A variedade de tipos de pele existentes é atribuída a fatores como quantidade de água, de lipídeos e o nível de sensibilidade da pele, que irão influenciar em sua elasticidade, nutrição e resistência (BENY, 2013). Dentre os tipos de pele comumente encontrados, estão:

- **Pele normal:** também chamada de eudérmica, possui como características textura saudável, com aparência lisa e poros pouco aparentes, equilíbrio em termos de hidratação e produção lipídica;
- **Pele seca:** esse tipo de pele é caracterizado pelo baixo teor de hidratação, sendo áspera e com poros minimamente visíveis, baixa produção de secreção sebácea, tendendo a descamar e possuir manchas avermelhadas devido a sua sensibilidade;
- **Pele oleosa:** a grande produção de sebo é uma característica da pele oleosa, seu aspecto é de brilho excessivo, textura mais espessa, apresentando poros dilatados e possui tendência ao aparecimento de acne e comedões;
- **Pele mista:** trata-se da combinação das características da pele oleosa, apresentando poros dilatados e grande produção sebácea na região da testa, nariz e queixo (conhecida por

zona “T”), aliadas a aspectos característicos de pele seca ou normal na região da bochecha extremidades do rosto (SBD, 2020; EURECIN®, 2020; BENY, 2013).

2.5.2 Pele oleosa e com tendência a acne

A pele oleosa é resultado do excesso de produção de sebo secretados pelas glândulas sebáceas. Esse sebo produzido age como uma espécie de “lubrificante” da pele e do cabelo, protegendo do ressecamento, sua ação antibacteriana funciona como uma barreira evita que bactérias presentes na superfície da pele ultrapassem regiões mais profundas. O sebo também atua como um meio de transportar componentes facilmente dissolvidos em gorduras (chamados lipofílicos) como a vitamina E, por exemplo, que possui atributos antioxidantes que atuam nas camadas superficiais da epiderme (MELO & CAMPOS, 2016; LIGHT, 2004).

O aspecto de uma pele oleosa é de uma pele com brilho excessivo e poros dilatados. Pessoas com pele oleosa são as mais comuns a apresentarem características acneicas, e a acne, que acomete cerca de 85% a 100% da população, geralmente ocorre em homens e mulheres durante o período da puberdade, podendo se estender à vida adulta. A acne trata-se de uma condição da pele que afeta regiões da pele que possuem uma maior densidade de folículos sebáceos, como rosto, colo, parte superior das costas e ombros (SAKUMA & MAIBACH, 2012; FIGUEIREDO *et. al.*, 2011; LIGHT, 2004).

Dentre os fatores que acarretam no aparecimento de acne estão a influência hormonal da redução dos androgênios (testosterona, DHEA-S, androstenediona), anomalia na queratinização do folículo piloso, colonização do folículo piloso por microrganismos responsáveis pela alteração dos lipídios do sebo e reações inflamatórias ou imunitárias que liberam vários mediadores inflamatórios. Os indivíduos que apresentam esse quadro geralmente sentem-se incomodados e insatisfeitos com o aspecto da pele, recorrendo a tratamentos estéticos, como limpeza de pele e *peeling*, tratamentos com medicamentos de uso tópico e oral, que visam o equilíbrio da produção de sebo, de oleosidade, minimização de poros e tratamento das imperfeições da pele, como manchas e cicatrizes ocasionadas pelo aparecimento da acne (RODRIGUES *et. al.*, 2019; MELO & CAMPOS, 2016; SAKUMA & MAIBACH, 2012).

2.6 Histórico da Maquiagem

A história do surgimento das primeiras maquiagens é datada por volta de 1,5 milhão de anos, de acordo com a literatura, através do uso de matérias-primas naturais com função de camuflagem, para assustar possíveis ameaças e cultuar deuses, atividades estas realizadas pelos seres humanos das cavernas, especificamente os que praticavam caça e eram guerreiros. No entanto, foi no Egito que a utilização de maquiagens começou a ser aplicada de forma recorrente para fins estéticos e de proteção à pele (SOUZA & MACHADO, 2019).

Apesar da maquiagem ser bastante difundida através do tempo como item voltado diretamente à função de embelezamento, pesquisas mostram que o uso de maquiagem influencia não só na questão estética como também no âmbito comportamental (KORICHI *et al.*, 2008). A maquiagem corretiva com a finalidade de disfarçar cicatrizes foi mencionada em pesquisas como uma das alternativas não cirúrgicas que podem melhorar a autoestima de pacientes que sofreram danos na derme, seja por infecção, trauma ou alguma cirurgia, cujas cicatrizes evidentes trouxeram impactos psicológicos, como baixa autoestima, isolamento, entre outros fatores (SIDLE & DECKER, 2011). Estudo similar foi divulgado recentemente apontando o uso da técnica de maquiagem corretiva como alternativa benéfica para questões psicológicas referentes à autoimagem em participantes com melasma, rosácea e acne (FREITAS & MEDEIROS, 2018).

Atualmente, a busca pela boa aparência e saúde da pele, aliada à facilidade de acesso a informações sobre a infinidade de produtos cosméticos disponíveis no mercado, têm dado origem a consumidores melhor informados e mais exigentes acerca de produtos de maquiagem, fazendo com que empresas visem investir em tecnologias para desenvolvimento de produtos cujas funções atendessem a mais de uma necessidade do consumidor. Sob essa perspectiva, as indústrias constantemente se reinventam do desenvolvimento de novos produtos, a exemplo dos produtos multifuncionais, como protetores solares com função de proteção aliada à ação antioleosidade ou efeito de uniformização da tonalidade da pele, produtos de maquiagem que podem ser usados como sombra, *blush* e iluminador, e bases faciais multibenéficas (como *BB cream* e *CC cream*) que prometem disfarce óptico de poros, hidratação da pele, proteção solar e uniformização e cobertura de imperfeições em um único produto (ABIHPEC, SEBRAE, 2020).

2.6.1 Base Facial

Base facial trata-se de um produto cosmético cuja finalidade é promover na pele a cobertura parcial ou total de imperfeições, proporcionando uma aparência de uniformidade na cor da pele. Apesar de serem encontradas também em versões em pó, as mais conhecidas são emulsões O/A (o meio dispersante é o aquoso), compostas de pigmentos insolúveis e diversos agentes, como espessantes, hidratantes e opacificantes (SOUZA; DI SERIO *et. al*, 2019).

O Quadro 1 mostra os componentes básicos que se encontram em formulações de emulsões.

Quadro 1 - Exemplo de composição básica de uma emulsão.

COMPONENTE	CONCENTRAÇÃO (% Peso/Peso)
Água	q.s.p. 100
Reguladores de viscosidade	2 – 6
Espessantes	0,5 – 1,5
Umectantes	1 – 3
Emulsionantes	0,2 – 1
Emolientes	0,5 – 2
Agente quelante	0,05 – 0,15
Ativos	0,5 – 2
Regulador de pH	conforme o pH desejado
Conservantes	de acordo com a RDC nº 29/2012*
Fragrância	0,3 – 0,8

* Resolução de Diretoria Colegiada - RDC Nº 29, DE 1 DE JUNHO DE 2012, determinada pela ANVISA.

Fonte: AMIRALIAN & FERNANDES, 2018.

Para o desenvolvimento de uma base facial, parte-se do princípio de que há a presença dos componentes de uma emulsão convencional exibidos no Quadro 1, mas deve-se atentar ao fato de que a base facial é um produto que promove cobertura de imperfeições e uniformização da pele. Portanto, devem ser adicionados pigmentos em proporções adequadas para criar tonalidades diversas de pele existentes. Quando se trata de uma base facial multibenefícios, por exemplo, faz-se necessário também a presença de componente ativo empregado a fim de causar o benefício de interesse (controle de brilho, oleosidade, minimização de poros, entre outros), bem como é possível adicionar vitaminas, que contribuem para garantir aspectos desejados para a pele não só durante o uso do produto como também a curto ou longo prazo. Para tanto, devem haver ajustes nas concentrações dos demais componentes de uma emulsão

e até mesmo adição de novos componentes, a exemplo dos antioxidantes, garantindo a estabilidade da emulsão formada com objetivo de obter uma base facial.

Cada matéria-prima selecionada para a formulação de uma base facial atua com uma determinada função para o produto final. Os agentes mais comuns encontrados em composição de uma base facial, bem como suas funções na formulação cosmética, são mencionados a seguir:

- a) antioxidante: um antioxidante pode atrasar o processo de oxidação de ingredientes com teor de gordura, como óleos, manteigas e vitaminas, prevenindo assim que eles percam suas funções ativas na formulação e não se degradem, pois, a degradação desses componentes pode liberar radicais livres, que são prejudiciais à saúde;
- b) ativo: o ingrediente adicionado em uma formulação como ativo trata-se de uma substância que irá ser responsável a promover os maiores benefícios à pele previstos pela formulação, satisfazendo alguma necessidade da pele (promovendo hidratação, ação antienvelhecimento, controle de brilho ou de oleosidade, etc);
- c) conservante: tem a função de manter a formulação segura de danos ocasionados pela ação de microrganismos nos processos de desenvolvimento e estocagem do produto, protegendo também o consumidor de riscos de contaminação causada durante o uso do produto;
- d) emoliente: a função de um emoliente em uma formulação cosmética é de promover a sensação de hidratação da pele, bem como restaurar danos causados pelo seu ressecamento, como a perda da oleosidade;
- e) emulsionante: um agente emulsionante ou emulsificante permite a miscibilidade dos componentes da formulação, promovendo uma mistura estável e homogênea;
- f) espessante: trata-se de uma substância utilizada em formulações com o intuito de aumentar sua viscosidade e estabilidade;
- g) pigmento: os pigmentos são agentes colorantes, que podem ser solúveis em fases oleosas ou aquosas e conferem cor ao material em que são incorporados. A mica na maquiagem, também considerada pigmento, trata-se de um pó que não introduz cor, mas é responsável pelo efeito luminoso encontrado em diversas maquiagens, como sombras, *blushes*, iluminadores, bases faciais, entre outros;
- h) quelante: agentes quelantes podem reduzir reações indesejadas de metais pesados presentes na formulação cosmética, tais como alteração de cheiro em fragrâncias e de tonalidade em produtos, contribuindo para a estabilidade do produto;

- i) solubilizante: os solubilizantes permitem uma interação mais intensa de componentes hidrofílicos e hidrofóbicos na formulação cosmética;
- j) umectante: agentes umectantes, por serem substâncias hidrofílicas, tornam-se uma espécie de “película de proteção” contra a perda de umidade da mesma;
- k) vitamina: vitaminas, a exemplo do D-pantenol, são de grande importância para a pele, mantendo sua umidade natural. O D-pantenol contribui para o equilíbrio da pele, sendo um conhecido agente contra o envelhecimento precoce.

Enquanto emulsão, as bases faciais são cosméticos conhecidos por se tratarem de produtos de maior complexidade em termos de desenvolvimento de formulação, em detrimento da grande quantidade de ingredientes e etapas que devem ser minuciosamente seguidas a fim de que não se comprometa qualidade do produto final. A estabilidade da emulsão, podendo ser A/O (fase aquosa inserida em fase oleosa) ou O/A (fase oleosa inserida em fase aquosa), deve ser garantida em uma base facial desde antes de inserir os pigmentos responsáveis pela sua tonalidade, até o final da sua vida útil. Para tanto, o estudo de fatores que possam comprometer a estabilidade da formulação, bem como o conhecimento de ingredientes que ajudem a manter o produto estável, são de fundamental importância (TSOLIS, 2016; FRANZOL & REZENDE, 2015). Dentre os fatores que são fundamentais para a estabilidade de uma emulsão, é possível citar composição da proporção entre água, óleo e concentração de emulsionantes inseridos na formulação, também fatores mecânicos, como o equipamento a ser utilizado no desenvolvimento da formulação e a velocidade de agitação (AMIRALIAN & FERNANDES, 2018).

2.6.2 Estabilidade físico-química de bases faciais

Uma base facial considerada apta para uso reúne diversas características, como fácil aplicação, cobertura de imperfeições eficiente e de maneira uniforme, textura agradável, boa aderência à pele, entre outros atributos. Além dos atributos já esperados desse produto, é importante mencionar a adição de mais componentes que tragam um diferencial à base, tornando-a não só um produto com função de embelezamento, como também que promove benefícios à pele, a exemplo da adição de vitaminas, agentes hidratantes, eliminadores de radicais livres e filtros UV. A junção de todas essas características torna a base facial além de um produto bastante interessante para aquisição, uma formulação desafiadora de ser desenvolvida, apresentando um alto grau de dificuldade ao reunir todas essas peculiaridades e

manter ainda a formulação estável durante toda a vida útil do produto (TSOLIS & CASTRO, 2016; KORICHI & TRANCHANT, 2014).

A preocupação com a estabilidade de uma formulação de base facial se dá desde que a emulsão se encontra na fase de adição dos pigmentos que conferem a tonalidade de pele desejada, sendo de grande importância o equilíbrio nas interações que envolvem fases aquosa e oleosa, emulsificantes, formadores de películas e pigmentos que compõem a formulação. Faz-se necessário também o conhecimento prévio do formulador acerca dos componentes ideais a serem empregados em uma formulação, bem como as variáveis presentes em seu desenvolvimento, conhecendo suas características e a influência das combinações entre eles, a fim de obter um produto final estável e seguro para aplicação (TSOLIS & CASTRO, 2016; FRANZOL & REZENDE, 2015).

2.6.3 Controle de qualidade microbiológica de bases faciais

Por se tratar de produtos que estão em contato direto com a pele, bases faciais, e cosméticos de uso tópico em geral devem ser rigorosamente analisados e testados antes de ir às prateleiras, certificando-se que os mesmos não oferecem os chamados “riscos cosméticos”, como irritação, sensibilização, sensações de desconforto durante o uso e efeito sistêmico (ANVISA, 2012). É importante citar que dentre os riscos estão a utilização de produtos fora do prazo de validade, produtos com perda de estabilidade de formulação, armazenados em recipientes inadequados e que tenham sofrido algum tipo de contaminação durante o seu processo de fabricação.

Desde a seleção das matérias primas até chegar ao produto acabado, existem grandes riscos de haver contaminação microbiana. Produtos cosméticos possuem composições complexas e sua constituição é rica em nutrientes podem favorecer o crescimento de microrganismos. A contaminação microbiológica em cosméticos ocasiona alterações visíveis das características físicas do produto, perda da função dos agentes ativos presentes na formulação e graves problemas à saúde do consumidor. Para tanto é estritamente necessário o controle de qualidade microbiológica desses produtos, que visa a garantia da segurança, eficácia e desempenho adequado dos mesmos (FAVERO *et. al.*, 2016; GOMES *et. al.*, 2015; YAMAMOTO *et. al.*, 2004).

2.7 Estado da arte

Estudos recentes procuram explorar as propriedades das argilas com finalidade de compreender seus benefícios quando aplicados em formulações de fármacos e cosméticos, apresentando descobertas significativas para ampliar as discussões sobre aplicação de argilas nas indústrias desse segmento.

Sousa e colaboradores (2021) avaliaram a possibilidade de aplicação de argila bentonita cálcica aliada a rejeitos de rochas ornamentais para fins cosméticos. Foram preparadas duas diferentes composições envolvendo rejeitos de rochas ornamentais e argila bentonita cálcica, sendo uma composição apresentando maior quantidade de bentonita, e outra contendo os rejeitos em maior proporção. As composições foram submetidas a análises de pH, teor de umidade, densidade absoluta, fluorescência de raios X (FRX) e análise microbiológica. Os resultados expostos mostraram que a incorporação onde a maior quantidade de argila bentonita cálcica presente obteve características mais atraentes quando comparada com a que continha maior quantidade de rejeito na composição, apresentando valor de pH menos alcalino, a densidade que favorece a formação de uma suspensão contínua e total como a conformidade com os parâmetros do controle microbiológico. Os resultados positivos mostram a grande possibilidade de aplicação da argila bentonita não só em procedimentos estéticos e terapêuticos, mas também em formulações cosméticas.

A argila encontrada no Lago Zeiļu, na Letônia, foi objeto de estudo de Misina e colaboradores (2020), visto que os depósitos de argila deste país possuem potencial para aplicação em produtos cosméticos. Por não haver estudos relacionados a influência da argila do Lago Zeiļu sobre a pele, avaliados a elasticidade da pele, hidratação, perda de água transepidérmica e pH, utilizando o sistema de análise da pele DermaLab (Tecnologia Cortex) em peles de 30 participantes no período de 3 semanas. A amostra proveniente do Lago Zeiļu contém fases cristalinas típicas de argila, apresentando illita, caulinita, rocha formando minerais como quartzo, dolomita, calcita, plagioclásio (da família dos feldspatos), albita e enstatita. Ao avaliarem a argila concluíram que em termos de conteúdo mineralógico e granulométrico, área de superfície específica e capacidade de adsorção, a amostra estudada é adequada para aplicação em uso cosmético e tratamentos médicos. Os resultados da análise microbiológica mostraram que o conteúdo biológico e químico da argila do Lago Zeiļu cumpre os requisitos referentes à Norma Europeia para cosméticos RE a limites microbiológicos. Os testes em longo prazo (3 semanas), realizados em participantes, evidenciaram uma influência significativa da argila do lago em termos de elasticidade e hidratação da pele.

Chakraborty e colaboradores (2019) introduziram argila bentonita em uma matriz polimérica composta também de álcool polivinílico e amido de polímero natural. A mistura

desses componentes foi funcionalizada com nanopartículas de ouro, prata e óxido de zinco, sendo posteriormente preparados através do método de fundição de solução. Os filmes preparados e a dispersão das nanopartículas foram submetidos a análise de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia UV-vis. Foram estudadas também as propriedades mecânicas e estabilidade térmica, apresentando resultados positivos. Os compostos foram incorporados em formulações de máscaras faciais, mostrando boa estabilidade física no decorrer de 12 semanas de estudo. Ao avaliar os parâmetros sensoriais, os resultados mostraram uma melhoria das propriedades do produto reforçado com a mistura das nanopartículas quando comparadas com a máscara pura, e não apresentaram sinais de possíveis irritações na pele antes durante o uso. Os resultados mostraram-se favoráveis ao uso dessas composições estudadas a fim de potencializar as propriedades propostas em formulações em máscaras faciais.

Uma bentonita proveniente do distrito de Cerro Largo, no município de Melo, norte do Uruguai, foi estudada por Favero e colaboradores (2019) visando o uso de suas potencialidades em aplicações cosméticas. A bentonita Melo foi submetida à caracterização, análises de distribuição granulométrica, área superficial e também foi avaliado o conteúdo microbiano da argila *in natura*. Foram preparadas duas suspensões de calamina, uma suspensão contendo a bentonita de Melo e a outra contendo em igual concentração uma argila bentonítica já amplamente conhecida em uso comercial como agente suspensor (Veegum® HS). As suspensões foram analisadas através dos testes de taxa de sedimentação, viscosidade e determinação do pH. Os resultados obtidos através da caracterização físico-química mostraram que a argila encontrada em Melo possuía composição química e características compatíveis com a bentonita usada comercialmente. Com a avaliação microbiológica da bentonita Melo observaram que a argila apresentava limites aceitáveis para produtos cosméticos, conforme as especificações da legislação brasileira, porém continha uma bactéria patogênica, sendo preciso submeter a bentonita Melo a processo de descontaminação antes de inseri-la em formulações. Como agente suspensor, a bentonita Melo apresentou melhores resultados em comparado com a bentonita comercial, porém com viscosidade inferior. Ambas as suspensões apresentaram comportamento não newtoniano e fluxo pseudoplástico. O pH da amostra que continha bentonita Melo encontrava-se em um valor mais próximo ao neutro quando comparada à amostra contendo a bentonita de uso conhecido comercialmente. O conjunto de resultados obtidos no trabalho mostrou o potencial da bentonita Melo semelhante ao da argila bentonita comercial, sendo possível a sua aplicação em produtos cosméticos.

A bentonita de Melo também foi alvo de estudos de Filippini (2019), que tinham como objetivo avaliar as características físico-químicas da argila, e sua possível influência como ativo em formulação cosmética de máscara facial com finalidade secativa e clareadora. A argila passou por processo de descontaminação com calor seco, sendo submetida à temperatura de 120 °C por um período de 24h, antes de ser introduzida como ativo nas formulações desenvolvidas. As formulações passaram por ensaios de estabilidade acelerada e tiveram suas propriedades organolépticas, pH e espalhabilidade avaliados no período de 90 dias. Os resultados mostraram que o método de descontaminação por calor seco foi eficiente para manter a argila microbiologicamente segura e em conformidade com os parâmetros exigidos na legislação. Os ensaios de estabilidade revelaram uma formulação homogênea, com características organolépticas adequadas, pH dentro da faixa aceitável na formulação e boa espalhabilidade de produto, inclusive quando comparada com amostra de produto de semelhante proposta no mercado. Os resultados corroboram com o potencial da bentonita de Melo para ser aplicado como ativo em formulações cosméticas.

O objetivo dos estudos realizados por Cavalcanti e colaboradores (2018) visou estudar argilas bentoníticas do estado da Paraíba para fins cosméticos, com foco no desenvolvimento de formulação de pó mineral para maquiagem. As argilas em estado natural e organofilizada foram submetidas à caracterização físico-química, apresentando potencial para aplicação em cosméticos. Foram desenvolvidas 6 formulações de pó facial contendo 50% de uma das argilas estudadas em composição, e o restante da formulação trata-se de diferentes proporções de componentes minerais. As formulações desenvolvidas foram submetidas a diferentes temperaturas, mantendo-se estável em todas as condições térmicas em que foram expostas. Foi utilizado o método *in vitro* utilizando membrana corioalantóide do ovo da galinha a fim de investigar probabilidade oftálmica durante o uso da formulação desenvolvida. Os resultados das análises de controle de qualidade toxicológico e microbiológico mostraram que as características físico-químicas das amostras avaliadas se apresentaram estáveis, não apresentando citotoxicidade nas formulações, obtendo também resultados microbiológicos que confirmaram a ausência de bactérias, tornando as formulações desenvolvidas seguras para uso.

Dardir e colaboradores (2018) avaliaram a aplicabilidade de argilas bentonitas recém-descobertas no Egito em cosméticos e fármacos, e também avaliar a viabilidade do uso da argila como carreador do fármaco Praziquantel, um medicamento utilizado para tratar infecções causadas por parasitas. Amostras de bentonitas pura, purificada e purificada ativada por álcalis foram caracterizadas e os resultados obtidos mostraram que as propriedades

mineralógicas e geoquímicas das 3 amostras combinam com o encontrado na bentonita de *Wyoming*. As propriedades químicas e outras propriedades como área superficial, porosidade e distribuição granulométrica garantem a aplicabilidade da bentonita para uso em formas de pó, emulsão e cremes. Foi possível constatar também que as amostras brutas e purificadas possuíam propriedades farmacopéicas que se adequavam para aplicação em produtos farmacêuticos e cosméticos, mostraram-se isentas de patógenos microbianos e estavam aptas a atuar de forma eficiente como transportadores do fármaco Praziquantel.

Um estudo realizado por Silva-Valenzuela e colaboradores (2018) avaliou uma amostra de argila esverdeada proveniente de Vitória da Conquista, município localizado no estado da Bahia, com a finalidade de verificar sua aplicabilidade na área cosmética. A amostra de argila bruta foi submetida ao processo de beneficiamento, e após passar pelas etapas agitação, centrifugação e secagem em estufa, a argila bruta foi dividida em três frações de diferentes granulometrias. A argila bruta e as demais frações granulométricas foram caracterizadas a fim de observar as propriedades físicas e químicas e avaliar a possibilidade do uso das argilas em produtos cosméticos. Ao analisar os resultados foi observado que as frações granulométricas possuem esmectita e caulinita em sua composição, apresentando também resultados positivos quanto à capacidade de inchamento, de absorção de óleo, segurança microbiológica e inércia química, características que apresentam um bom potencial para aplicação das amostras em aplicações cosméticas e em fármacos, sendo as amostras de menor fração granulométrica (9,4 e 10,0 μm) – dentre as 4 estudadas – as que possuem potencial de maior relevância para o uso proposto no trabalho.

Favero (2016) realizou a caracterização físico-química de 4 tipos de argila provenientes de resíduos de extração de areia de mineradoras de regiões do interior do estado de São Paulo, sendo a argila I extraída da região do Leme, a II de Ibiúna e as argilas III e IV da região de Mogi Guaçu. Foram propostos dois métodos de descontaminação das argilas, um consistia em associar álcool 70 ° GL e calor seco, o segundo método usava apenas o calor seco a 120 °C, e posteriormente a carga microbiana foi avaliada. As argilas foram incorporadas em formulações de gel hidrofílico e emulsão não iônica, e posteriormente submetidas ao teste de estabilidade acelerada, avaliando por 90 dias características organolépticas, pH, espalhabilidade, viscosidade, resistência à centrifugação e diâmetro de partículas. Apenas as formulações que apresentaram os resultados mais relevantes passaram pelo teste de irritabilidade dérmica *in vivo*. Os testes de estabilidade mostraram que os géis hidrofílicos tiveram melhores resultados em todas as condições testadas e, quando submetidos ao teste de irritabilidade dérmica, não apresentaram riscos de irritabilidade, sendo viável o uso das 4

argilas testadas em aplicações cosméticas. A argila III se destacou por apresentar os resultados mais relevantes em termos de composição mineralógica (presença de caulinita, illita e esmectita), contendo maior concentração de silício, que contribuiu para uma melhor aderência da formulação à pele.

Em seu trabalho, Corrêa (2013) trouxe propostas de modificação estrutural com a finalidade de obter fotoprotetores mais eficientes e seguros. As modificações envolveram o preparo de novos ativos fotoprotetores, utilizando os filtros solares octil-dimetil-PABA e dióxido de titânio intercalados em montmorilonita sódica. Os resultados mostraram que os nanosistemas formados por dióxido de titânio exibiram respostas promissoras como ativos fotoprotetores. A presença do dióxido de titânio na composição é capaz de esfoliar a argila sem alterar sua estrutura cristalina. Apesar do nanosistemas formados não terem apresentado grande proteção contra os efeitos letais da radiação UVB, houve uma redução drástica no número de mutantes induzidos pela radiação UV, superando a proteção, contra os efeitos mutagênicos, mostrando que o estudo trouxe relevantes informações e propostas de desenvolvimento de novos ativos de fotoproteção que possuam maior eficácia e segurança.

2.8 Análise Crítica

A utilização de argila bentonita tem se mostrado cada vez mais diversa, tendo em vista não só suas propriedades amplamente discutidas, como também pela possibilidade de potencializar características encontradas no material através de processos cujas aplicações são bastante conhecidas na comunidade científica, a exemplo de fluidos de perfuração, uso de argilas em nanocompósitos poliméricos, construção civil, cerâmicas avançadas, entre outros. Apesar do uso da argila em tratamentos estéticos e em formulações cosméticas já ser algo conhecido e ter se mostrado eficaz e com grande possibilidade de ampliação e incorporação em diversos produtos desse segmento, ainda é possível constatar que há uma quantidade escassa de trabalhos científicos que visam estudar mais a fundo não só o desenvolvimento de formulações e testes de estabilidade e aceitação de produtos cosméticos que envolvam o uso de argilas, mas também mostrar resultados através de metodologias reprodutíveis e avaliar sua eficácia quando incorporadas em formulações, sejam como ativos ou excipientes.

É interessante incentivar o interesse para discussões futuras acerca de formas de aplicação de argilas em campos pouco explorados, a fim de que seja possível desencadear novas pesquisas visando o estudo deste material cujas propriedades têm se mostrado cada vez mais interessantes e flexíveis, a exemplo do seu uso em produtos cosméticos.

No tópico de revisão da literatura foi apresentado o conceito de argila bentonita, o nome atribuído a qualquer argila constituída majoritariamente pelo mineral esmectita. No Brasil, a bentonita encontrada é geralmente policatiônica, tendo como cátion trocável predominante o cálcio. A fim de introduzir a bentonita em aplicações industriais, a etapa de purificação é fundamental por garantir que o argilomineral de maior interesse para o processo se encontre em sua forma mais estável e com suas propriedades conservadas, uma vez que a presença de contaminantes e minerais residuais afetam sua capacidade de expansão e de troca de cátions, propriedades de grande interesse industrial e indispensáveis para etapas que visam o aperfeiçoamento dessas características, como as etapas de ativação e de organofilização.

Visto que a argila bentonita encontrada no Brasil é predominantemente de natureza cálcica, é necessário submeter o material ao processo de ativação, permitindo a melhoria de suas propriedades e tornando a argila modificada apta ao uso industrial. O processo de ativação que utiliza o Na_2CO_3 permite que haja a troca dos cátions de Ca^+ pelos cátions Na^+ , e a presença de cátions Na^+ entre as lamelas da bentonita modificada permite maior penetração de água devido à facilidade de afastamento das camadas em decorrência da menor força atrativa que o cátion sódio exerce entre elas, característica de grande importância para permitir uma melhor interação da argila com os demais componentes de uma formulação cosmética.

Foi abordado também formas de uso da argila em tratamentos estéticos e formulações cosméticas, onde foi mostrado diferentes tipos e cores de argilas conhecidas nesse segmento e qual função cada uma delas possui para trazer benefícios para pele. A fim de introduzir os tópicos seguintes mais aprofundados em maquiagem, inicialmente foi exposto um panorama atual de consumo de produtos cosméticos e maquiagem propriamente dita, mostrando que o Brasil tem destaque no ranking mundial de consumo.

Os tópicos seguintes abordaram estrutura da pele, tipos de pele e o comportamento do tipo de pele de interesse do trabalho: a pele oleosa e com tendência a acne. A revisão foi concluída expondo um breve resumo do histórico da maquiagem, conceito de base facial e cuidados envolvendo estabilidade e controle de qualidade microbiológica deste produto.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

A escolha de materiais refere-se às duas partes em que o presente trabalho se divide: a primeira é relacionada aos processos de purificação da argila foi desenvolvido no Laboratório de Purificação e Aspersão de Materiais Argilosos – LAPAMA (CT – UFPB), e a segunda referente ao desenvolvimento da formulação cosmética contendo a argila bentonita e o estudo sobre seus benefícios na pele foi desenvolvida no Laboratório de Tecnologia Cosmética - LTC (CT- UFPB).

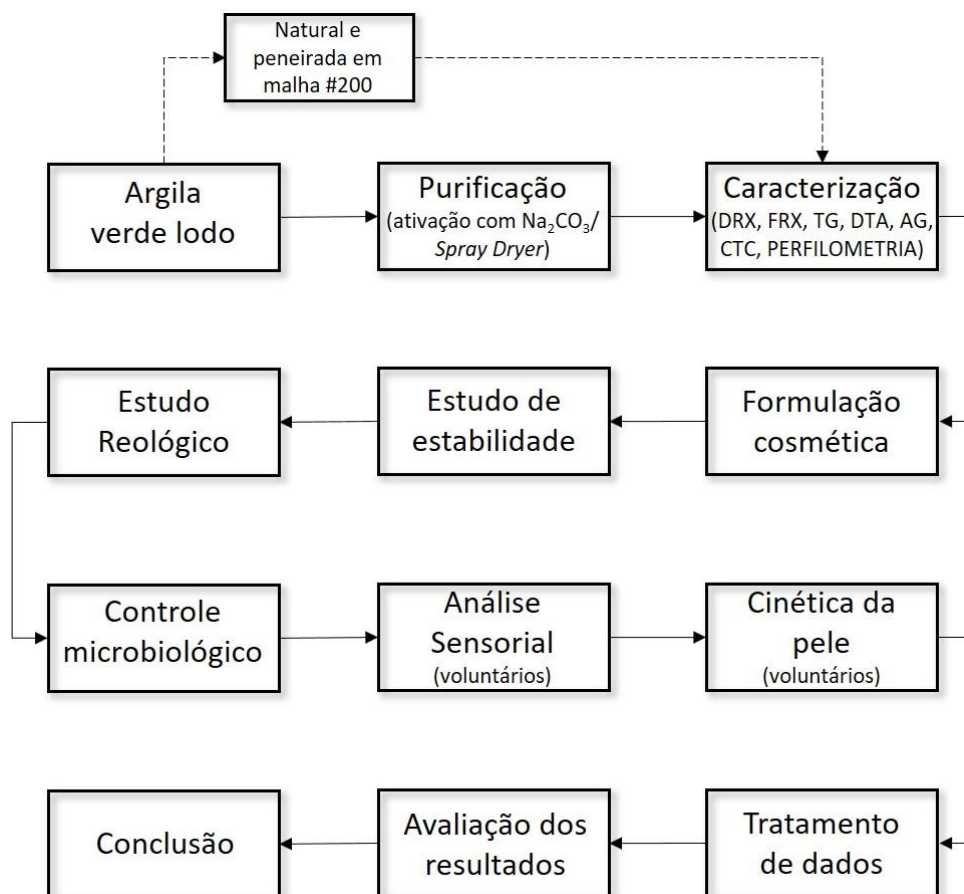
3.1.1 Etapa de purificação da argila

- Argila verde lodo – argila bentonita, cálcica, policatiônica, encontrada no município de Boa Vista, na Paraíba;
- Carbonato de Sódio (Na_2CO_3), Peso Molecular 105,99 g/mol;

3.2 Etapas desenvolvidas durante a pesquisa

A Figura 2 mostra o fluxograma de atividades realizadas durante todo o período de desenvolvimento da pesquisa.

Figura 2 - Fluxograma de atividades da pesquisa.



Fonte: Imagem da autora.

3.2.1 Processo de purificação da Argila Bentonita Verde Lodo

Para a purificação da argila, inicialmente foram adicionados, em um volume de 500 ml de água destilada, o equivalente a 3% de argila, a mistura passa por um processo de agitação, utilizando o Agitador Mecânico para Dispersão de Solos, modelo MA 147 da marca Marconi. A agitação durou 20 minutos, com velocidade de aproximadamente 18000 rpm. Após a agitação, a mistura argila + água foi posta em repouso por um período de 24 h.

O líquido da mistura, após o repouso de 24h, apresenta uma divisão de fases, sendo então necessária uma breve agitação de 5 min antes de ser levado à Lavadora Ultrassônica da marca *Eco-Sonics*. A suspensão permaneceu por 20 minutos na lavadora ultrassônica, e sua finalidade consiste em reduzir o tamanho das partículas da argila e promover separação de grãos de maior tamanho presentes no material. A Figura 3 mostra a diferença da mistura argila + água após ser submetida à agitação em lavadora ultrassônica (à esquerda) e antes de passar

pelo processo (à direita). É possível observar no erlenmeyer à esquerda que as partículas de maior granulometria se encontram desagregadas.

Figura 3 - Comparativo da mistura Argila + Água após agitação por lavadora ultrassônica (esquerda) e antes de ser submetida ao processo.



Fonte: Imagem da autora.

A etapa seguinte consistiu em levar o material que passou pela lavadora ultrassônica à etapa de centrifugação, onde ao fim do processo, a suspensão purificada é levada ao armazenamento e ao fundo do recipiente ficam depositadas as impurezas, como é possível observar na Figura 4 a seguir:

Figura 4 - Presença de impurezas depositadas ao fundo do recipiente após a etapa de centrifugação.



Fonte: Imagem da autora.

O equipamento utilizado no processo de centrifugação foi a Centrífuga de Bancada da marca *SP LABOR*, na qual a suspensão foi submetida à rotação de 700 rpm no intervalo de 1 min, com tempos de aceleração e desaceleração de 20 e 30 s, respectivamente. O processo de purificação acima descrito foi repetido até ser possível armazenar um volume de 40 L do material.

3.2.1.1 Retirada do Ferro

Todo o volume foi submetido ao processo de retirada de ferro da amostra, no qual os 40L contidos no recipiente foram submetidos à agitação de 180 rpm, e a remoção do ferro foi feita com o auxílio de um ímã de alto potencial magnético. O processo de remoção do ferro durou 10 h, e a cada 1h o ímã era retirado da amostra, o excesso de ferro depositado no ímã era retirado, sendo logo em seguida adicionado ao recipiente. A Figura 5 mostra o ímã contendo ferro depositado em sua superfície durante o processo de retirada de ferro do material.

Figura 5 - Ímã de alto magnetismo utilizado no processo de retirada do ferro do material.



Fonte: Imagem da autora.

3.2.1.2 Ativação com Na_2CO_3 e secagem por *Spray Dryer*

O processo de ativação da argila foi feito a úmido no volume armazenado da suspensão obtida através da primeira etapa do processo de purificação. O carbonato de sódio (Na_2CO_3) foi adicionado em uma concentração de 0,2 g/ml ao volume de 40 L de suspensão, já estava

mantida sob agitação a 200 rpm. A agitação mecânica foi continuada por um breve período a fim de obter a homogeneização do carbonato de sódio com o material, e posteriormente a mistura foi posta em repouso por um período de 24 h para que em seguida fosse realizada a etapa de secagem via *Spray Dryer*. Após este período, a suspensão foi levada ao *Spray Dryer*, sendo submetida ao processo de secagem, utilizando vazão da bomba de 5 L/h, vazão do soprador de 2,4 m³/min, temperatura de entrada de 140 °C, temperatura de saída de 76 °C, e a suspensão mantida sob agitação constante a 250 rpm. O processo de secagem foi feito com o *Spray Dryer* LM SD 5.0, da LabMaq, teve uma duração de 8 h, obtendo um rendimento de 72,3%, com 867,33 g de argila purificada. O produto da secagem passou por esterilização em estufa a 110 °C por um período de 24 h.

Todos os processos foram realizados na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), sendo a primeira etapa da purificação realizada no Laboratório de Purificação e Aspersão de Materiais Argilosos (LAPAMA) e os demais processos de retirada do ferro, ativação por Na₂CO₃ e secagem via *spray dryer* realizados no Laboratório de Materiais Cerâmicos.

3.2.2 Caracterização físico-química

3.2.2.1 Análise Granulométrica (AG)

O ensaio realizado para avaliar a granulometria das argilas *in natura* e purificada foi feito através do analisador de tamanho de partícula por difração a laser, bastante utilizado por sua rapidez e precisão. A obtenção da distribuição do tamanho de partículas através desta técnica pode ser realizada em dispersões secas ou úmidas. O instrumento de análise por difração a laser atua através da medição da intensidade da luz que é espalhada à medida em que um feixe de laser interage com a amostra.

As partículas da amostra a ser analisada são direcionadas em suspensão onde o fluido encontra-se em movimento, e a captação da granulometria da amostra se dá através do feixe de laser incidente no material de estudo, gerando o resultado esperado através do espalhamento e absorção de luz, provocado pela partícula. Os grãos são captados através da medição da quantidade de luz que foi perdida ao passar pela amostra, este é conhecido como obscuração, e seu valor dado em porcentagem.

O instrumento utilizado para a análise granulométrica das amostras de argila natural e ativada foi o Analisador de Tamanho de Partícula 1090, do fabricante CILAS. De acordo com dados do próprio site do fabricante, o instrumento oferece uma larga escala de medidas de

tamanho de partícula, proporcionando uma escala de 0,04 a 500 μm , por via úmida ou seca. Para o presente trabalho, as amostras foram dispersas em água e o período de análise durou cerca de 1 minuto. As análises foram realizadas no Centro de Tecnologia (CT) da Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

3.2.2.2 Análise Termogravimétrica (TG)

A Termogravimetria é uma técnica que mede as mudanças na massa de uma determinada amostra em função de um gradiente de temperatura. O material é levado a um forno, e sua variação de massa é monitorada através de um equipamento chamado termobalança (LENG, 2013).

As amostras foram analisadas na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), utilizando o equipamento DTG-60H da *Shimadzu*, que permite realizar as análises Termogravimétrica (TG) e Térmica Diferencial (DTA) de forma simultânea. Para a análise, foi utilizado um suporte de amostra de alumina, atmosfera de ar com vazão de 50 mL/min, aquecimento até 1000 °C, com razão de aquecimento de 12,5 °C/min.

3.2.2.3 Análise Térmica Diferencial (DTA)

A técnica de Análise Térmica Diferencial realiza uma medição contínua das temperaturas da amostra e de um material termicamente inerte, chamado de material de referência (IONASHIRO, 2004). O sinal obtido do equipamento é proporcional à diferença de temperatura estabelecida entre as temperaturas da amostra (T_a) e do material de referência (T_r), desta forma: $\Delta T = T_a - T_r$ (HAINES, 2002).

A análise foi realizada na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), ocorrendo simultaneamente com a análise Termogravimétrica, sendo então utilizados os mesmos parâmetros de 12,5 °C/min para a razão de aquecimento e atmosfera de ar com 50 mL/min de vazão. A amostra e a referência no Analisador Térmico DTG-60H, da *Shimadzu*, localizam-se nas extremidades de travessão da balança, sistema este que colabora com a minimização de possíveis desvios na linha de base, que podem acontecer durante o processo de aquecimento.

3.2.2.4 Capacidade de Troca de Cátions (CTC)

Uma grande e importante propriedade das argilas é a capacidade de troca catiônica, permitindo a este material a possibilidade de ser modificado quimicamente em diversos tipos de aplicações em nível tecnológico, a exemplo de aplicações em cosméticos.

A determinação da Capacidade de Troca de Cátions (CTC) das amostras de argila *in natura* e purificada foi feita através da técnica da adsorção de azul de metileno (FERREIRA *et. al.*, 1974), onde pesa-se 0,5 g das argilas, sendo em seguida adicionada em 300 ml de água destilada, formando uma suspensão que durante todo o processo deve ser mantida sob agitação com o auxílio de um agitador magnético. São realizados ajustes de pH utilizando Carbonato de Sódio (Na_2CO_3) a 1N de concentração, até o pH 9 ser atingido e, após agitação de 5 minutos, adicionou-se à mesma suspensão Ácido Clorídrico (HCl) a 1 N até atingir um pH de 3,5.

Tendo sido feitos os devidos ajustes de pH, foi realizada a titulação da suspensão com uma solução de azul de metileno, com 0,01 N de concentração. A solução de azul de metileno foi adicionada inicialmente à suspensão em 2 mL, em seguida mantida em agitação por 5 minutos, onde após atingir este tempo, é coletada uma pequena alíquota, adicionando uma gota desta alíquota em um papel filtro *Whatman* nº 50. O processo foi repetido até que aparecesse nas bordas da gota presente no papel uma tonalidade azul mais intensa. Para obter a confirmação de que este círculo mais intenso caracterizou o ponto de virada, adicionou-se 1mL da solução de azul de metileno, e a suspensão foi mantida sob agitação por 15 minutos. Após a determinação do ponto de virada, a capacidade de troca catiônica da argila é calculada através da equação:

$$CTC = \frac{V \times C \times 100}{M_{as}}$$

Sendo:

CTC = capacidade de troca catiônica da amostra

V = volume, em mL (volume do ponto de virada da suspensão)

C = concentração de azul de metileno (0,01N)

M_{as} = massa da amostra seca (0,5 g)

O ensaio foi realizado no Laboratório de Purificação e Aspersão de Materiais Argilosos (LAPAMA), na Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

3.2.2.5 Difração de Raios X (DRX)

A técnica de Difractometria de Raios X é amplamente utilizada e possibilita a identificação de compostos químicos de um material a partir da análise de sua estrutura cristalina. Através do espectro de difração obtido, é feita uma comparação com um vasto banco de dados que contém espectros de difração de substâncias conhecidas (LENG, 2013).

Na configuração de um difratômetro, há uma junção de fonte de raios X, detector, coletor de dados de raios X e sistemas de processamento. No difratômetro há o controle do alinhamento do feixe, da posição e orientação da amostra e do detector de raios X. A geração de raios X acontece através da colisão de um alvo de metal puro com elétrons em alta velocidade (BRANDON & KAPLAN, 2008).

O ensaio de DRX foi realizado na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), com as seguintes condições de análise: radiação $K\alpha$ do cobre (Cu), comprimento de onda de 1,5418 Å, filtro monocromador, corrente de 30 mA, tensão de 40 kV, fendas 1,1 e 0,2, ângulo variando de 5 a 60°, modo contínuo com *step* de 0,02° e velocidade do goniômetro de 2°/min. O instrumento de análise foi o XRD-6000 da Shimadzu, e o software *X'Pert Highscore Plus* 3.0.4 foi utilizado para identificações dos picos gerados através da análise do material.

3.2.2.6 Fluorescência de Raios X (FRX)

O ensaio de Fluorescência de Raios X se trata de um método analítico que permite a identificação da composição elementar de um material, bem como quantificar estes elementos. As amostras podem ser sólidas, em pó ou líquidas, e o ensaio realizado não afeta a amostra, e por se tratar de um método não destrutivo, o material analisado pode ser utilizado para futuros ensaios (HASCHKE, 2014).

Dentre os tipos de espectrômetros utilizados, os principais são os espectrômetros por Dispersão de Comprimento de Onda (WD-FRX) e por Dispersão de Energia (ED-FRX). Os instrumentos que trabalham por dispersão de comprimento de onda contêm tubos como fonte em decorrência das grandes perdas de energia que ocorrem quando o feixe de raios X é colimado e são espalhados em diferentes comprimentos de onda. Os espectrômetros por dispersão de energia são compostos por uma fonte policromática, seja um tubo de raios X ou material radioativo, suporte de amostra, detector semicondutor e componentes eletrônicos que tem a função de discriminar o espectro de energia (SKOOG, HOLLER, CROUCH, 2008).

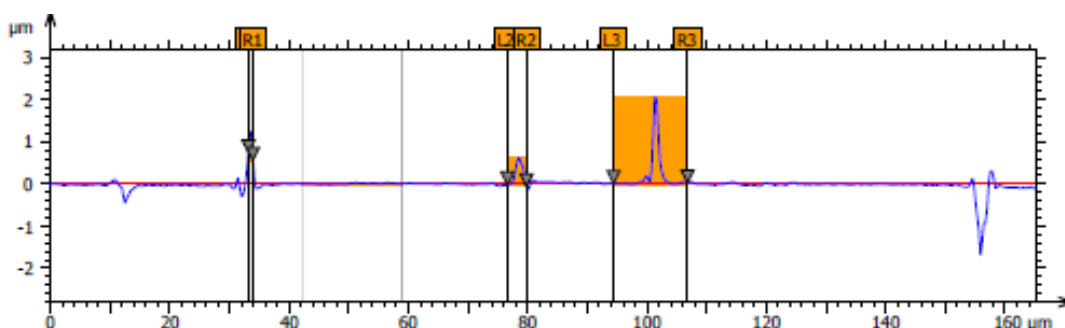
O instrumento utilizado para análise da amostra de argila *in natura* foi o Espectrômetro de Fluorescência de Raio X por dispersão de energia EDX-720, da Shimadzu. A amostra foi preparada em forma de pastilha e analisada através do método qualitativo-quantitativo, sob

vácuo e utilizando colimador de 10 mm. O ensaio foi realizado na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). Foi utilizado o instrumento S2 Ranger da marca Bruker para analisar a amostra de argila purificada. A análise foi realizada por meio de pastilha de ácido bórico, sob vácuo, utilizando faixa de análise elementar do Na ao U. O local do ensaio foi o Instituto Nacional do Semiárido (INSA), localizado em Campina Grande-PB.

3.2.2.7 Análise Morfológica por Perfilometria

As amostras de argila verde lodo *in natura* (apenas peneirada em malha #200) e purificada, foram colocadas sobre uma lâmina de vidro, posicionada em cima de uma placa de vidro. O equipamento utilizado foi o CCI-MP, da *Taylor Hobson* (Leicester, Inglaterra), com a objetiva 50x, campo de visão de 0,346 x 0,346 mm, resolução óptica de 0,4–0,6 μm , distância de trabalho de 3,4 mm, *Z-Resolution* de 0,01 nm. O tamanho das partículas foi medido através da média das alturas ($n=10$) traçadas sobre elas, colocando-se como altura “zero” o substrato, que era o vidro, como mostrado na Figura 6.

Figura 6 – Medição das alturas dos pós.



Fonte: Imagem da autora.

Os dados obtidos foram analisados através do *software* TalyMap Lite. A análise foi realizada na Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

3.2.3 Elaboração de formulação de base facial

A proposta de formulação utilizada para o desenvolvimento da base facial contendo argila é mostrada na Tabela 1 abaixo. Foram desenvolvidas 4 formulações, diferenciando entre elas apenas a concentração de argila bentonita purificada na composição do produto

desenvolvido. As concentrações variaram entre 0% (sem argila, chamada de “controle”), 0,5%, 1,5% e 3,0% de argila presente na formulação.

Tabela 1 - Formulação de base facial contendo argila bentonita verde lodo.

MATÉRIA-PRIMA	QUANTIDADE (%)	FUNÇÃO
Água Purificada	q.s.p 100	veículo/solvente
Goma Xantana	0,1 – 0,2	espessante
Silicato de Alumínio-Magnésio	3,0 – 4,0	espessante
Miristato de Isopropila	1,0 – 2,0	emoliente
Dimeticone	4,0 – 5,0	emoliente
Álcool Cetearílico	10,0 – 12,0	emulsionante
Álcool Cetoestearílico Etoxilado	2,0 – 3,0	emulsionante
Propilenoglicol	1,5 – 2,5	solubilizante
Polietilenoglicol	1,5 – 2,5	solubilizante
Dióxido de titânio	4,0 – 5,0	pigmento
Óxido de Ferro amarelo	0,7 – 1,0	pigmento
Óxido de Ferro vermelho	0,2 – 0,6	pigmento
Óxido de Ferro preto	0,02 – 0,06	pigmento
Mica	0,2 – 0,6	pigmento
BHT	0,01 – 0,02	antioxidante
Argila Bentonita verde lodo	0,5 – 3,0	ativo
Metilclotiazolinona	0,2 – 0,4	conservante
EDTA Dissódico	0,1 – 0,3	quelante
D-Pantenol	0,1 – 0,3	vitamina
Glicerina	12,0 – 14,0	umectante

Fonte: Elaborada pela autora.

O desenvolvimento da formulação foi dividido em 3 fases, compostas por fase aquosa (Fase 1) e fase oleosa (Fases 2 e 3). Tendo conhecimento da funcionalidade de cada componente selecionado, as etapas de desenvolvimento da formulação da base líquida são descritas abaixo:

- Fase 1: Aquecer parte da água, adicionando EDTA dissódico, BHT, Metilclotiazolinona, Goma Xantana e Silicato de Alumínio-Magnésio sob agitação por 30 minutos. Adicionar à esta fase a argila em suas concentrações de estudo, mantendo sob aquecimento a 65 °C, reservando a mistura para as etapas subsequentes;
- Fase 2: Unir o Miristato de Isopropila, Dimeticone, D-Pantenol, Glicerina e parte do pigmento. Os pigmentos devem ser dissolvidos no Propilenoglicol e Polietilenoglicol antes de serem misturados aos demais componentes desta fase;
- Fase 3: Misturar o Álcool Cetoestearílico e Álcool Cetílico, mantendo essa mistura sob aquecimento a 65 °C;
- Verter Fase 3 sobre a Fase 1 em temperaturas iguais, para posteriormente adicionar a Fase 2.

A mistura das matérias-primas foi submetida à agitação inicial em 1800 rpm até 2200 rpm (Figura 7) para homogeneização dos componentes antes de incorporar os pigmentos à mistura em aproximadamente 40 °C. Após a adição dos pigmentos, houve o aumento da agitação para aproximadamente 4000 rpm, a fim de que a dissolução das partículas dos pigmentos ocorresse de maneira mais eficiente ao interagir com a emulsão formada. A formulação de base facial desenvolvida, foi submetida à agitação em centrífuga por 15 min a 2200 rpm, a fim de observar possível mudança de fase.

Figura 7 - Obtenção da base facial contendo argila bentonita verde lodo.



Fonte: Imagem da autora

3.2.3.1 Desenvolvimento da tonalidade da base utilizando colorímetro

Para o desenvolvimento da tonalidade da base facial proposta nesse trabalho, houve o suporte do colorímetro digital portátil da marca FRU, modelo WR-10QC (Figura 8).

Figura 8 – Colorímetro FRU, modelo WR-10QC.



Fonte: Manual do usuário de aparência do colorímetro.

O equipamento dispõe de um calibre de medição de 4 mm, e utiliza o espaço de cor CIE $L^*a^*b^*$. A Comissão Internacional de Iluminação (CIE) é uma organização que lida com a troca de informações sobre questões relacionadas com a arte e a ciência da iluminação, compartilhando-as entre os países membros (ISO, 2020). Três espaços de cor foram definidos pelo CIE para avaliação de cores: CIE XYZ, CIE L^*C^*h e CIE $L^*a^*b^*$ (SENAI, 2020).

O espaço de cor $L^*a^*b^*$, também conhecido como espaço de cor CIELAB é atualmente o mais popular dos espaços de cores uniformes usados para avaliar as cores, sendo bastante utilizado por correlacionar de forma segura os valores de cor com a percepção visual. Os parâmetros L^* , a^* e b^* são coordenadas que definem a cor, onde a coordenada L^* refere-se à luminosidade e pode variar do preto ao branco, a coordenada a^* mede o eixo que varia do vermelho ao verde, e b^* é a medida do eixo amarelo-azul (TAKATSUI, 2011).

A tonalidade da base facial desenvolvida para o presente trabalho foi criada utilizando como “guia” uma das três composições de pigmentos propostas por Rocha, Pereira e Cardoso

(2010). A leitura da tonalidade da base desenvolvida foi realizada com o colorímetro, fazendo um comparativo com duas bases comerciais para verificar a adequação da tonalidade da base desenvolvida ao tom de pele escolhido. As análises foram feitas no Laboratório de Tecnologia Cosmética, na Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

3.2.4 Estudo da Estabilidade da formulação

O estudo de estabilidade da formulação cosmética seguiu conforme o descrito pelo Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos (ANVISA, 2004). O estudo de estabilidade realizado de forma acelerada avaliou a formulação através dos tratamentos de 28 dias submetida a temperatura ambiente em local sem presença de luz solar, temperatura ambiente com o material exposto à luz solar, temperatura de 50°C em estufa e por fim temperatura de aproximadamente 5°C, armazenado em geladeira. As análises foram feitas a cada 7 dias até o fim dos 28 dias de estudo, sendo avaliadas as características organolépticas como cor, odor e aspecto, bem como as características físico-químicas como pH e viscosidade do material.

A formulação de base facial desenvolvida foi acondicionada em igual quantidade em 4 frascos de vidro transparente, de mesmo tamanho, com tampas de boa vedação, devidamente higienizados e identificados, como mostra a Figura 9 a seguir.

Figura 9 – Frascos contendo a base facial (3,0%) de argila verde lodo identificados para realização do estudo de estabilidade.



Fonte: Imagem da autora.

Semanalmente, as amostras eram levadas ao laboratório para que fossem avaliadas nos parâmetros organolépticos (cor, odor, aspecto), bem como possíveis alterações físico-químicas

no pH e na viscosidade da emulsão. A avaliação classificativa para as características de aspecto, cor e odor são apresentados no Quadro 2 a seguir.

Quadro 2 - Critérios para avaliação das características organolépticas (aspecto, cor e odor) da formulação.

CARACTERÍSTICA	AVALIAÇÃO
Aspecto	(N): Normal, sem alteração; (LS): Levemente separado; (LP): Levemente precipitado; (LT): Levemente turvo; (IS): Intensamente separado; (IP): Intensamente precipitado; (IT): Intensamente turvo.
Cor / Odor	(N): Normal, sem alteração; (LM): Levemente modificado; (M): Modificado; (IM): Intensamente modificado.

Fonte: ANVISA, 2004.

Foram utilizados para os ensaios de estabilidade o medidor de pH digital modelo CHECKER PLUS HI98100 da *Hanna Instruments* e o viscosímetro rotativo digital NDJ – 5S. Para o viscosímetro foi utilizada a rotação de 6 rpm no *spindle*. Os ensaios foram realizados na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), no Laboratório de Tecnologia Cosmética (LTC).

3.2.5 Estudo Reológico da formulação

Os ensaios de reologia do material foram realizados utilizando o reômetro AR2000 EX da *TA Instruments*, sendo utilizado o sensor cone-placa C60, com as medidas da amostra realizadas em sistema rotacional e oscilatório, mantidas a uma temperatura a 23°C. Foi adicionada uma pequena quantidade de amostra sobre a placa, suficiente para preencher a

borda de toda a circunferência do sensor, ao entrar em contato com a amostra no *gap* escolhido para o ensaio, de 17 mm.

No sistema rotacional, as curvas de fluxo foram obtidas no modo de controles da taxa de cisalhamento no intervalo de 0 – 100 s⁻¹ e de tensão de cisalhamento no intervalo de 0,1 – 100 Pa. As medidas no sistema oscilatório foram utilizadas com controle de tensão de cisalhamento na faixa de 0,01 – 100 Pa, frequência de 1 Hz para obtenção de viscoelasticidade linear. O tempo das análises eram de 120 segundos para curva ascendente e 120 segundos para a curva descendente, com leituras realizadas a cada 4 segundos.

Os ensaios foram realizados na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), no Laboratório de Purificação e Aspersão de Materiais Argilosos (LAPAMA).

3.2.6 Análise microbiológica da formulação

A análise microbiológica permite obter respostas acerca do sistema conservante e influência da interação entre os componentes da formulação cosmética desenvolvida, possibilitando avaliar se a formulação está adequada para uso, bem como se a eficácia do produto final pode ser comprometida devido à má interação dos componentes presentes (ANVISA, 2004). Para a análise microbiológica da formulação desenvolvida, foi utilizado o dispositivo Biolaminoteste da marca IPEL. O dispositivo, mostrado na Figura 10, possui duas faces para teste microbiológico, onde a Face 1 detecta bactérias heterotróficas totais e a Face 2 detecta leveduras e fungos filamentosos.

Figura 10 – Dispositivo da Biolaminoteste para análise microbiológica.



Fonte: Site IPEL.

Foi coletada uma pequena amostra da base facial, onde houve dissolução em água destilada para facilitar o manuseio do material (1:3), que em seguida foi gotejado sobre as faces do dispositivo. Após um período de 72 h, foi utilizado o método de contagem direta, com a finalidade de observar o possível aparecimento de microrganismos. A análise foi realizada na Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

3.2.7 Pesquisa com participantes – Aprovação pelo Comitê de Ética

Após o projeto ter sido aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) com seres humanos, localizado no Centro de Ciências Médicas (CCM), na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), com Certificado de Apresentação de Apreciação Ética (CAAE) de número 09119119.3.0000.8069, tendo parecer técnico favorável para o desenvolvimento dessa etapa da pesquisa. Foram convidados a participar da pesquisa 20 participantes do sexo feminino e masculino, na faixa etária de 18 a 59 anos, sendo aos mesmos apresentados o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE), apresentado no Apêndice A, norteado pela Resolução nº 466, de 12 de dezembro de 2012, do Conselho Nacional de Saúde (CNS), que consiste num documento que autoriza a participação do voluntário na pesquisa, informando os objetivos, finalidade, possíveis riscos e/ou incômodos que porventura apareçam durante a realização do teste.

Os critérios de seleção dos participantes julgadores envolveram pessoas que nunca apresentaram reações alérgicas a produtos cosméticos, que apresentassem pele mista a oleosa com tendência a acne, pessoas com disponibilidade e interesse de realizarem os testes no período de 2 semanas. Os participantes receberam um Questionário de Recrutamento (Apêndice B), cuja finalidade consiste no conhecimento do pesquisador acerca da aptidão para a seleção do participante, bem como a compreensão do mesmo sobre aspectos básicos relacionados à pesquisa.

Inicialmente, foi realizado um teste alérgico com o produto desenvolvido (base facial de argila) e o produto comercial escolhido, ambos sendo aplicados no dorso das mãos dos participantes. A região do dorso das mãos permite uma fácil observação de possíveis indícios de irritabilidade da pele, sem que haja maior impacto à saúde do voluntário. A possível aparição de áreas irritadas na pele em decorrência do uso dos produtos estudados acarretaria

na descontinuação da participação do voluntário da pesquisa, sendo o mesmo direcionado ao posto de atendimento médico mais próximo do local de realização dos testes.

Foram utilizados Testes de Aceitação e Atitude de Compra através de questionários impressos (Apêndice C) durante a análise sensorial, com a participação de 20 julgadores não treinados, sendo avaliados produtos com argila bentonita verde lodo na composição em 3 diferentes concentrações (0,5, 1,5 e 3,0%), sem a argila na composição e por fim um produto já conhecido no mercado. A organização para as análises entre os 20 participantes aconteceu da seguinte forma:

- Grupo 1 (5 pessoas): Na primeira semana de análise os participantes tiveram a pele do rosto avaliada no período de 8h sem aplicação de nenhum produto, e na semana seguinte, a pele dos participantes foi avaliada no período de 8h aplicando do lado direito do rosto a formulação da base facial contendo 3% em concentração, e no lado esquerdo um produto conhecido no mercado que promete os mesmos benefícios propostos para a base desenvolvida no presente trabalho;
- Grupo 2 (5 pessoas): A primeira semana de análise foi análoga ao Grupo 1 acima citado. Na semana seguinte, a pele dos participantes foi avaliada no período de 8h aplicando do lado direito do rosto a formulação da base facial contendo 1,5% em concentração, e no lado esquerdo um produto conhecido no mercado;
- Grupo 3 (5 pessoas): A primeira semana de análise foi análoga ao Grupo 1 acima citado. Na segunda semana, a pele dos participantes foi avaliada no período de 8h aplicando do lado direito do rosto a formulação da base facial contendo 0,5% em concentração, e no lado esquerdo um produto conhecido no mercado;
- Grupo 4 (5 pessoas): A primeira semana de análise foi análoga ao Grupo 1 acima citado. Na segunda semana, a pele dos participantes foi avaliada no período de 8h aplicando do lado direito do rosto a formulação da base facial sem a presença da argila verde lodo, e no lado esquerdo um produto conhecido no mercado.

3.2.8 Análise Sensorial

Uma definição de análise sensorial bastante difundida em diversas literaturas, a classifica de acordo com a descrição utilizada pelo *Institute of Food Technologists*:

Uma disciplina científica utilizada para evocar, medir, analisar e interpretar reações a essas características de alimentos e materiais da forma como elas são percebidas pelos sentidos da visão, olfato, paladar, tato e audição (ANONYMOUS, 1975).

O teste sensorial é de bastante importância para o segmento cosmético, pois através da sua realização é possível garantir a qualidade do produto estudado, bem com definir a aceitabilidade do consumidor para as especificações sensoriais utilizadas durante a realização do teste. Além da importância em termos de qualidade de produto, a análise sensorial é uma excelente alternativa para a investigação de novas tecnologias empregadas no desenvolvimento de produtos (KEMP; HOLLOWOOD, HORT, 2009).

Diante da grande variedade de medidas possíveis para se obter respostas sensoriais acerca de produtos, os métodos usados com maior frequência para este fim são:

- a) classificação: deve haver uma diferenciação nominal na classificação das amostras avaliadas (por exemplo, diferenciá-las por “amostra 1, amostra 2”, etc);
- b) graduação: métodos cuja implementação depende da avaliação de classificadores especialistas, que adquiriram sua habilidade com outros classificadores;
- c) ranqueamento: as amostras devem ser organizadas em ordem de intensidade ou grau de algum atributo específico, e esta organização é feita utilizando a escala ordinal;
- d) escalonamento: os participantes selecionados devem julgar a amostra através de referência por escala numérica (normalmente utilizada de zero a dez) (MEILGAARD; CIVILLE, CARR, 2016).

A fim de determinar o nível de preferência dos participantes ao comparar o produto desenvolvido com um produto já lançado no mercado, foi solicitado aos participantes que fosse indicado o nível de preferência entre os produtos utilizando a escala hedônica, que se trata de uma série de declarações que irão permitir a determinação do nível de aceitação dos produtos avaliados (KEMP et. al., 2009).

A escala hedônica de nove pontos é considerada uma escala de ampla aplicabilidade em diversos segmentos de produtos ao realizar a medição da aceitação ou preferência do mesmo. Essa escala foi desenvolvida por Jones et. al. (1955) e por Peryam e Pilgrim (1957), em avaliações de aceitabilidade de alimentos militares, onde foi realizado um estudo de uma grande variedade de escalas de comprimento e número de diversas categorias (STONE & SIDEL, 2004).

Para o Teste de Análise Sensorial realizamos o teste de Aceitação e Atitude de Compra foram julgados os atributos de controle de oleosidade, disfarce na aparência de poros, uniformização de imperfeições e hidratação da pele. Os resultados foram avaliados através do uso da escala hedônica estruturada de 7 pontos, adaptada de Peryam e Pilgrim (1957), variando

da extremidade de “gostei muito” (nota máxima, igual a 7) a “desgostei muito” (nota mínima, igual a 1), com nota mediana de “nem gostei, nem desgostei” (igual a 4).

Além da atribuição de notas para cada amostra, os participantes responderam sobre a atitude em consumir o produto. Foi utilizada a escala estruturada de 5 pontos para esta avaliação, onde "certamente compraria" representa a nota máxima (nota 5), e “não compraria” representa a nota mínima (nota 1), empregando os procedimentos descritos para análise sensorial (MEILGAARD; CIVILLE, CARR, 2016).

Foi analisado o índice de aceitabilidade (IA) considerando como 100% a maior nota alcançada na avaliação global dos produtos analisados e adotando como critério para a classificação satisfatória o índice de aceitação igual ou superior a 70% (TEIXEIRA; MEINERT, BARBETTA, 1987). O percentual dos resultados obtidos de aceitação, indiferença e rejeição para cada atributo avaliado foi calculado baseado nos dados coletados da avaliação dos participantes acerca do produto, através do Teste de Aceitação e Atitude de Compra, disponível no Apêndice C do presente trabalho.

Os instrumentos de análise da pele foram aplicados utilizando-se de um procedimento que garantisse um mínimo de intervenções na realização dos testes, bem como nos processos de aplicação dos questionários. Não era de conhecimento dos participantes qual lado do rosto foi aplicada a base facial desenvolvida e a base comercial, a fim de evitar avaliações tendenciosas acerca dos produtos. Para tanto, os produtos receberam embalagem e etiqueta padronizada e nomenclatura que diferencie as formulações desenvolvidas e o produto comercial escolhido. A Figura 11 mostra o esquema de padronização de etiquetas e embalagens das amostras testadas.

Figura 11 - Amostras padronizadas para a análise cinética na pele e sensorial.



Fonte: Imagem da autora.

A nomenclatura para as amostras utilizadas para os testes sensoriais foi adotada da seguinte forma:

- Base Facial tipo 1: formulação desenvolvida contendo 3,0% de argila verde lodo em concentração;
- Base Facial tipo 2: formulação desenvolvida contendo 1,5% de argila verde lodo em concentração;
- Base Facial tipo 3: formulação desenvolvida contendo 0,5% de argila verde lodo em concentração;
- Base Facial tipo 4: formulação desenvolvida sem argila verde lodo na composição;
- Base Facial tipo 5: base comercial.

O produto comercial escolhido como comparativo para o presente trabalho é desenvolvido por uma empresa amplamente conhecida no mercado cosmético, e sua seleção foi feita também sob a justificativa de que os atributos apresentados no produto são compatíveis com os benefícios esperados da base desenvolvida para o presente trabalho principalmente o efeito antioleosidade. O produto comercial prometia uma série de benefícios tais como: textura leve, toque aveludado, efeito mate, FPS24 e controle de oleosidade da pele por nove horas.

3.2.9 Estudo cinético basal da função da pele dos participantes

Durante o período de realização de testes nas peles dos participantes, foram utilizadas sondas para avaliar a hidratação, produção de sebo, elasticidade, nível de acne, aparência de poros, sensibilidade e pH, com a finalidade de acompanhar o comportamento da pele do rosto dos participantes no decorrer de 8h, ou seja, observar como a mesma se comporta sem produto, e também avaliar quais possíveis mudanças ocorrem quando se aplica produtos com função antioleosidade. As sondas utilizadas, bem como suas funções na análise, serão discutidas de forma mais aprofundada nos tópicos a seguir.

3.2.9.1 Análise da pele através do equipamento API-100 (*Aram Huvis*)

O equipamento API-100 da marca *Aram Huvis* (Figura 12) utilizado nos participantes, trata-se de uma sonda conectada ao computador onde as informações obtidas durante a análise são exibidas através do programa específico para o equipamento chamado *Solutionist*. Os

parâmetros de interesse para o estudo a serem avaliados através do API-100 foram atributos da pele como hidratação, elasticidade, poros, acne, oleosidade e sensibilidade. Os resultados da análise na pele exibidos pelo programa *Solutionist* são imagens da pele em escala microscópica (ampliação variando de 1-1000x) e valores numéricos que poder ser comparados aos dados de referência contidos no banco de dados, disponível no *software*. Os valores numéricos posteriormente foram submetidos a análise estatística.

Figura 12 - Equipamento API-100 (Aram Huvis).

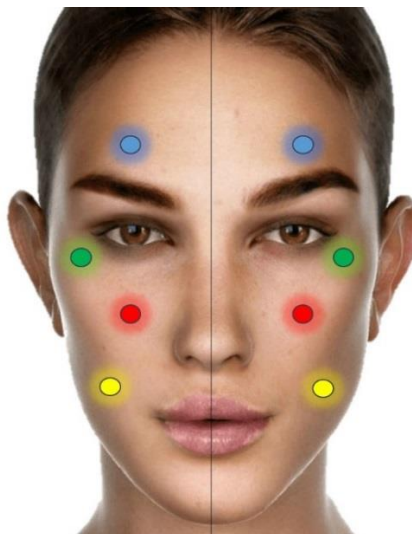


Fonte: Aram Huvis, 2020.

Durante a análise da pele do voluntário, o sensor presente no equipamento foi direcionado em regiões da face determinadas pelo programa, avaliando a camada superficial da pele do voluntário. Foi tomado o cuidado de analisar sempre as mesmas regiões, a fim de que não houvessem disparidades de resultados em decorrência do manuseio incorreto do equipamento. As regiões do rosto analisadas durante o teste são representadas na Figura 13.

As avaliações da pele dos participantes foram feitas no período de duas semanas. Foram divididos grupos de 5 pessoas no decorrer de 4 dias da primeira semana, ocorrendo o mesmo na semana seguinte. Na primeira semana de testes, foi realizado o estudo cinético da pele sem adição de produto no decorrer de 8h. Na semana seguinte, a análise foi feita no mesmo período, onde na primeira avaliação o rosto do voluntário não continha produtos, sendo aplicados logo em seguida. Após 8h, foram feitas medidas de elasticidade, hidratação, poros, acne, oleosidade e sensibilidade na pele, contendo a base facial de argila verde lodo na face direita e o produto comercial escolhido na face esquerda.

Figura 13 - Representação das regiões analisadas pelo API 100.



Fonte: Imagem da autora.

De acordo com a Figura 11, as regiões analisadas consistiam na avaliação de um determinado atributo, onde:

- Região azul: foi avaliada a oleosidade com auxílio de fitas próprias para o equipamento, onde as fitas eram lidas pelo sensor para realizar a medição da oleosidade da pele;
- Região vermelha: foram avaliados poros e nível de acne através do sensor conectado ao programa;
- Região amarela: foram avaliados níveis de hidratação e elasticidade da pele;
- Região verde: foi avaliada a sensibilidade da pele.

Os dados dos participantes foram salvos no programa para posteriormente serem utilizados para avaliação dos possíveis benefícios da base facial para a pele, bem como fazer um estudo comparativo com efeitos benéficos causados pelo uso da base comercial. As análises foram feitas na Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

3.2.9.2 Análise de medida de hidratação da pele através da sonda CORNEOMETER® CM825

Foi utilizada a sonda Corneometer® CM 825 (Figura 14) da *Courage-Khazaka* para medir a hidratação da superfície da pele, principalmente do estrato córneo (camada mais externa da pele). Sua precisão e eficácia em estudos avaliativos do teor de água no extrato córneo (MELO & CAMPOS, 2016) fazem do equipamento uma ferramenta de bastante aceitação em estudos que envolvem a hidratação da superfície da pele, obtendo excelentes

resultados em comparativo com outros métodos utilizados para este fim (EZERSKAIA *et. al.*, 2016; WESTERMANN *et. al.*, 2020).

O princípio de funcionamento do equipamento, de acordo com o próprio site da marca, baseia-se na medição de capacitância de um meio dielétrico, permitindo ao equipamento a medição da mudança na constante dielétrica devido à hidratação da superfície da pele. Trata-se de um equipamento cuja medição é bastante rápida (1 s), fácil e reprodutível, com profundidade de medição é muito pequena (10-20 μm do estrato córneo), evitando assim a influência da água em camadas mais profundas da pele.

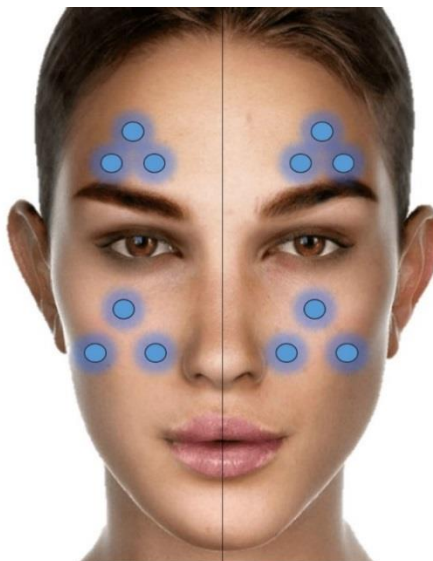
Figura 14 - Sonda Corneometer CM 825.



Fonte: Courage-Khazaka

As regiões de leituras da testa e bochecha utilizando a sonda Corneometer são exibidas na Figura 15. As leituras da hidratação da pele do voluntário foram realizadas a cada 2 h no decorrer de 8 h de uso do produto, sendo a primeira realizada no tempo 0, com a pele do voluntário sem presença de produtos, e as demais leituras realizadas com os produtos (desenvolvido e comercial) aplicados na face.

Figura 15 - Representação das regiões analisadas pela sonda Corneometer CM 825.



Fonte: Imagem da autora.

Os dados coletados das análises foram posteriormente avaliados com ajuda do *software* desenvolvido pela *Courage-Khazaka*. As análises foram realizadas na Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

3.2.9.3 Análise de medida de oleosidade da pele através da sonda SEBUMETER® SM815

O instrumento utilizado para a determinação do nível de sebo da superfície da pele foi o Sebumeter® SM815 (Figura 16), da *Courage-Khazaka*, que fornece um método preciso, de fácil leitura e manuseio. O instrumento pode ser empregado em testes de eficácia de todos os tipos de produtos cosméticos e farmacêuticos e em pesquisa básica dermatológica, sendo amplamente utilizado e mencionado em literaturas científicas, a exemplo de estudos que validam o equipamento como uma eficiente ferramenta para medir alterações nos níveis de sebo da pele (CROWTER, 2016; MELO, CAMPOS, 2016), fazem comparativos entre métodos de avaliação de medição de níveis de sebo na pele (EZERSKAIA et. al., 2017), e comparam a eficácia de atividade sebostática de diferentes ativos utilizados em cosméticos (KOZLOWSKA et. al., 2017).

Figura 16 - Sonda Sebumeter SM815.



Fonte: Courage-Khazaka.

As regiões da testa e bochecha analisadas pela sonda Sebumeter são representadas na Figura 17. A primeira medida no rosto do voluntário foi realizada no tempo 0 com a pele sem produto, e a última medida avaliou a pele do voluntário após 8 h de uso dos produtos (desenvolvido e comercial), ainda presentes no rosto.

Figura 17 - Representação das regiões analisadas pela sonda Sebumeter SM815.



Fonte: Imagem da autora.

Os dados coletados das análises foram posteriormente avaliados com ajuda do *software* desenvolvido pela própria marca do equipamento. As análises foram realizadas na Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

3.2.9.4 Análise de medida de pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter® PH905

No segmento cosmético, é de grande importância a análise da função da barreira da pele, para que seja possível avaliar quais tipos de efeitos podem haver em formulações cuja aplicação ocorre por via tópica. O pH cutâneo pode variar de acordo com vários fatores externos, bem como não apresenta igual valor em diferentes áreas do corpo, porém estudos mostram que o valor médio do pH cutâneo em mulheres aproxima-se de 5,5, sendo um reduzido em homens, chegando a valores próximos de 5. Esses valores considerados ácidos de pH são de grande importância para a saúde da pele, pois essa acidez influencia atividades bactericidas e fungicidas (MELO & CAMPOS, 2016). Foram realizadas medidas do pH da pele dos voluntários da pesquisa com a finalidade de avaliar possíveis influências dos produtos comercial e desenvolvido para o presente trabalho no decorrer das 8h de uso dos mesmos.

Para as medições do pH em voluntários, utilizou-se o Skin-pH-Meter PH905®, da *Courage-Khazaka*, um equipamento que permite a medição do pH na superfície da pele e também couro cabeludo de maneira rápida e fácil. Uma das formas de utilização do instrumento para a medição na pele é mostrada na Figura 18.

Figura 18 - Medição do pH da pele com a utilização do Skin-pH-Meter PH905.



Fonte: Courage-Khazaka.

As regiões do rosto analisadas nos voluntários foram análogas às exibidas na Figura 16. Foram feitas duas medições: a primeira, realizada no tempo 0, onde o voluntário encontrava-se sem produto, e a segunda e última realizada após 8 h de uso dos produtos (desenvolvido e comercial). O equipamento é acoplado ao computador, permitindo assim a análise dos dados obtidos através do *software* desenvolvido também pela marca *Courage-Khazaka*.

3.2.10 Análise Estatística

Para a análise estatística, foi utilizado o programa *GraphPad Prism 8*, que calcula os efeitos principais e de interação das variáveis sobre as respostas. A análise de variância (ANOVA) e o teste *Tukey* foram utilizados para comparação das médias aritméticas, com a finalidade de determinar os efeitos significativos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização físico-química

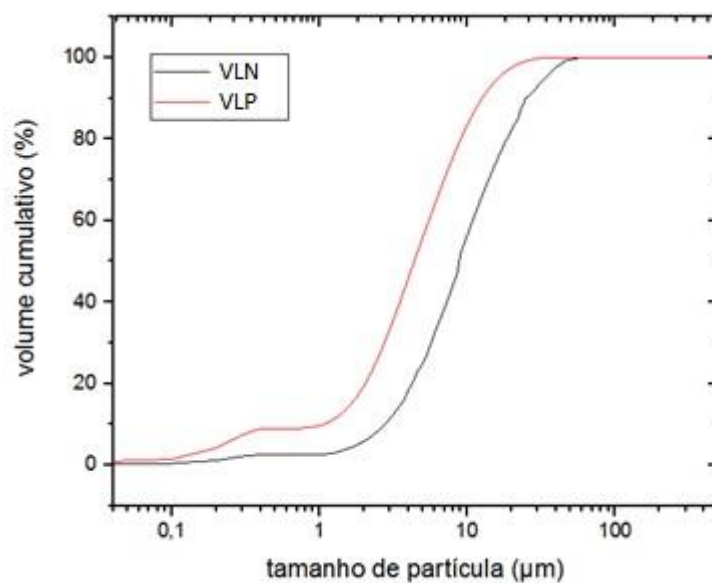
A partir desta etapa de discussão dos resultados obtidos através da caracterização físico-química das amostras, a fim de simplificar a forma na qual as amostras serão mencionadas no decorrer do presente trabalho, as argilas estudadas passarão a ter a seguinte nomenclatura:

- VLN: Argila verde lodo *in natura*, passando apenas pela peneira em malha #200;
- VLP: Argila verde lodo que foi submetida pelo processo de purificação.

4.1.1 Análise Granulométrica (AG)

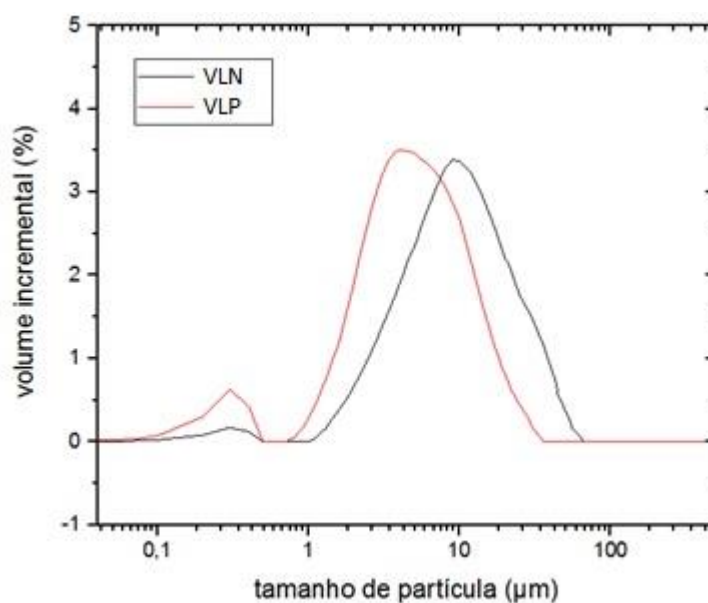
As Figuras 19 e 20 e a Tabela 4 apresentam os resultados obtidos a partir do ensaio de Análise Granulométrica por difração a laser das amostras de argila VLN e VLP

Figura 19 - Volume cumulativo obtido a partir da Análise Granulométrica das Argilas VLN e VLP.



Fonte: Imagem da autora.

Figura 20 - Volume incremental obtido a partir da Análise Granulométrica das argilas VLN e VLP.



Fonte: Imagem da autora.

Tabela 2 - Diâmetro de partículas das amostras de argilas VLN e VLP.

Amostras	Diâmetro a 10% (μm)	Diâmetro a 50% (μm)	Diâmetro a 90% (μm)	Diâmetro médio (μm)
VLN	2,96	9,60	27,81	12,80
VLP	1,06	4,37	12,57	5,84

Fonte: Elaborada pela autora.

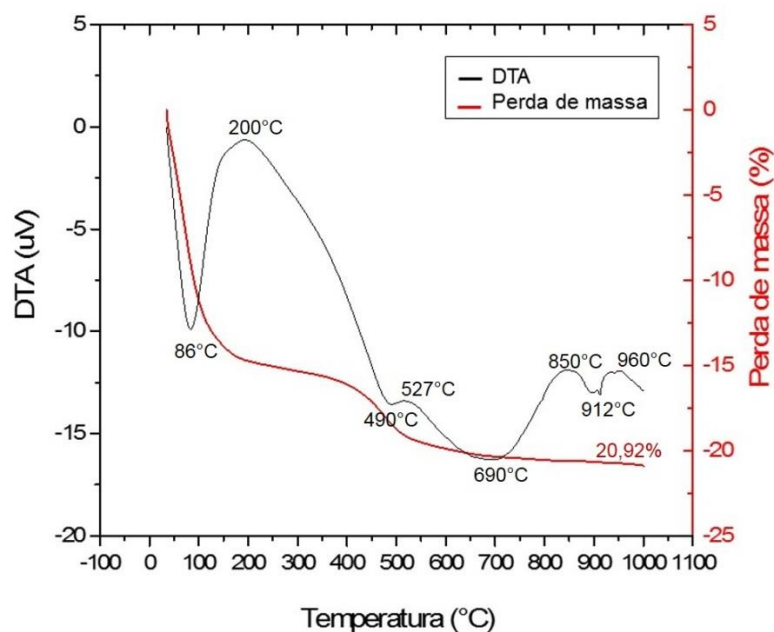
A partir da interpretação das Figuras 19 e 20 e Tabela 2 acima, é possível observar a influência da etapa de purificação na distribuição granulométrica de partículas, havendo diminuição do diâmetro de partículas entre as amostras VLN e VLP, podendo ser observado a 10%, 50% e 90%. Houve diminuição significativa nos valores de diâmetro médio entre as amostras, onde a amostra VLN apresentou valor diâmetro médio de 12,80 μm , e a amostra VLP apresentou valor de diâmetro médio de 5,84 μm .

A eficiência do processo de purificação pode ser observada nos resultados apresentados por Brasileiro (2018), que apresentou em seus estudos resultados bastante significativos para a diminuição do diâmetro de partículas da bentonita purificada, obtendo um valor de 9,88 μm , em comparado ao valor de 13,71 μm apresentado para o material *in natura*. Pereira e colaboradores (2018) e Gong e colaboradores (2016) também obtiveram resultados positivos em seus trabalhos ao submeterem argilas bentoníticas a processo de purificação por centrifugação. Menores tamanhos de partícula em materiais incorporados em cosméticos de uso tópico permitem que haja menor obstrução dos poros, um dos fatores que estimulam a produção em excesso de glândulas sebáceas e podem contribuir para o aparecimento de acne.

4.1.2 Análises Termogravimétrica (TG) e Térmica Diferencial (DTA)

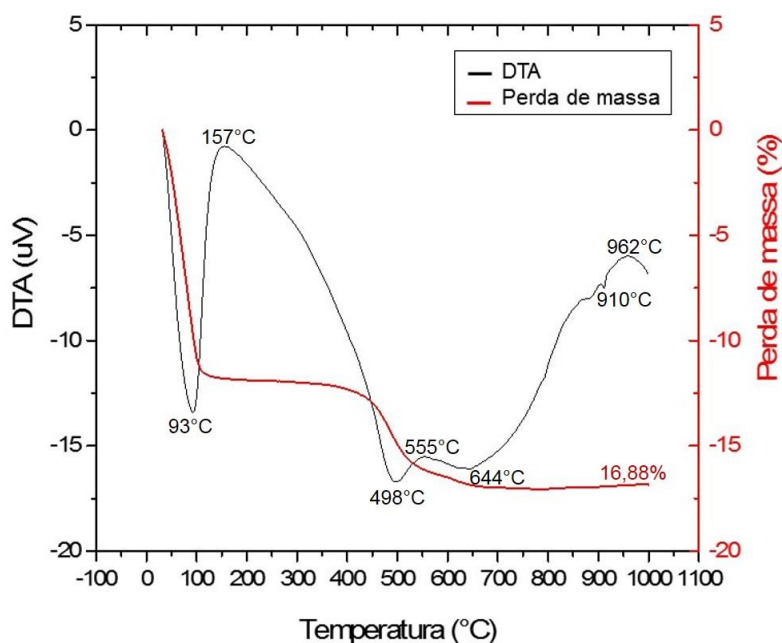
As Figuras 21 e 22 mostram os resultados obtidos da análise termogravimétrica das amostras VLN e VLP.

Figura 21 - Análise térmica da argila VLN.



Fonte: Imagem da autora.

Figura 22 - Análise térmica da argila VLP.



Fonte: Imagem da autora.

Os resultados de DTA e curvas de TG entre as amostras VLN e VLP se mostram similares, com comportamentos típicos para argilas bentonitas. É possível observar nas Figuras 21 e 22 acima picos endotérmicos localizados a 86°C para a amostra VLN e 93°C para a amostra VLP, relacionados à perda de água do material. A presença de picos exotérmicos a 200°C e 157°C representam perda de matéria orgânica. Os picos endotérmicos a 490°C e

498°C indicam perda do grupo hidroxila da argila esmectita. A curva termogravimétrica da argila verde lodo mostra que houve perda total de massa em 20,92% para a amostra VLN e 16,88% para a amostra VLP, sendo possível observar 2 eventos, sendo o primeiro correspondente à perda de água do material, e o segundo referente à perda de hidroxila.

Em temperaturas próximas a 700°C (690°C e 644°C para as amostras VLN e VLP, respectivamente), foi possível observar picos endotérmicos que podem ser relacionados ao carbonato de magnésio (MgCO_3), comparando com os resultados observados por Pereira (2018). Cavalcanti (2018) ao avaliar em seu trabalho os picos endotérmicos seguidos de picos exotérmicos a temperaturas próximas de 900 °C e 935°C, relata que os eventos encontrados indicam a quebra do retículo cristalino, causando a formação de quartzo β , resultado do excesso de sílica presente da nucleação da mulita. Os resultados encontrados no presente trabalho nos picos exotérmicos em 912 °C e 910 °C, seguidos de picos exotérmicos a 960 °C e 962 °C, podem dar margem a interpretação similar.

4.1.3 Capacidade de Troca de Cátions (CTC)

Os resultados da análise de CTC das amostras de argila VLN e VLP estão representados na Tabela 3.

Tabela 3 - Capacidade de Troca de Cátions das amostras VLN e VLP.

Argila Verde Lodo	CTC (mEq/100g de argila seca)
VLN	68
VLP	82

Fonte: Elaborada pela autora.

Através do método de adsorção por azul de metileno, nos resultados obtidos para a amostra VLN apresentaram o valor de 68 mEq/100g de argila seca. Observou-se também que, após o processo de ativação com carbonato de sódio, houve um aumento da CTC para 82 mEq/100g de argila seca, o que pode indicar uma etapa de beneficiamento eficaz quanto a diminuição do teor de frações de componentes indesejados, permitindo uma etapa de modificação química com resultados positivos.

A CTC da argila verde lodo *in natura* encontrada por Marques (2018) foi de 60 mEq/100g de argila seca, próximo ao valor encontrado para a amostra VLN, podendo ser

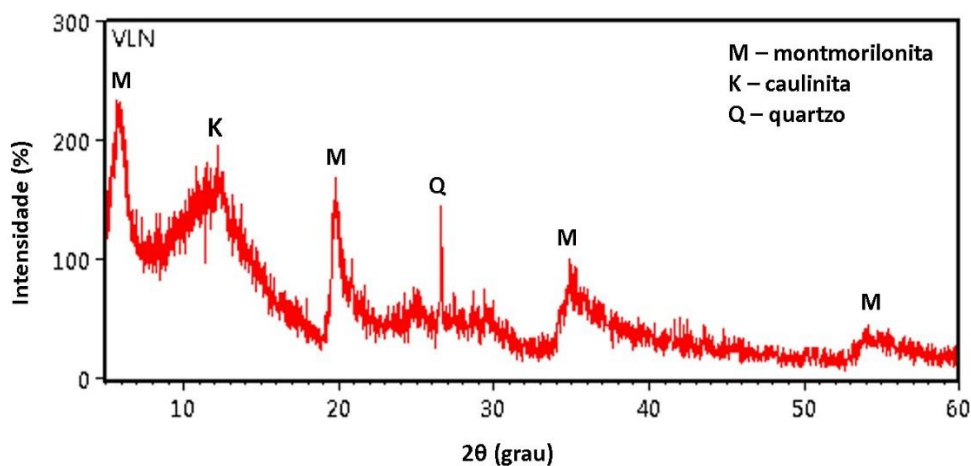
considerado dentro da margem típica para valores de capacidade de troca catiônica em bentonitas (SOUZA SANTOS, 1989). A influência da etapa de ativação com Na_2CO_3 foi observado por Scharf, Almerindo e Magalhães (2019), ao encontrar valores de CTC na faixa entre 60 a 170 mEq/100g para argilas bentonitas provenientes do estado da Paraíba, dentre elas, a argila verde lodo. Resultados positivos através do tratamento com Na_2CO_3 foram obtidos em bentonitas provenientes da Turquia (YILDIZ & ÇALIMLI, 2002) e em argilas bentonitas encontradas no Paraná (SCHMITT *et. al.*, 2018).

Morais e colaboradores (2018) relatam a influência direta de variações de umidade do tempo de cura na CTC em argilas bentoníticas submetidas a tratamento com carbonato de sódio, exibindo a umidade a 60% e um período de 15 dias de tempo de cura como ótimos para melhores resultados de CTC e também nas propriedades reológicas e de filtração.

4.1.4 Difração de Raios X (DRX)

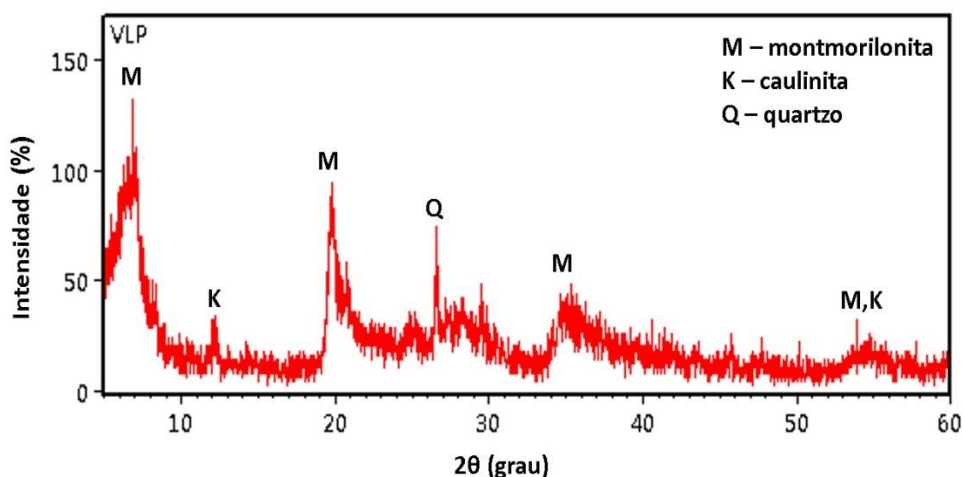
Os resultados da análise de difração de raios X das amostras VLN e VLP são apresentados nas Figuras 23 e 24 a seguir.

Figura 23 - Difratoograma de raios X da amostra VLN.



Fonte: Imagem da autora.

Figura 24 - Difratoograma de raios X da amostra VLP.



Fonte: Imagem da autora.

A partir dos difratogramas obtidos, foi possível identificar presença de montmorilonita à semelhantes distâncias interplanares em ambas as amostras, observando picos a 4,48Å, 2,57Å e 1,68Å para a amostra VLN ($2\theta = 19,78^\circ$, $34,89^\circ$ e $54,27^\circ$, respectivamente), e 4,49Å, 2,57Å e 1,69Å para a amostra VLP ($2\theta = 19,77^\circ$, $34,77^\circ$ e $54,21^\circ$, respectivamente). Argilominerais também do grupo das esmectitas foram encontrados em picos localizados a 15,23Å ($2\theta = 5,80^\circ$) e 12,66Å ($2\theta = 6,98^\circ$). A presença do quartzo foi encontrada em ambas as amostras a 3,35Å ($2\theta = 26,58^\circ$). O mineral haloisita foi encontrado para a amostra VLP em 7,26Å ($2\theta = 12,18^\circ$) e 1,69Å ($2\theta = 54,21^\circ$), juntamente com montmorilonita.

Diante dos resultados expostos, é possível afirmar que o processo de purificação da argila mostrou-se satisfatório quanto a diminuição do teor de minerais acessórios, a exemplo do quartzo e da caulinita. O processo de purificação não alterou os resultados do difratograma, sendo possível encontrar o mineral de interesse, a montmorilonita, em picos considerados característicos para o material, com valores de distância interplanar similares aos reportados por Cavalcanti (2018) e Marques (2018).

4.1.5 Fluorescência de Raios X (FRX)

Os resultados obtidos no ensaio de fluorescência de raios x são exibidos nas Tabelas 4 e 5, onde estão representadas as composições químicas das amostras VLN e VLP.

Tabela 4 - Percentual de Óxidos VLN.

Óxidos (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	K ₂ O	TiO ₂	Demais óxidos	Perda ao Fogo (%)
	56,04	23,98	11,15	3,95	1,65	1,42	1,34	0,468	12,22

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 5 - Percentual de Óxidos VLP.

Óxidos (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	TiO ₂	Demais óxidos	Perda ao Fogo (%)
	50,22	26,41	6,50	6,43	1,40	1,26	1,12	0,76	11,57

Fonte: Elaborada pela autora.

As Tabela 4 e 5 mostram a composição química das amostras VLN e VLP, respectivamente. Para a amostra VLN, é possível constatar altos teores de SiO₂ e Al₂O₃, que se mantiveram altos após o processo de purificação, como evidencia os resultados para a amostra VLP. O teor de Fe₂O₃ de 11,15%, para a amostra VLN foi reduzido consideravelmente para 6,43% para a argila purificada VLP, o que pode indicar eficiência na etapa de remoção de ferro na qual a argila ainda em suspensão foi submetida. São observados também baixos valores para os teores de MgO, CaO, K₂O e TiO₂ para ambas as amostras.

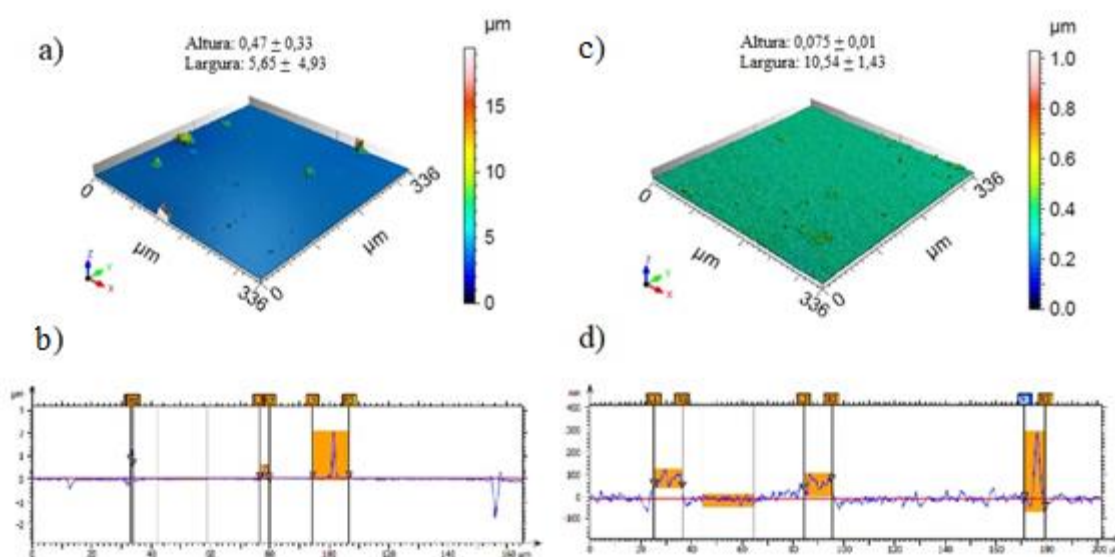
O teor encontrado para TiO₂ é típico para argilas bentonitas da região Nordeste do Brasil, e a presença dos óxidos de magnésio e cálcio comprovam a natureza policatiônica do material (CAVALCANTI, 2018). O teor de Fe₂O₃ para a amostra VLN foi similar ao obtido por Cavalcanti (2018) para argila verde lodo *in natura*, que pode ser considerado típico de argilas encontradas no município de Boa Vista – PB, diante dos teores aproximados encontrados por Brasileiro (2018), Silva (2017) e Ferreira *et. al.* (2013), em seus estudos realizados utilizando argilas bentoníticas provenientes da mesma região.

A perda ao fogo para a amostra VLN apresentou valor de 12,22%, caindo em aproximadamente 5% no resultado encontrado para a amostra VLP, que apresentou 11,57%.

4.1.6 Análise Morfológica por Perfilometria

A Figura 25 a seguir exhibe os resultados obtidos para as amostras VLN e VLP na análise utilizando o perfilômetro.

Figura 25 - Morfologia e medida de altura e largura das partículas das amostras a-b) VLN e c-d) VLP.



Fonte: Imagem da autora.

Ao analisar a Figura 25 acima é interessante citar que, para valores de largura, a argila purificada (VLP) destacou-se por obter valores maiores em relação à amostra VLN, tendo a VLP apresentado uma média de largura no valor de $10,54 \pm 1,43$ μm e a VLN apresentou a média de $5,65 \pm 4,93$ μm. Uma possível explicação para esses valores mais elevados pode ser pelo fato da amostra VLP ser mais higroscópica que a amostra VLN, e o aumento dessa largura detectada pelo equipamento pode ter relação com a maior aglomeração das partículas da amostra que passou por processo de purificação. A higroscopicidade da amostra VLP facilita a miscibilidade da argila em meio aquoso ao incorporá-la na formulação cosmética como princípio ativo.

Vale considerar a diminuição significativa para valores de altura da amostra VLP, apresentando $0,075$ μm, enquanto que a amostra VLN obteve uma altura de partícula de $0,47$ μm, inclusive apresentando um maior valor de desvio padrão de $0,33$, em comparação com o valor de desvio de $0,01$ para a amostra VLP.

É possível que um menor valor de desvio padrão para a argila VLP em termos de altura de partícula esteja associado ao fato de que esta amostra foi submetida ao processo de secagem por *spray dryer* durante a etapa de purificação, que se trata de uma técnica que exhibe resultados positivos, oferecendo um produto da secagem com tamanho específico de partículas (SHISHIR & CHEN, 2017; ENGEL *et. al.*, 2017), quando comparadas com a irregularidade encontrada nos tamanhos de partículas de argilas em estado natural. Partículas uniformes e

menores incorporadas em formulações cosméticas, a exemplo de produtos desenvolvido com ativos nanotecnológicos, permitem uma melhor absorção do produto pela pele, aumentando a eficiência da ação do cosmético (ARAÚJO *et. al.*, 2019).

Os tópicos a seguir passam a discutir a formulação de base facial desenvolvida, isto é, utilizando como princípio ativo na composição a argila verde lodo submetida ao processo de purificação (VLP).

4.2 Desenvolvimento de tonalidade de base facial utilizando colorímetro

A Tabela 6 exibe uma análise comparativa entre as bases facial desenvolvida utilizando a argila VLP como ativo e duas bases comerciais, sendo a avaliação realizada em termos de parâmetros do espaço de cor CIE $L^*a^*b^*$.

Tabela 6 - Comparativo da análise de tonalidade em amostras de bases faciais comerciais e base desenvolvida utilizando o colorímetro.

Espaços de cor	Tonalidade Comercial nº 1	Tonalidade Comercial nº 2	Tonalidade Desenvolvida
L^*	37,35	47,11	50,62
a^*	9,53	9,22	8,99
b^*	13,17	11,15	13,87

Fonte: Elaborada pela autora.

A Tabela 6 mostra valores aproximados para os parâmetros L^* , a^* e b^* nas 3 bases analisadas pelo colorímetro. O valor de 50,62 obtido para L^* em termos de luminosidade da base (variação do preto/branco), mostra que a base facial desenvolvida atingiu em sua tonalidade uma escala de luminosidade maior que as comerciais, 37,35 e 47,11 para as bases faciais comerciais 1 e 2, respectivamente. O parâmetro a^* (variação verde/vermelho) exibiu valores bem próximos entre as 3 bases avaliadas, mostrando que todas apresentaram valores com maior tendência ao eixo correspondente ao gradiente de tonalidade vermelha (9,53, 9,22 e 8,99 para as bases comerciais 1 e 2 e base facial desenvolvida, respectivamente). Comportamento similar foi observado nos valores para o parâmetro b^* (variação azul/amarelo), onde as bases faciais comerciais 1 e 2, comparadas com a base facial

desenvolvida, apresentaram resultados com pouca variação (13,17, 11,15 e 13,87, respectivamente) tendendo ao eixo referente à escala de tonalidade amarelada.

Após confirmar a adequação da tonalidade da base facial desenvolvida ao compará-la com as comerciais, a base foi aplicada em uma região do rosto a fim de observar se o tom se aproxima ao tom de pele escolhido para o produto. A Figura 26 mostra um comparativo entre a cor da base aplicada na pele.

Figura 26 - Comparativo da análise de tonalidade da base facial sobre a pele.



Fonte: Imagem da autora.

Observa-se na Figura 26 que a tonalidade escolhida teve completa adequação quando aplicada sobre a pele, confirmando os resultados obtidos pela análise com o colorímetro, onde foi visto que os valores de $L^*a^*b^*$ se mostraram bastante próximos aos encontrados nas bases comerciais utilizadas como parâmetro comparativo.

4.3 Estudo da Estabilidade da formulação

Após submeter a base facial desenvolvida à agitação em centrífuga por 15 min a 2200 rpm, foi observado que não houve alteração quanto à homogeneidade da formulação. Dando continuidade ao estudo de estabilidade acelerada, a amostra de base facial contendo argila verde lodo foi dividida em 4 recipientes de vidro, com igual capacidade e preenchidos da mesma forma. Cada recipiente foi submetido à diferentes exposições de temperatura

(temperatura ambiente, contato direto com luz solar, estufa a 50 °C e geladeira a 5 °C), sendo estes mantidos às mesmas condições de origem durante os 28 dias de estudo.

As Tabelas 7, 8, 9 e 10 mostram a avaliação de todos os parâmetros organolépticos e físico-químicos estabelecidos para o estudo de estabilidade acelerada da base facial contendo argila verde lodo na concentração de 3%.

Tabela 7 - Ficha de análise de estabilidade da formulação de base facial exposta à temperatura ambiente.

CONDIÇÕES ANALISADAS	MEDIDA INICIAL (T ₀)	AMBIENTE			
		7° DIA	14° DIA	21° DIA	28° DIA
Aspecto	N *	N	N	N	N
Cor	N	N	N	N	N
Odor	N	N	N	N	N
pH	7,08	7,72	7,14	7,24	7,29
<i>Spindle</i> (rotor)	3	3	3	3	3
Rotação (rpm)	6	6	6	6	6
Viscosidade (mPa.s)	19980	19980	19980	19980	19980

* N: Normal, sem alteração.

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 8 - Ficha de análise de estabilidade da formulação de base facial em temperatura ambiente, com exposição à luz solar.

CONDIÇÕES ANALISADAS	MEDIDA INICIAL (T ₀)	SOL			
		7° DIA	14° DIA	21° DIA	28° DIA
Aspecto	N	N	N	N	N
Cor	N	N	N	N	N
Odor	N	N	N	N	N
pH	7,61	7,54	7,54	7,65	7,62
<i>Spindle</i> (rotor)	3	3	3	3	3
Rotação (rpm)	6	6	6	6	6
Viscosidade (mPa.s)	19980	19980	19980	19980	19980

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 9 - Ficha de análise de estabilidade da formulação de base facial em temperatura de 50°C, armazenada em estufa.

CONDIÇÕES ANALISADAS	MEDIDA INICIAL (T ₀)	ESTUFA			
		7° DIA	14° DIA	21° DIA	28° DIA
Aspecto	N	N	N	N	N
Cor	N	N	N	N	N
Odor	N	N	N	N	N
pH	7,36	7,40	7,51	7,21	7,31
<i>Spindle</i> (rotor)	3	3	3	3	3
Rotação (rpm)	6	6	6	6	6
Viscosidade (mPa.s)	19980	19980	19980	19980	19980

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 10 - Ficha de análise de estabilidade da formulação de base facial em temperatura de 5°C, armazenada em geladeira.

CONDIÇÕES ANALISADAS	MEDIDA INICIAL (T ₀)	GELADEIRA			
		7° DIA	14° DIA	21° DIA	28° DIA
Aspecto	N	N	N	N	N
Cor	N	N	N	N	N
Odor	N	N	N	N	N
pH	7,70	7,79	7,75	7,52	7,54
<i>Spindle</i> (rotor)	3	3	3	3	3
Rotação (rpm)	6	6	6	6	6
Viscosidade (mPa.s)	19980	19980	19980	19980	19980

Fonte: Elaborada pela autora.

O estudo de estabilidade acelerada realizado para o presente trabalho mostra que a formulação de base facial contendo argila bentonita verde lodo atende aos critérios necessários para aprovação de produtos, de acordo com o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos produzido pela ANVISA (2004), onde aspecto, cor e odor permaneceram íntegros por todo o período de realização dos testes, valores de pH se mantiveram sem alterações bruscas, havendo também constância nos valores de viscosidade obtidos para as 4 amostras submetidas à 4 diferentes condições.

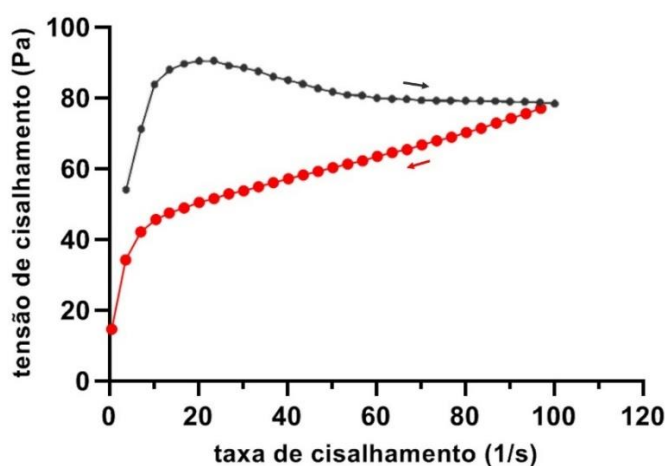
Tsolis e Castro (2016) relatam a importância do estudo de estabilidade de formulações e da dificuldade em obter resultados que atendam aos requisitos necessários para caracterizar um produto de qualidade. Esse desafio é maior quando se trata de bases faciais, por

apresentarem dificuldade em manter o equilíbrio nas interações entre os componentes presentes em sua formulação, devendo se manter estável desde o seu desenvolvimento até o tempo de vida útil do produto.

4.4 Estudo Reológico da formulação

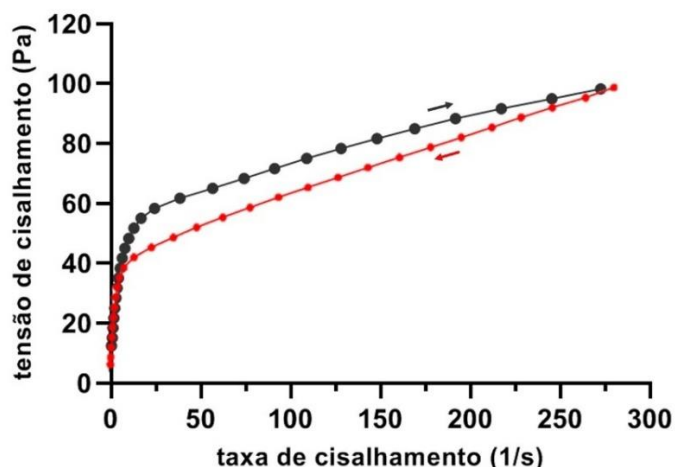
As Figuras 27 e 28 mostram o comportamento reológico da base facial desenvolvida, onde o reograma representado na Figura 27 foi obtido através de análise com controle de taxa de cisalhamento de 0 a 100 s^{-1} , e o representado na Figura 28 obtido mantendo o controle da tensão de cisalhamento na faixa de 0,1 a 100 Pa.

Figura 27 – Tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento com controle de taxa de cisalhamento de 0 a 100 s^{-1} .



Fonte: Imagem da autora.

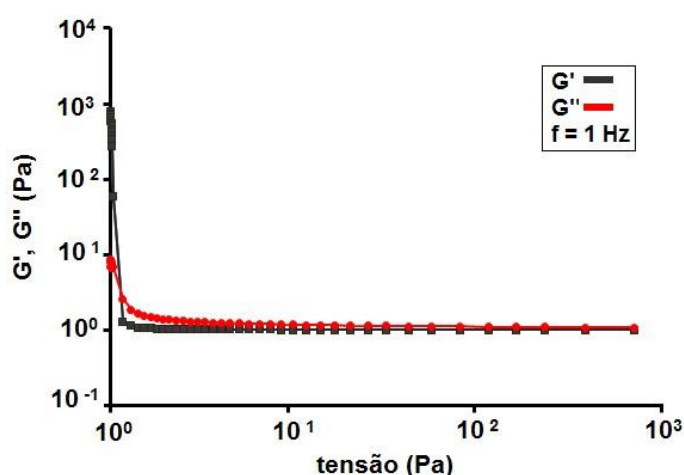
Figura 28 – Tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento com controle de tensão de cisalhamento de 0,1 a 100 Pa.



Fonte: Imagem da autora.

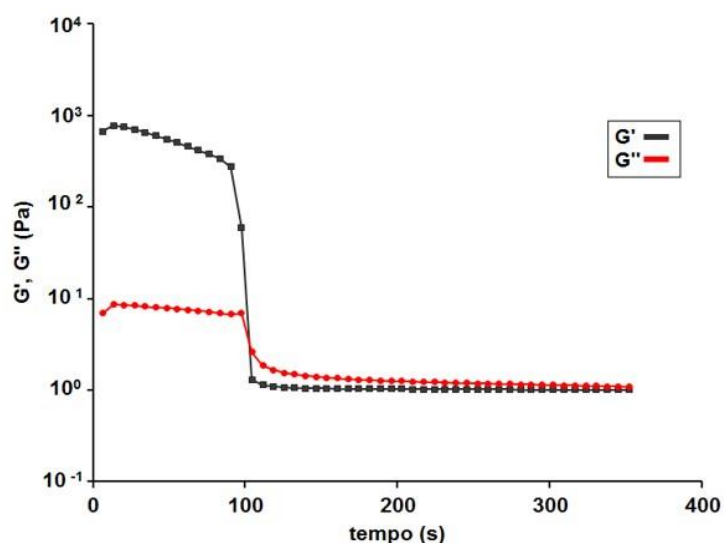
Analisando as Figuras 27 e 28 acima é possível confirmar comportamento de fluido pseudoplástico representado nos reogramas, sendo um comportamento esperado para uma emulsão. O caráter tixotrópico da base facial é caracterizado pela curva descendente (em vermelho) localizada abaixo da curva ascendente (em preto) em ambos os reogramas, porém sob as condições de análise de controle de taxa de cisalhamento de 0 a 100 s^{-1} (Figura 21), é possível observar uma área mais expressiva entre as curvas. Estudos realizados por Coutinho e colaboradores (2018) exibiram comportamentos semelhantes nas emulsões avaliadas, ressaltando a tixotropia como uma das características de maior importância no desenvolvimento de produtos cosméticos e farmacêuticos, interferindo em aspectos sensoriais como espalhabilidade e aderência. Produtos de característica tixotrópica apresentam-se menos viscosos quando são submetidos a uma pressão externa, facilitando o espalhamento do mesmo na região onde aplicado, e recuperando a viscosidade inicial quando a tensão aplicada anteriormente cessa. Essa característica permite a fixação do produto na região.

Figura 29 – Módulos de armazenamento (G') e de perda (G'') versus tensão.



Fonte: Imagem da autora.

Figura 30 – Módulos de armazenamento (G') e de perda (G'') versus tempo.



Fonte: Imagem da autora.

As Figuras 29 e 30 mostram próximo à origem valores de G' maiores que os apresentados por G'' , porém em determinado ponto de ambas as figuras é possível observar que o valor de G'' se sobressai até que as curvas se encontrem. De acordo com Ferreira (2019) e Costa (2017), valores maiores para o módulo de perda indicam predomínio dos efeitos viscosos na formulação. Quando as curvas se encontram, é possível afirmar maior influência das forças viscosas perante as elásticas. A predominância das forças viscosas é um comportamento esperado para a base facial avaliada, visto que a predominância das forças elásticas caracteriza um produto com aspecto de gel, não desejado para emulsão em questão.

4.5 Controle de Qualidade microbiológica da formulação

Ao realizar o ensaio de controle de qualidade microbiológico da formulação através do Biolaminoteste, foram adicionadas gotas da amostra de base facial contendo argila verde lodo em ambas as faces do dispositivo, em diferentes pontos de sua extensão, como mostra a Figura 31.

Figura 31 - Disposição da amostra de base facial contendo argila verde lodo sobre as faces do dispositivo para análise microbiológica (Biolaminoteste da marca IPEL).



Fonte: Imagem da autora.

Após o período de 72h de repouso e mesmo depois de 28 dias da amostra aplicada, foi observado que não houve crescimento de fungos, leveduras e bactérias sobre as faces dos dispositivos utilizados para a realização do ensaio, caracterizando que a formulação desenvolvida para o presente trabalho não oferece riscos de contaminação ao consumidor do produto ao aplicá-lo na pele.

Dentre os possíveis fatores para esse resultado positivo, a temperatura de entrada de 140 °C no processo de secagem via *spray dryer* pode ter contribuído para um produto final seguro para uso, visto que a secagem por *spray dryer* é conhecida por ser capaz de obter um produto de secagem microbiologicamente estável, sendo uma técnica conhecida e utilizada por indústrias dos segmentos de alimentos, fármacos e cosméticos (MAIA, 2019). A esterilização a 110 °C por 24 h após a etapa de secagem, bem como a utilização do sistema conservante utilizado na formulação cosmética, puderam garantir um produto livre de contaminantes e seguro para o consumidor.

Em seu estudo, Cavalcanti (2018) realizou o controle microbiológico através do método de plaqueamento em sua formulação de maquiagem mineral, onde as amostras solubilizadas foram dispostas em placas e retiradas para análise após o período de incubação de 5 dias a aproximadamente 35 °C, obtendo resultados equivalentes ao presente trabalho, apontando ausência para quaisquer tipos de microrganismos contaminantes na formulação desenvolvida.

4.6 Análise Sensorial

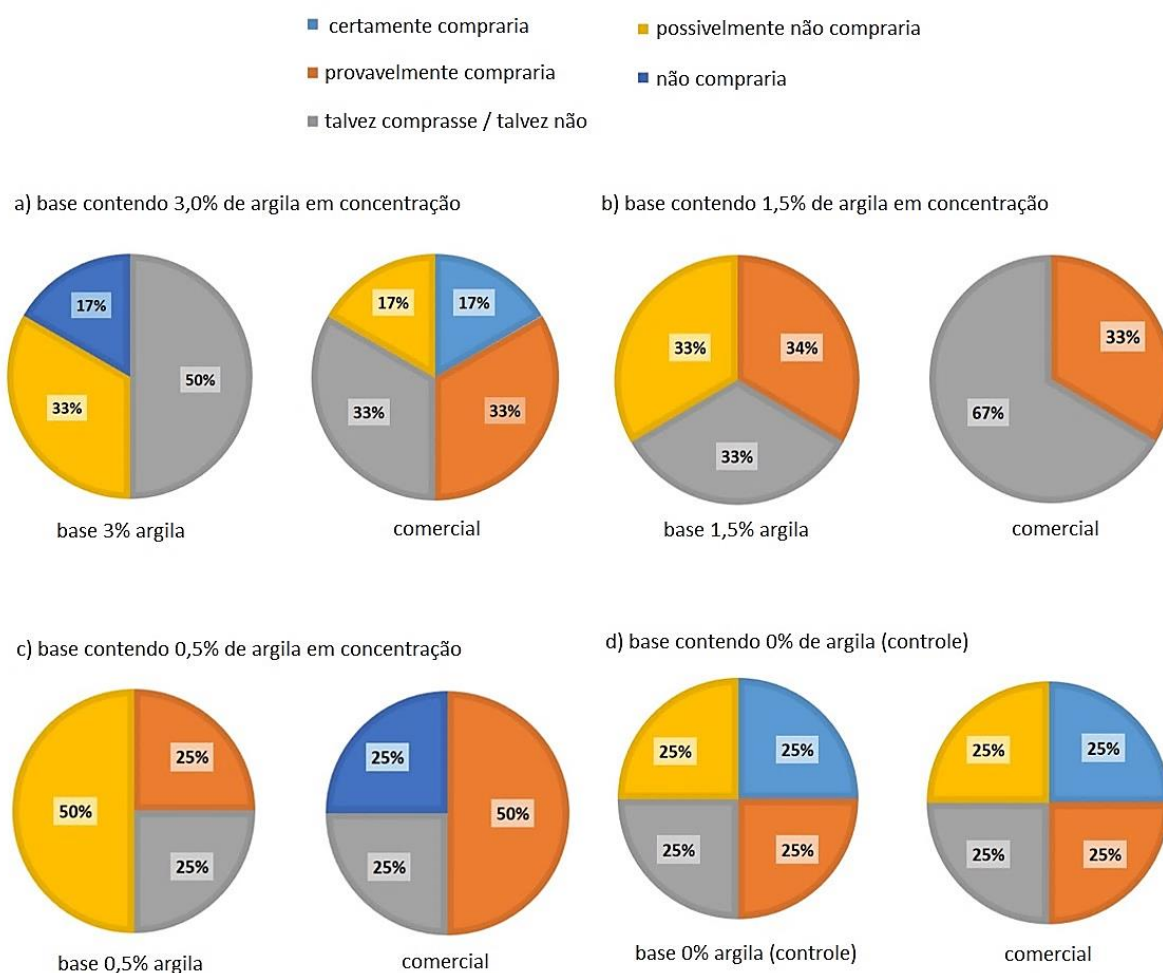
Os resultados referentes à percepção dos 20 voluntários, avaliados no período de 8 h em que experienciaram o uso das bases desenvolvida e comercial, serão discutidos nos tópicos a seguir. O tempo selecionado de 8 horas é referente ao período em que os benefícios para a pele são garantidos de acordo com a empresa que desenvolveu o produto comercial escolhido como comparativo no presente estudo. É importante que, para a avaliação dos resultados, sejam levados em consideração os seguintes pontos:

- Argila 3%: Base facial contendo 3% de argila verde lodo em sua composição;
- Argila 1,5%: Base facial contendo 1,5% de argila verde lodo em sua composição;
- Argila 0,5%: Base facial contendo 0,5% de argila verde lodo em sua composição;
- Argila 0% (Controle): Base facial sem argila verde lodo em sua composição;
- Comercial: Base Facial já conhecida no Mercado Cosmético, cujos atributos são os mesmos esperados pela base facial desenvolvida no projeto (controle de oleosidade, disfarce de poros e função de hidratação da pele ao longo de 8 h de uso).

O estudo foi realizado fazendo um comparativo entre as bases desenvolvidas para o presente trabalho, aplicadas no lado direito do rosto dos voluntários, e a base comercial aplicada no lado esquerdo do rosto. Para todos os resultados analisados a seguir, a aplicação dos produtos seguiu esta premissa. Foram selecionados 20 voluntários, sendo 16 do sexo feminino e 4 do sexo masculino, todos com peles de características mista a oleosa com tendência a acne.

Após o cumprimento do período de 8 h de aplicação dos produtos na pele, os voluntários foram convidados a responder um questionário, que apresentou atributos das bases a serem avaliados, bem como sugeriu ao voluntário classificar o grau de interesse do mesmo em relação aos produtos testados. O Gráfico 1 a seguir exibe os resultados referentes ao Teste de Aceitação e Atitude de Compra.

Gráfico 1 - Resultados do Teste de Aceitação e Atitude de Compra, comparando a formulação contendo: a) 3%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados do Gráfico 1 mostram que, quanto maior a concentração de argila na formulação, maior a neutralidade dos voluntários acerca do interesse de possivelmente adquirir o produto. Em a), é possível ver que as respostas sensoriais referentes à base comercial foram mais inclinadas ao desejo de aquisição da mesma, quando comparada com a base contendo 3,0% de argila. Em b) e c), a percepção dos voluntários sobre as bases desenvolvidas com argila (1,5% e 0,5% respectivamente) foi bastante similar, apresentando opiniões que envolvem a possibilidade de adquirir ou não o produto. Em d) onde a avaliação envolveu a percepção entre a base facial sem argila e a base comercial, as opiniões foram iguais para ambos os produtos.

O certo grau de imparcialidade apresentado na análise pode estar atribuído ao fato de que, de acordo com os questionários coletados, todos os produtos testados apresentavam tanto pontos favoráveis quanto alguns fatores que desagradaram ao longo do tempo de uso. Uma explicação para a resposta sensorial dos voluntários se apresentar mais favorável às bases que não contem argila na composição e a comercial pode estar atribuída textura de ambas, que possuem melhor espalhabilidade quando comparadas às bases com a bentonita verde lodo em maiores concentrações, que são mais espessas.

Outros pontos discutidos pelos voluntários no decorrer do tempo de uso atribui-se a sensação de aumento de oleosidade do lado da face onde estava aplicada a base comercial, entrando em confronto com a promessa do produto comercial em relação ao controle de oleosidade no período estipulado de 8 horas. Em relação à base desenvolvida, houveram críticas relacionadas ao sensorial de pele mais ressecada que o normal, podendo estar atribuído aos voluntários que experienciaram o uso da base contendo a maior concentração de argila, tratando-se de um resultado esperado no estudo desenvolvido.

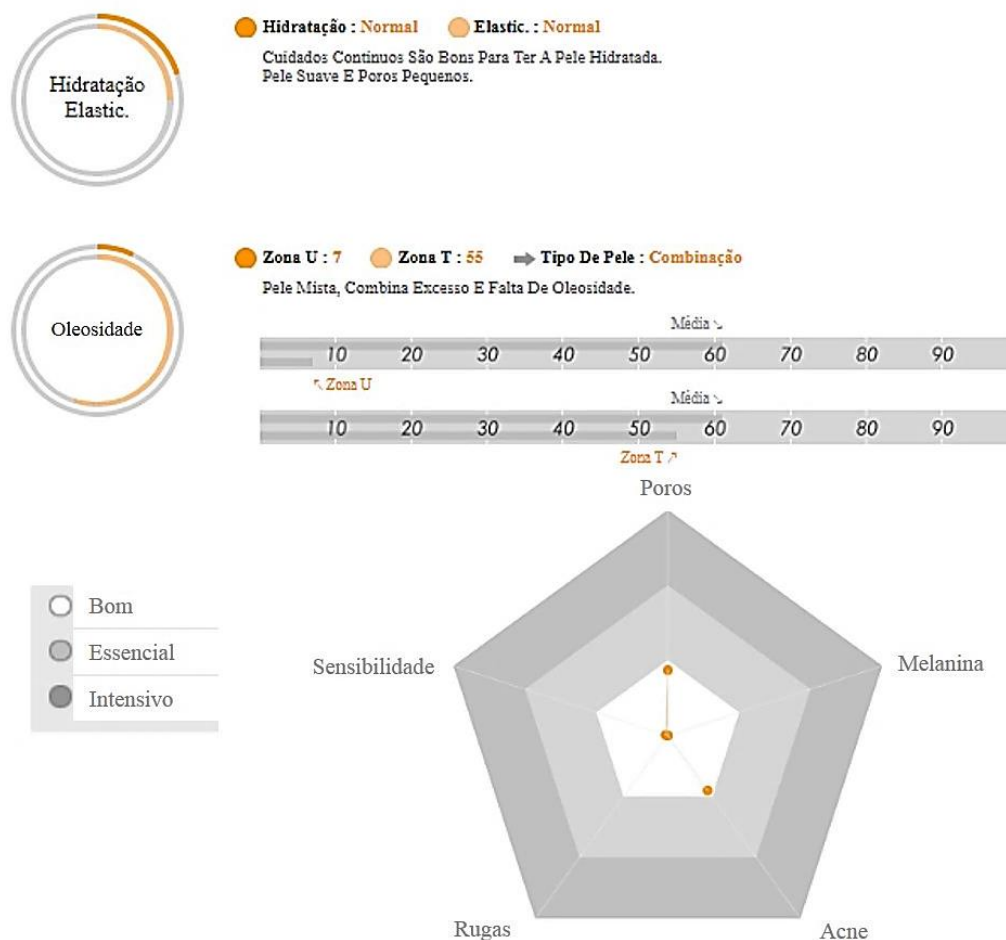
4.7 Estudo cinético basal da função da pele dos voluntários

A discussão dos tópicos a seguir são baseadas nos resultados gerados através da análise estatística realizada através do programa *GraphPad Prism 8*, após a coleta de tratamento dos dados numéricos provenientes das sondas que avaliaram os atributos de interesse na pele dos voluntários. É importante salientar que todas as bases desenvolvidas em diferentes concentrações no estudo proposto entraram em confronto com a mesma base comercial.

4.7.1 Análise da pele através do equipamento API-100 (Aram Huvis)

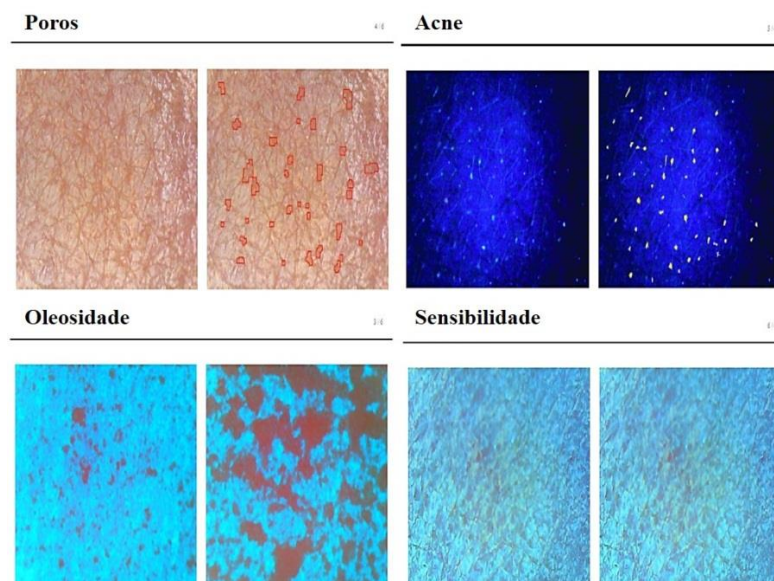
A análise através do equipamento API-100 da marca Aram Huvis permite uma avaliação completa da pele do voluntário, gerando valores numéricos para cada atributo da pele avaliado pelo equipamento, bem como imagens que mostram a superfície da pele em escala microscópica. Após os dados serem recebidos no software *Solutionist*, é gerado um resumo das informações da pele estudada, trazendo valores estimados e imagens relacionadas aos atributos da pele selecionados para a realização da análise em comparativo com valores de referência presente no banco de dados do *software* (Figuras 32 e 33). Os atributos selecionados para o presente trabalho foram hidratação, elasticidade, poros, acne, oleosidade e sensibilidade.

Figura 32 – Resumo ilustrativo de informações acerca da análise da pele através do programa *Solutionist*.



Fonte: *Software Solutionist.*

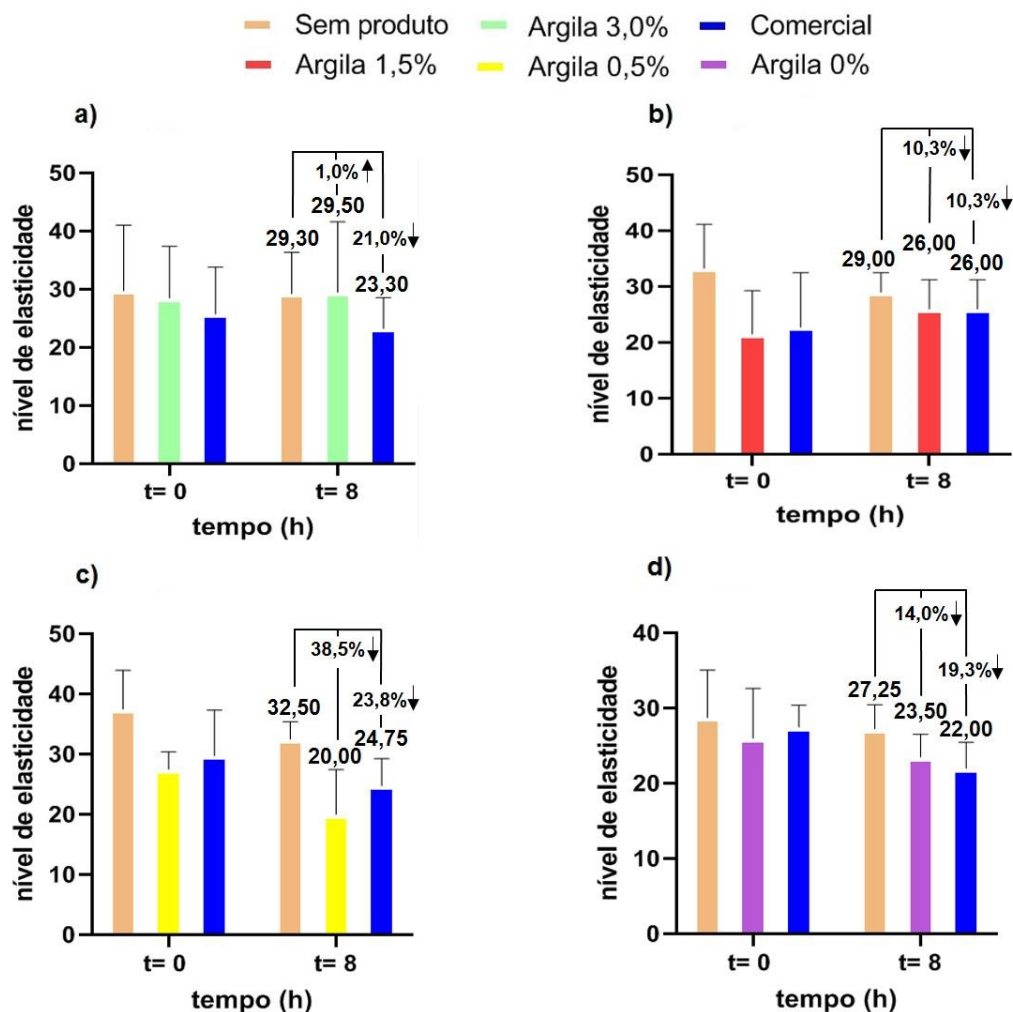
Figura 33 – Imagens ilustrativas geradas pelo equipamento API-100 transmitidas para o software *Solutionist*.



Fonte: *Software Solutionist.*

Os Gráficos de 2 a 6 exibem os resultados da análise estatística obtida por meio do tratamento dos dados coletados das análises na pele dos voluntários com o equipamento API-100.

Gráfico 2 - Análise da elasticidade da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.

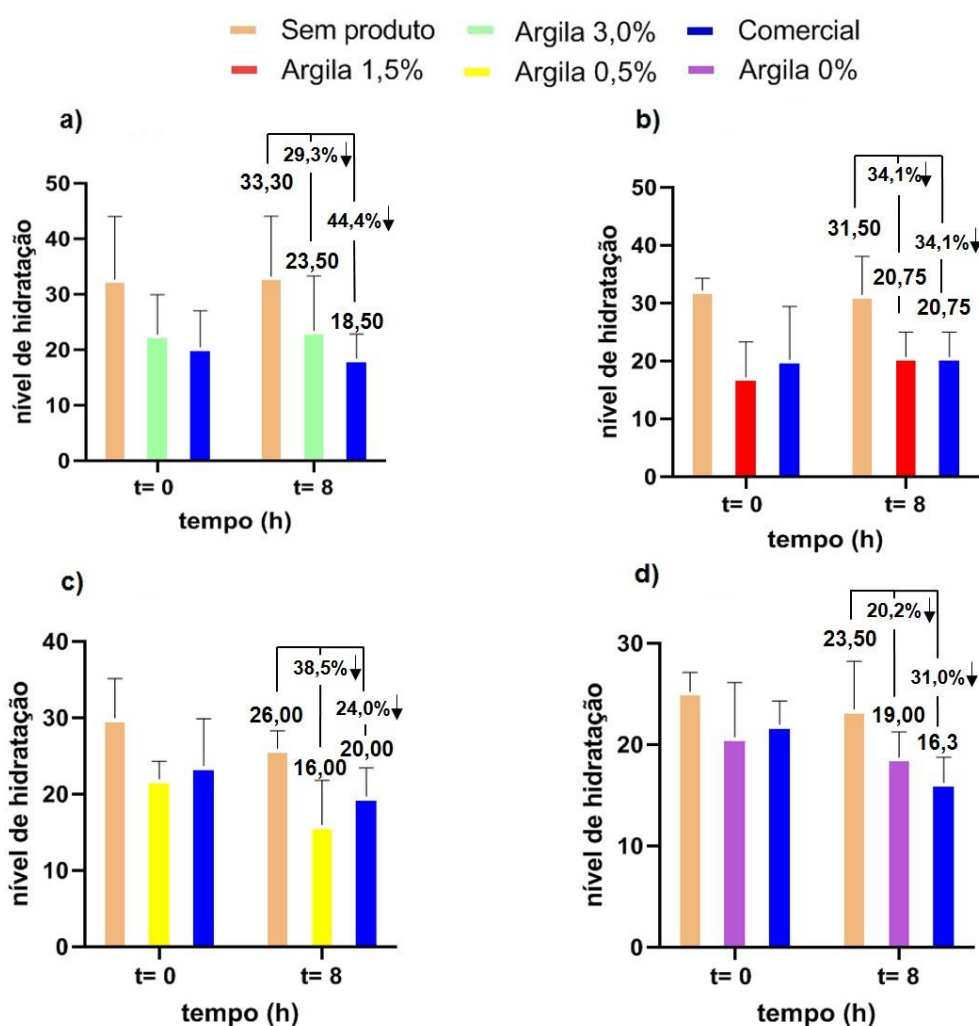


Fonte: Elaborado pela autora.

Com os resultados exibidos pelo Gráfico 2 acima, foi possível observar em a) que a base facial contendo 3% de argila verde lodo em concentração manteve os níveis de elasticidade da pele dos voluntários mesmo após 8 horas de uso do produto, em contrapartida o produto comercial apresentou leve diminuição nesse quesito, apresentando uma queda de 21%. Em b) a base comercial e a base contendo 1,5% de argila promoveram uma redução de 10,3% nos valores de elasticidade, ainda assim mostrando ser um resultado positivo, visto que para a média dos voluntários que usaram esses produtos, no decorrer de 8 h foi apresentado um decréscimo no nível de elasticidade da pele enquanto estavam sem nenhum produto aplicado. Em c) foi observado que houve um decréscimo de 38,5% e 23,8% nos níveis de elasticidade após as 8 h de aplicação para ambas as bases, 0,5% argila e comercial, respectivamente, sendo possível afirmar que concentrações acima desse valor (3% e 1,5% de argila, por exemplo) podem promover o equilíbrio dos níveis de elasticidade da pele durante o período de uso, sendo um fator benéfico por se tratar de um produto que pode ajudar na manutenção desses

níveis durante o período em que está aplicado sobre a pele. Essa afirmação também pode ser endossada ao analisar os resultados encontrados em d), onde a base facial sem a presença da argila verde lodo na composição exibiu decréscimo de 14,0%, juntamente com 19,3% para a base comercial, após 8 h de aplicado.

Gráfico 3 - Análise da hidratação da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.



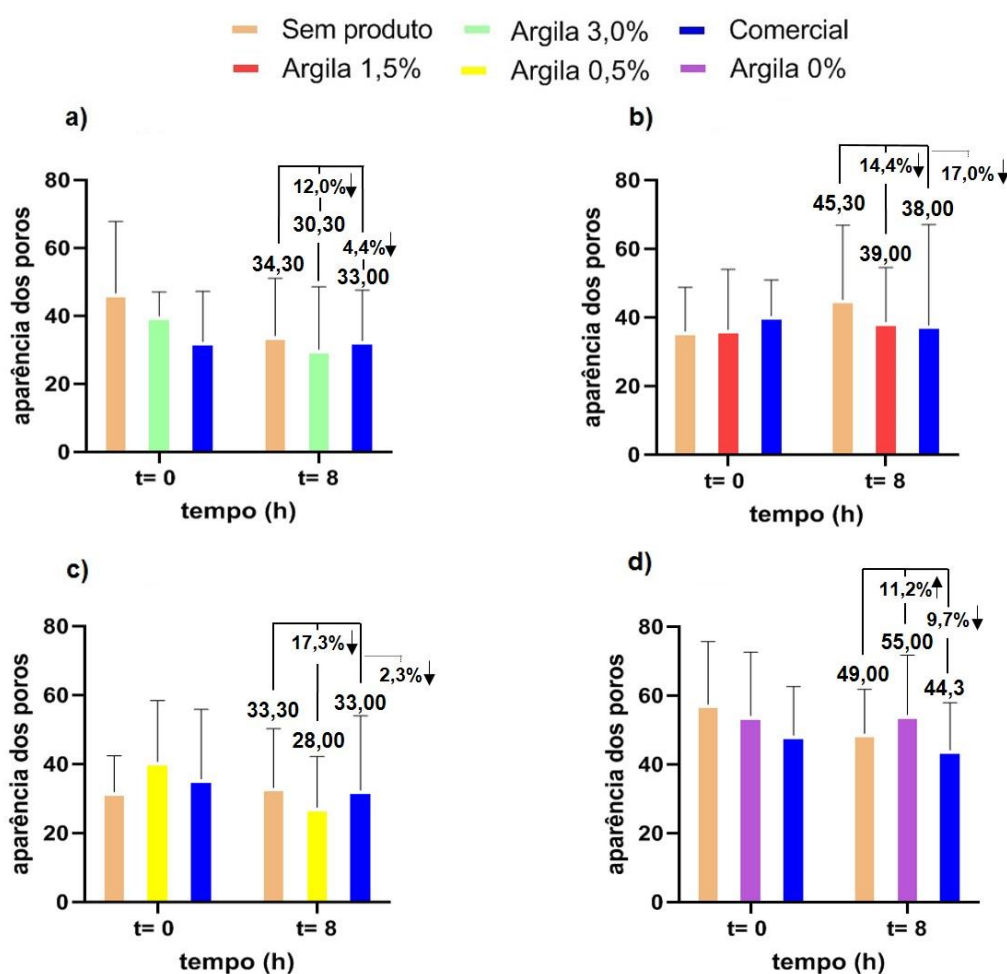
Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 3 mostra que a) e b) as bases contendo 3,0% e 1,5% de argila em concentração apresentaram resultados similares na pele dos voluntários no decorrer de 8 h de uso, apresentando uma diminuição de 29,3% e 34,1%, respectivamente. Os valores de hidratação abaixo dos obtidos para a pele sem produto encontrados nas bases desenvolvidas e

comercial são considerados normais por se tratarem de produtos que contém argila na composição, visto que esse material é hidrofílico.

Em c) e d) observa-se um decréscimo de 38,5% e 20,2% nos níveis de hidratação após as 8 h de aplicação para as bases contendo 0,5% argila e 0% argila (controle) respectivamente. Pelos índices apresentados no eixo do nível de hidratação, é possível afirmar que os participantes apresentam a região da pele analisada com valores que indicam pele normal a seca, sendo possível afirmar as formulações aplicadas não possuem influência significativa em manter ou aumentar a hidratação da pele no decorrer do tempo de uso de produto.

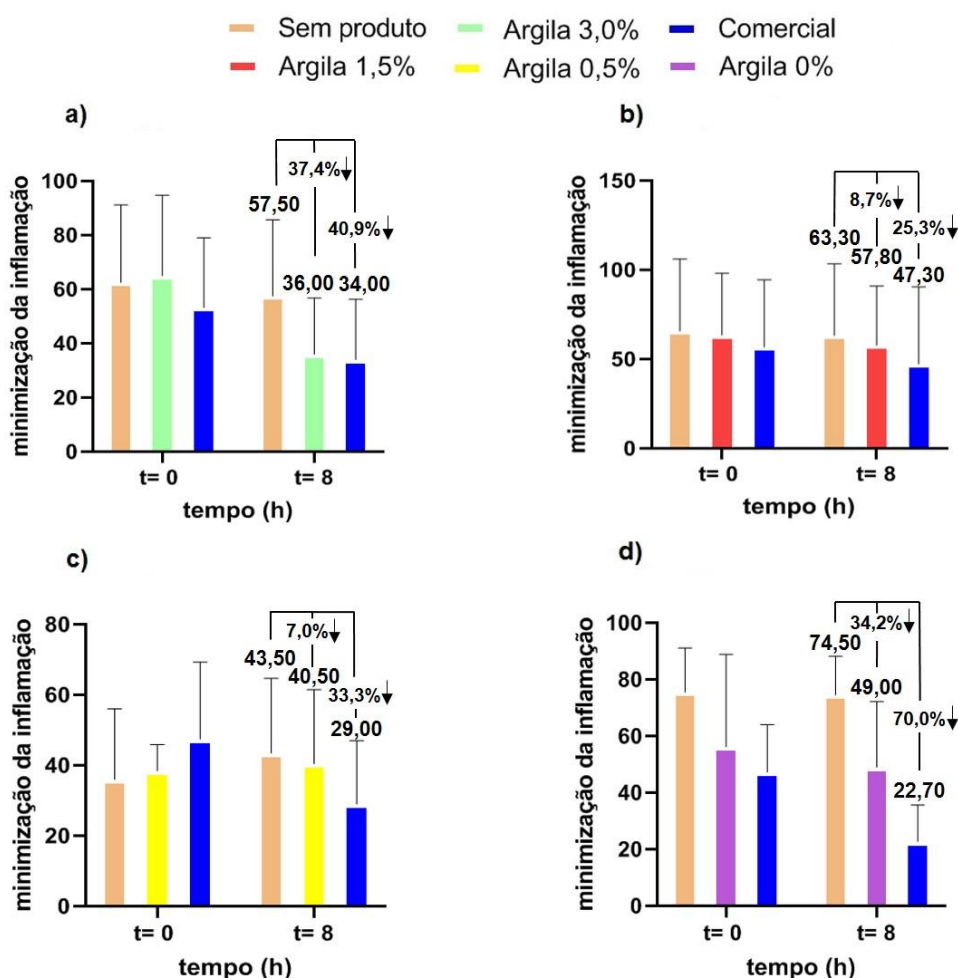
Gráfico 4 - Análise de aparência dos poros da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.



Fonte: Elaborado pela autora.

Analisando o Gráfico 4, percebe-se em a) que a base facial contendo 3% de argila mostrou um resultado positivo perante às demais bases desenvolvidas, apresentando uma diminuição da aparência dos poros de 12,0%, comparada aos 4,4% obtidos pelo produto comercial. Os resultados presentes em b) apresentaram uma redução de 14,4% da aparência dos poros em relação ao resultado obtido com a pele sem produto após 8 h. Em c) foi observada uma diminuição de 17,3%, comparada à diminuição de 2,3% da base comercial, exibindo bom desempenho da argila mesmo em menor concentração. Em d) observa-se o aumento de 11,2% na aparência dos poros na pele ao usar a base sem argila na composição, confirmando a influência da bentonita na formulação.

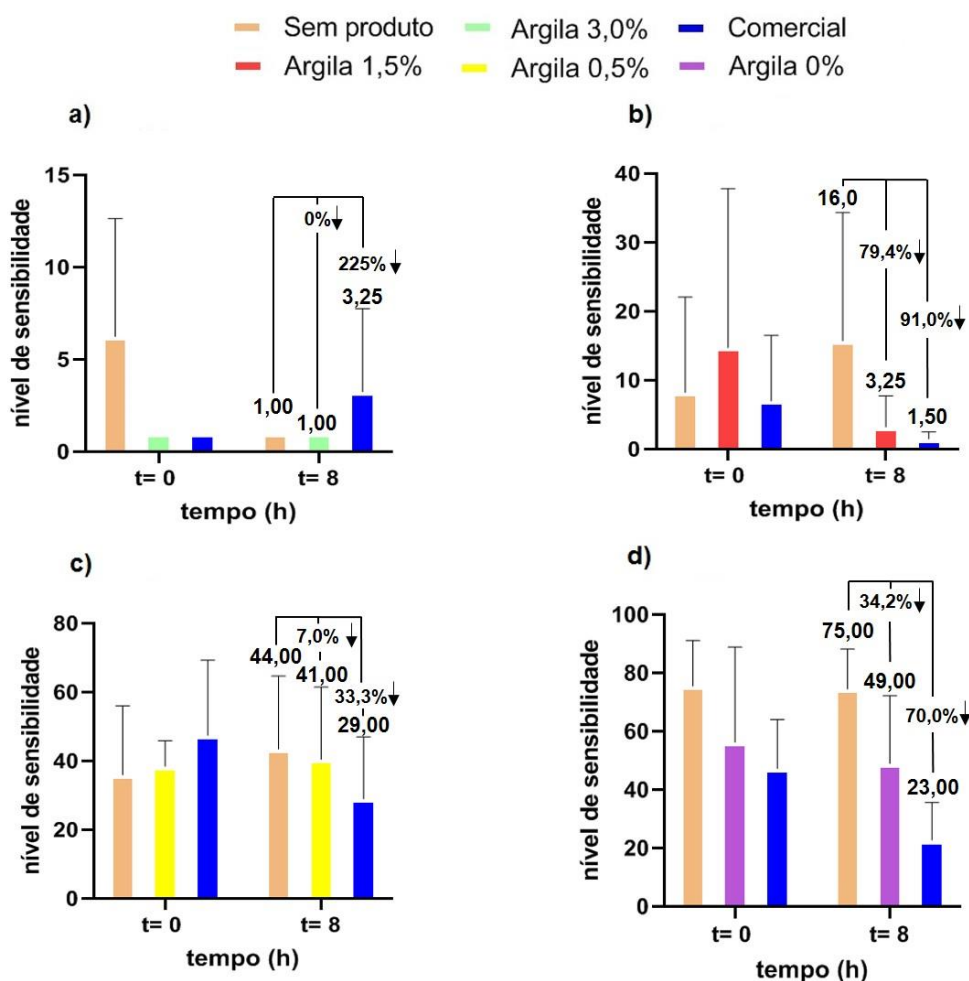
Gráfico 5 - Análise minimização da acne da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.



Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 5 mostra em a) uma diminuição expressiva de 37,4% minimização do processo inflamatório da acne em um período de 8 h de aplicação do produto, indicando que a longo prazo, o uso do produto com 3% de argila em concentração possa ser aliado ao controle da inflamação causada pela acne durante seu uso. As respostas obtidas em b) e c) mostram a diminuição de 8,7% e 7,0% no processo inflamatório da acne, os valores menos expressivos podem indicar que menores concentrações não trazem respostas significativas a curto prazo de controle de inflamação causada pela acne que as bases não trazem resposta significativa na diminuição do processo inflamatório da acne. Em d) é possível observar uma redução de 34,2% na inflamação para a base sem argila bentonita (controle), comparada à redução de 70,0% causada pelo uso da base comercial.

Gráfico 6 - Análise da sensibilidade da pele utilizando o equipamento API-100, comparando a formulação contendo a) 3,0%, b) 1,5%, c) 0,5% e d) 0% (controle) de argila verde lodo com produto comercial.



Fonte: Elaborado pela autora

Ao avaliar os resultados exibidos pelo Gráfico 6, observa-se uma resposta positiva em a) e b), mostrando a influência da argila verde lodo em concentrações iguais ou maiores a 1,5%, contribuindo para manter a pele sem indicativos de sensibilidade durante o tempo em que o produto está aplicado. Em c) e d) os resultados mostram que as bases com 0,5% e 0% (controle) de argila não tendem a agravar o grau de sensibilidade, mas não contribui ativamente para a sua diminuição. Para todas as situações acima descritas, é importante ressaltar que as formulações desenvolvidas comprovadamente não causam irritabilidade na pele no decorrer do uso.

4.7.2 Análise de medida de hidratação da pele através da sonda CORNEOMETER® CM825

A Tabela 11 mostra a faixa de valores utilizados para classificar a pele através da análise da sonda Corneometer.

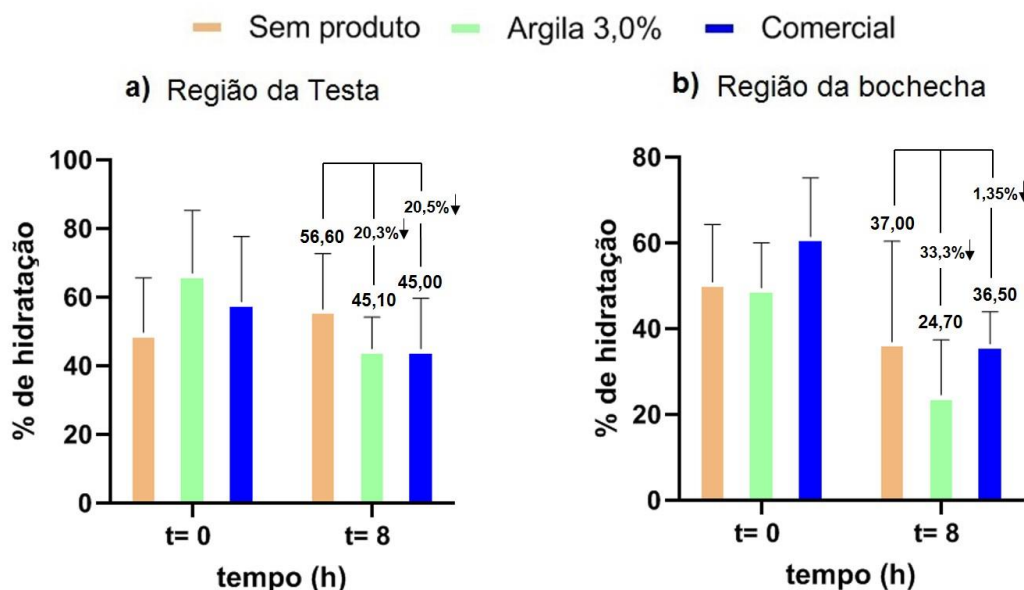
Tabela 11 - Classificação do tipo de pele referente aos valores obtidos através da análise com a sonda Corneometer.

CLASSIFICAÇÃO DA PELE	VALORES ATRIBUÍDOS
muito seca	< 30
seca	30 – 40
suficientemente hidratada	> 40

Fonte: Manual do usuário Corneometer CM-825, da *Courage-Khazaka*.

Os Gráficos de 7 a 10 a seguir mostram a influência das bases faciais em estudo na hidratação da pele. Os resultados foram obtidos através do tratamento dos dados após realizar a avaliação da pele, utilizando a sonda Corneometer CM825.

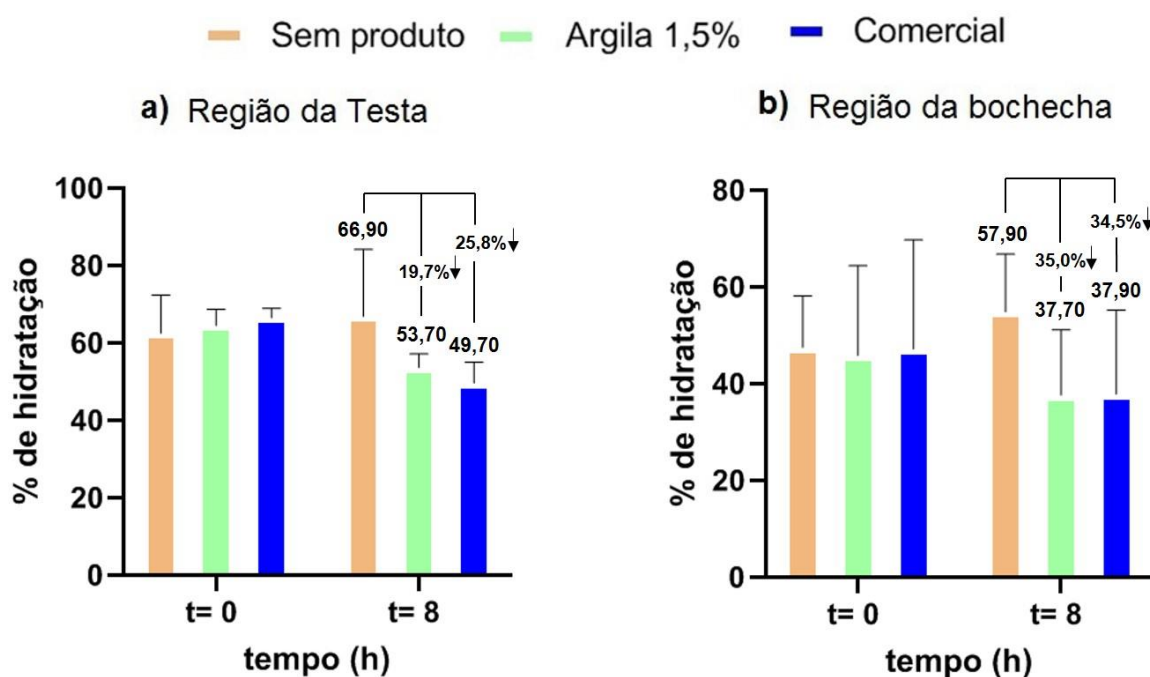
Gráfico 7 – Avaliação da hidratação da pele utilizando a sonda Corneometer, comparando a formulação contendo 3,0% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

Analisando o Gráfico 7, é possível constatar que em a) e b) houve um decréscimo nos valores de hidratação da pele. Essa resposta é normal de ser obtida devido ao caráter hidrofílico da argila.

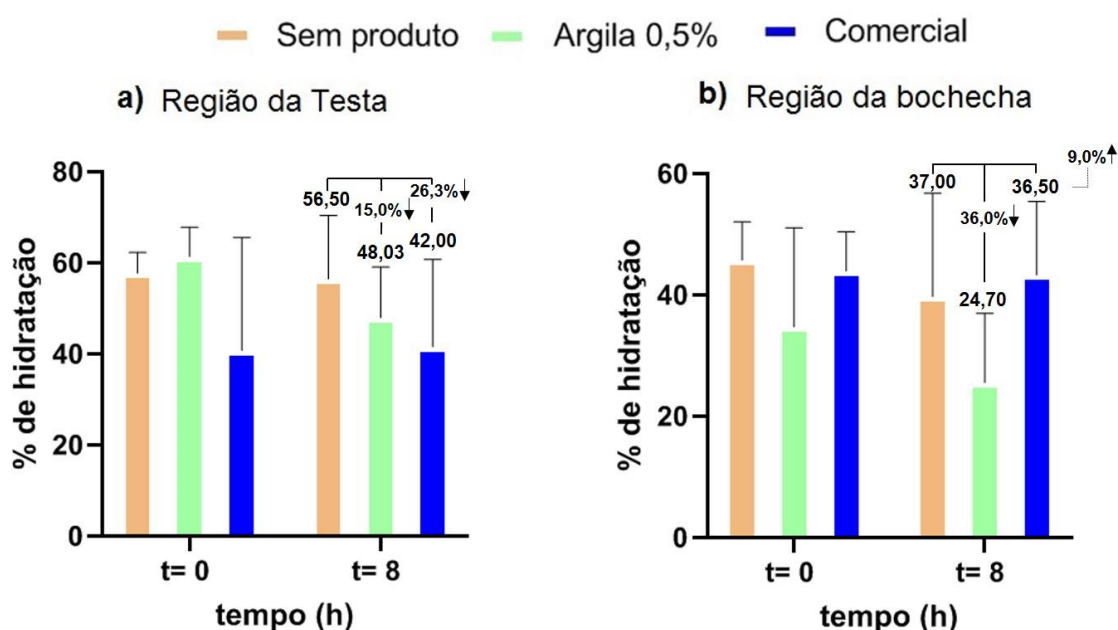
Gráfico 8 - Avaliação da hidratação da pele utilizando a sonda Corneometer, comparando a formulação contendo 1,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 8 mostra comportamento semelhante ao discutido no Gráfico 7, onde nas regiões da testa e bochecha, a concentração de 1,5% de argila na base facial promoveu uma diminuição na hidratação da pele, resultado esperado para produtos à base de argilas.

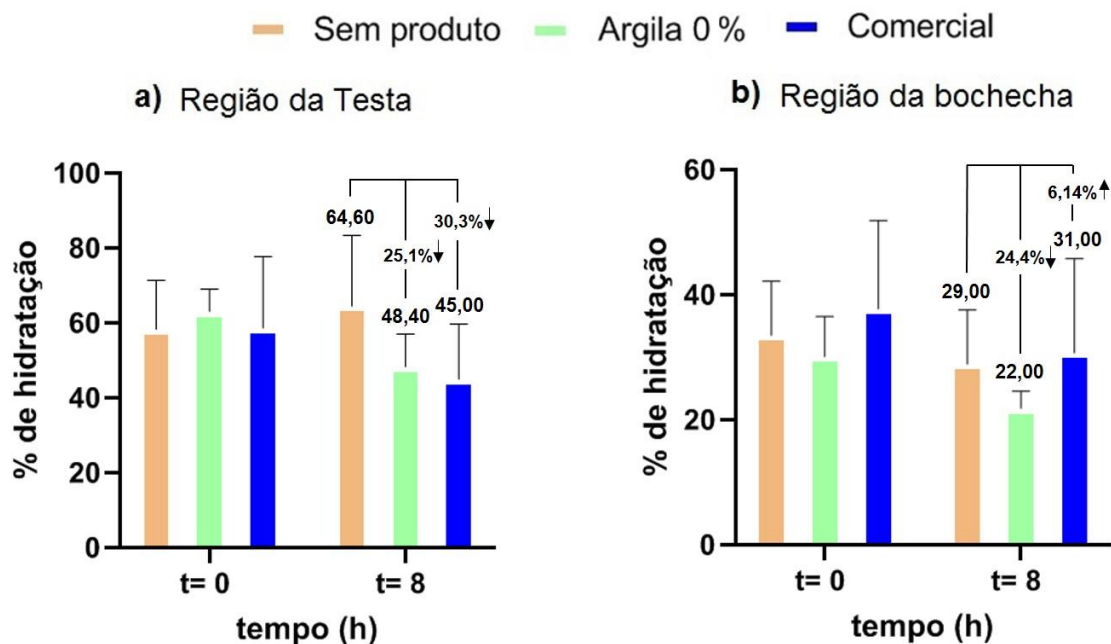
Gráfico 9 - Avaliação da hidratação da pele utilizando a sonda Corneometer, comparando a formulação contendo 0,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados presentes no Gráfico 9 acima mostram que a base contendo 0,5% de argila em concentração apresentou para as regiões da testa e bochecha um decréscimo nos valores de hidratação, sendo mais acentuado na região da bochecha.

Gráfico 10 - Avaliação da hidratação da pele utilizando a sonda Corneometer, comparando a formulação sem argila verde lodo (controle) com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



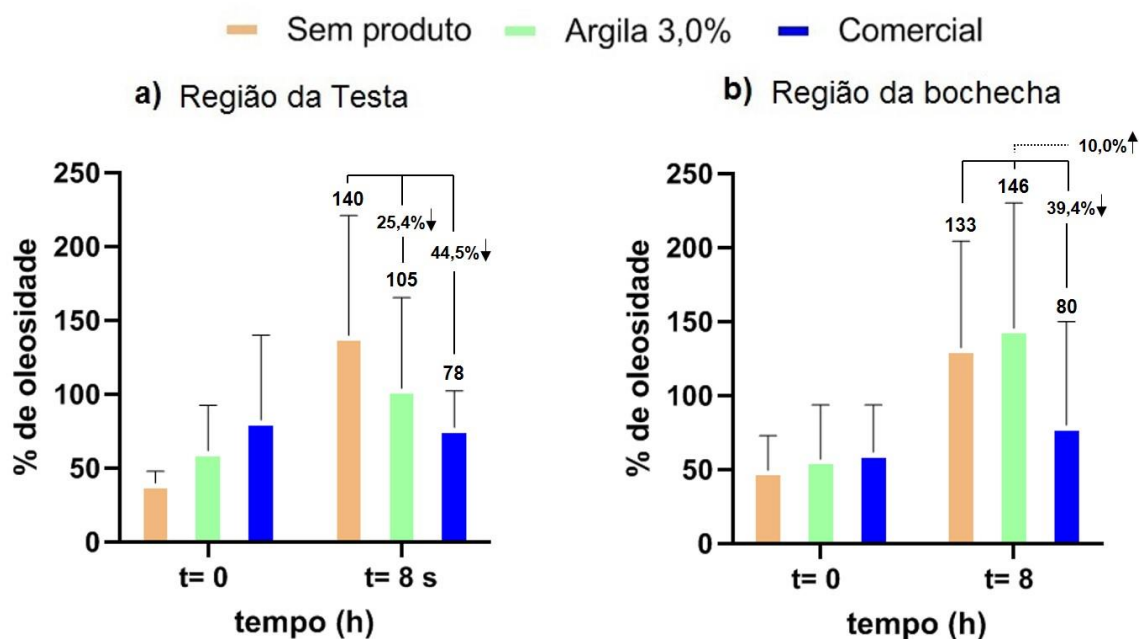
Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 10 mostra que a base sem a presença de argila na composição promoveu uma diminuição dos valores de hidratação em ambas as regiões, principalmente observando a região da bochecha, onde situação semelhante foi exibida para a base comercial e também na pele sem aplicação de produto, o que pode indicar que a própria região da bochecha na média dos voluntários analisados apresentem menor nível de hidratação quando comparada com a região da testa.

4.7.3 Análise de medida de oleosidade da pele através da sonda SEBUMETER® SM815

Os Gráficos 11 a 14 mostram valores referentes à redução de oleosidade da pele analisada através da sonda Sebumeter.

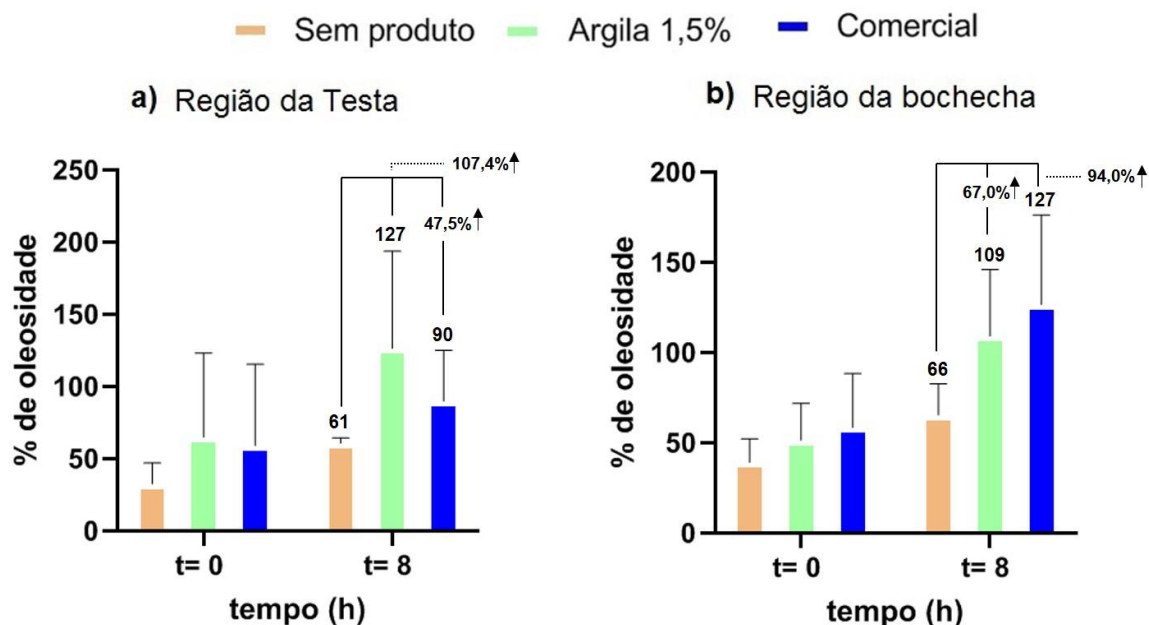
Gráfico 11 - Avaliação da redução de oleosidade da pele utilizando a sonda Sebumeter, comparando a formulação contendo 3% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados do Gráfico 11 mostram que em a) o produto com 3% de concentração de argila apresentou taxa de redução de 25,4% após 8 h de aplicação, quando comparada à resposta da pele sem produto após esse período. O contrário ocorreu na região da bochecha, com o aumento de 10,0%, o que pode indicar maior produção de sebo nessa área do rosto.

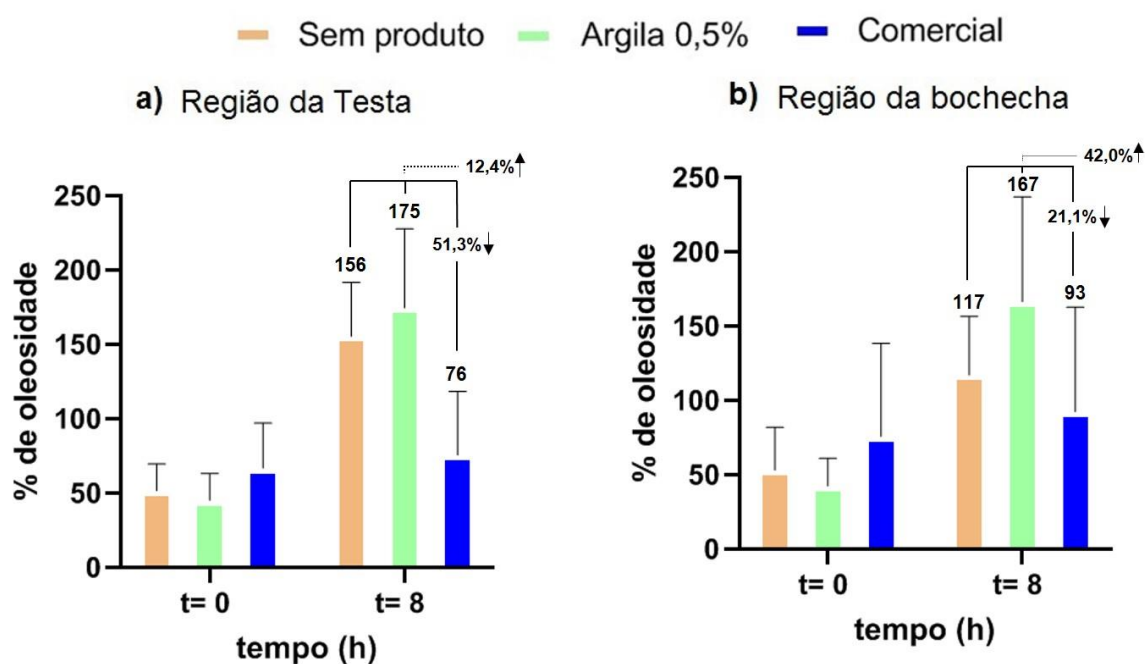
Gráfico 12 - Avaliação da redução de oleosidade da pele utilizando a sonda Sebumeter, comparando a formulação contendo 1,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 12 mostram aumentos acentuados na oleosidade da pele para o produto com 3% de concentração de argila, porém esse aumento também pôde ser visto para ambas as regiões do rosto onde foi aplicada a base comercial.

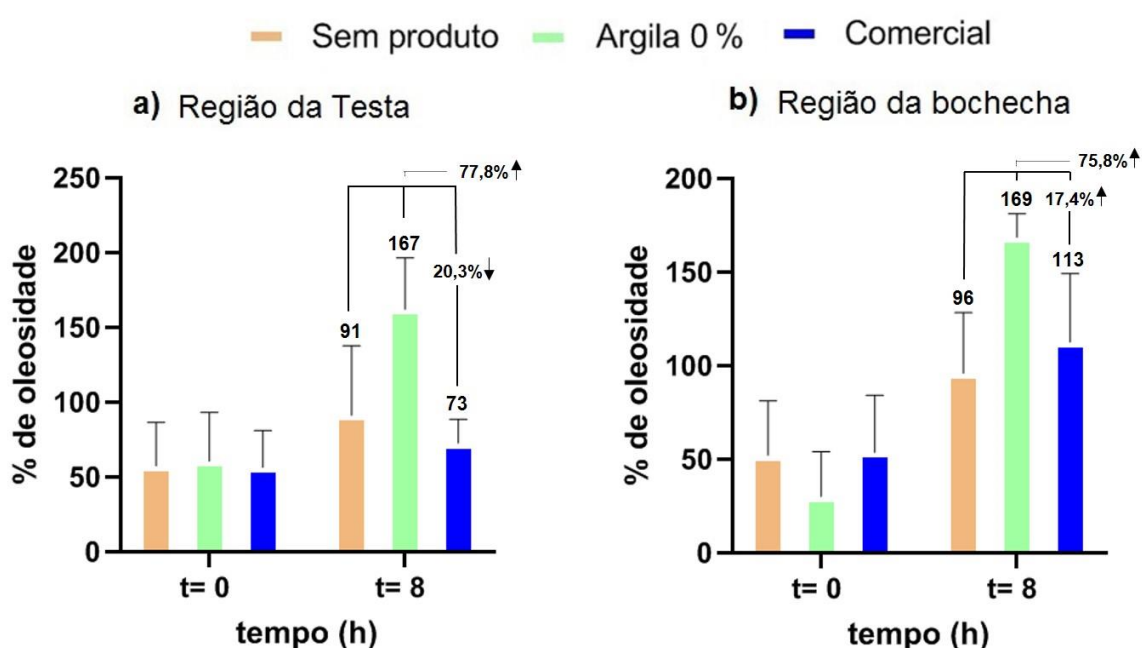
Gráfico 13 - Avaliação da redução de oleosidade da pele utilizando a sonda Sebumeter, comparando a formulação contendo 0,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

Analisando o Gráfico 13, é possível constatar que a formulação contendo 0,5% de argila apresentou aumento na oleosidade da pele da média dos participantes no decorrer de 8h de aplicação do produto, tendo o produto comercial exibido melhor performance nesse quesito.

Gráfico 14 - Avaliação da redução de oleosidade da pele utilizando a sonda Sebumeter, comparando a formulação sem argila verde lodo (controle) com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

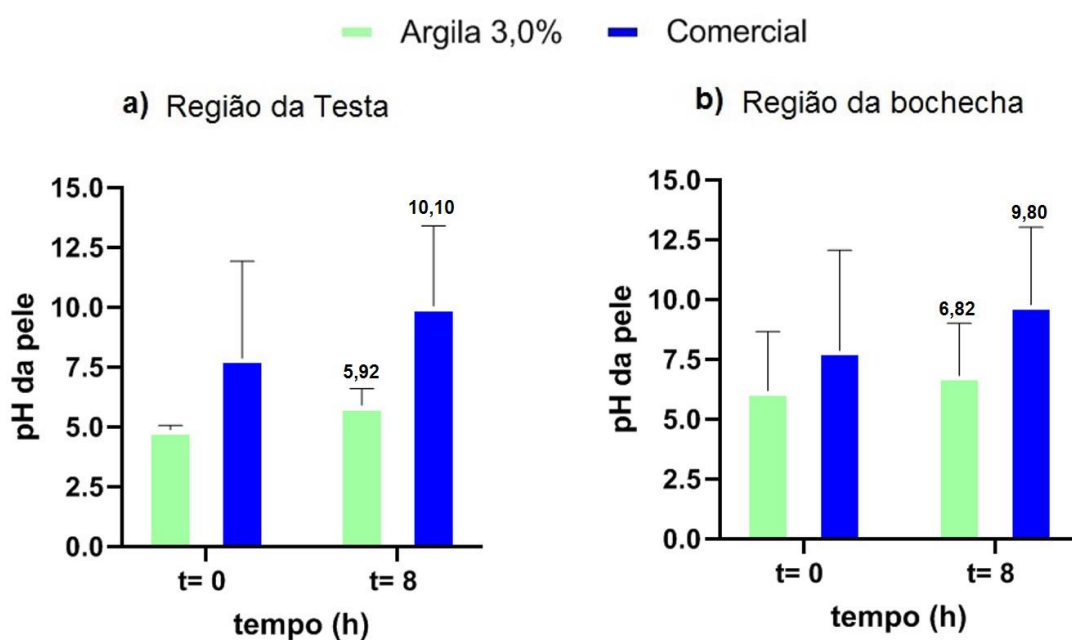
O Gráfico 14 mostra que a base controle (0% argila) apresentou índices de aumento na oleosidade da pele representativos, o que pode indicar que concentrações menores que 3,0% de argila não contribuem efetivamente para a diminuição desse quesito durante o tempo de ação do produto na pele.

4.7.4 Análise de medida de pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter® PH905

Os resultados obtidos através da análise do pH facial dos voluntários utilizando a sonda Skin-pH-Meter permitem observar de que forma as bases desenvolvidas e comercial puderam contribuir para esse requisito. Para melhor compreensão dos resultados apresentados nos Gráficos 15 a 19 desta seção, é importante voltar à discussão anteriormente citada na seção

3.5.4 do presente trabalho, referente aos valores para o pH da pele, sendo considerados adequados os valores próximos a 5,5 para homens, e a 5,0 para mulheres, conforme discutido por Melo (2016).

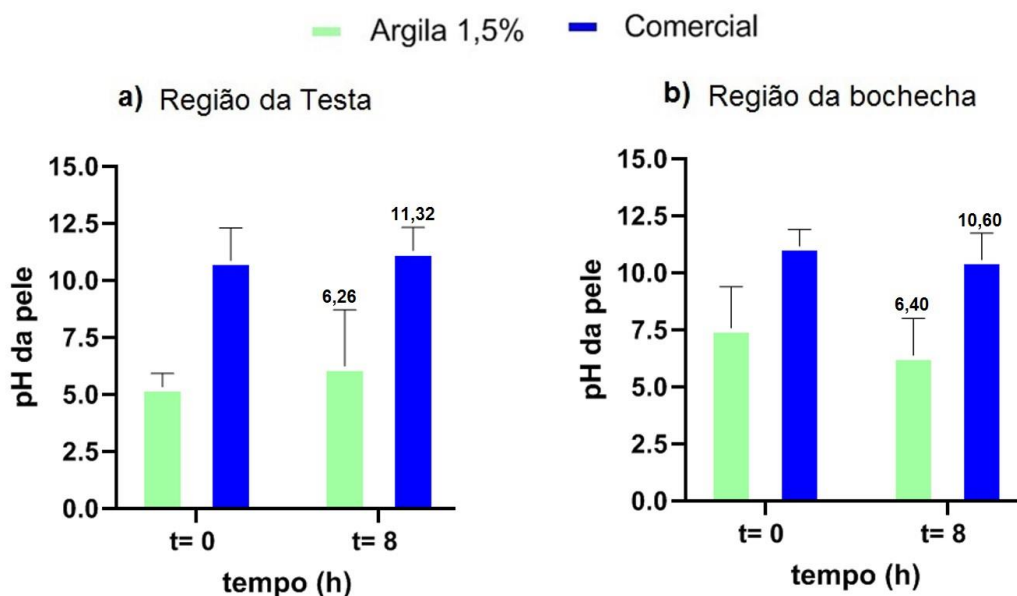
Gráfico 15 - Análise do pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter, comparando a formulação contendo 3% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 15 mostra que a base contendo 3% de argila manteve os níveis de pH próximos ao considerado ideal para a pele. Em contrapartida, a base comercial não apresentou influência para manter o equilíbrio do pH durante o uso do produto.

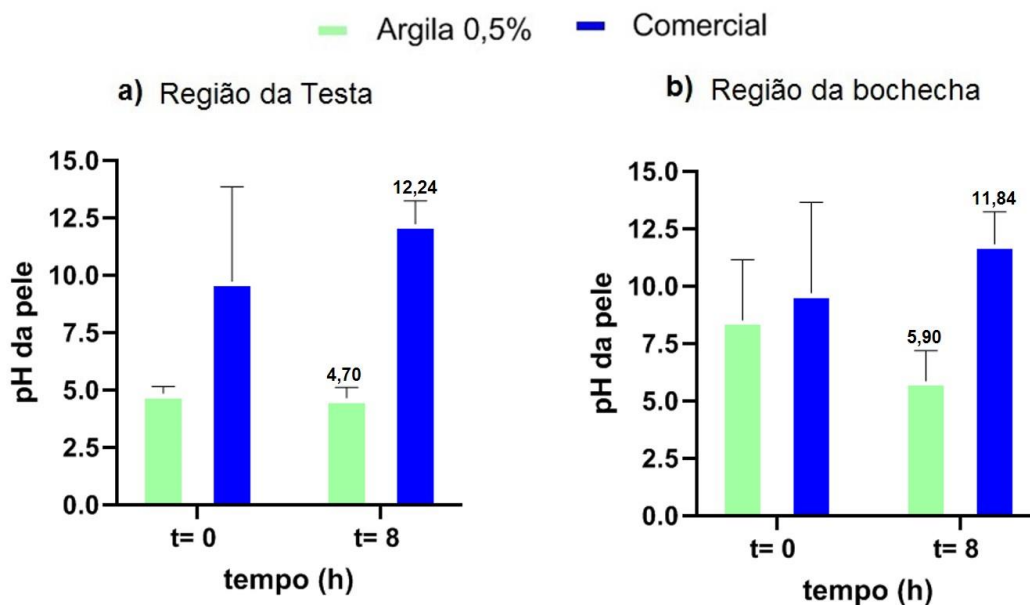
Gráfico 16 - Análise do pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter, comparando a formulação contendo 1,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

Comportamento análogo é apresentado no Gráfico 16, mostrando que a base contendo 1,5% de argila também influencia no ajuste do pH em valores próximos ao ideal. A base comercial apresenta pequena diminuição, porém valores acima do pH 7,0 tendem a ser nocivos para a pele, por facilitar ação de fungos e bactérias, o que pode ser evitado quando os valores de pH se apresentam mais próximos ao pH ácido.

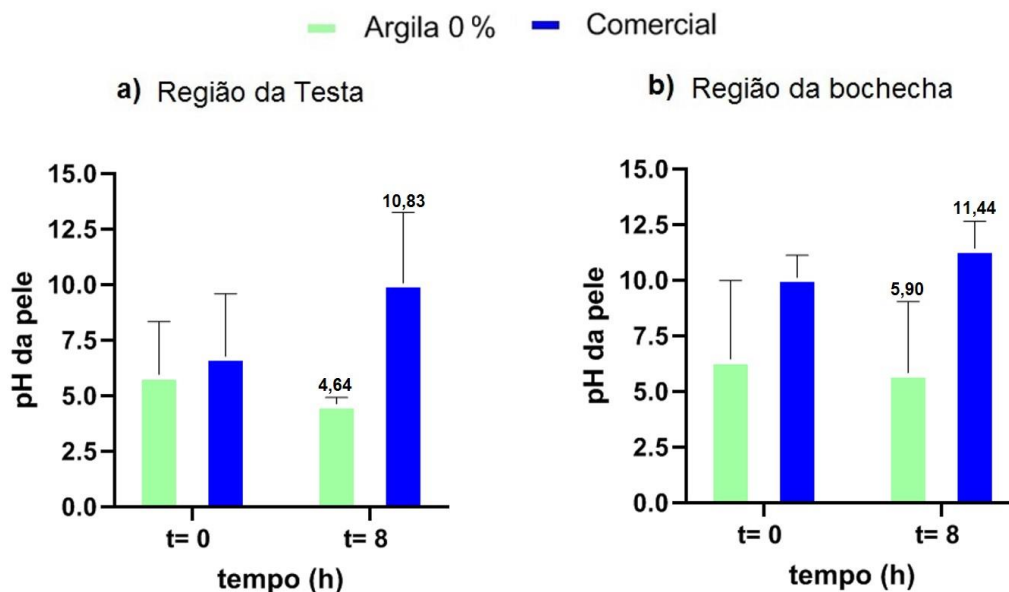
Gráfico 17 - Análise do pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter, comparando a formulação contendo 0,5% de argila verde lodo com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os Gráficos 17 e 18, mostram que as bases contendo 0,5% e 0% de argila, respectivamente obtiveram comportamento similar às demais concentrações acima discutidas. Situação análoga aconteceu com os resultados encontrados ao analisar o comportamento da base comercial na pele dos participantes deste grupo, não apresentando influência em equilibrar o pH.

Gráfico 18 - Análise do pH da pele utilizando a sonda Skin-pH-Meter, comparando a formulação sem argila verde lodo (controle) com produto comercial nas regiões a) testa e b) bochecha.



Fonte: Elaborado pela autora.

A resposta estatística através da análise de variância com teste *Tukey* não mostraram resultados significativos, porém para a avaliação de pH essa resposta é positiva, visto que grandes alterações consideradas estatisticamente significativas implicariam em grandes oscilações dos valores do pH durante o tempo de ação do produto na pele, que não seria o resultado esperado.

4.8 Análise conjunta dos resultados

Os resultados da Análise Granulométrica evidenciaram uma diminuição significativa no diâmetro de partícula na amostra de argila purificada, apresentando um valor de diâmetro médio de 5,84 μm , ao passo que a argila in natura obteve valor de diâmetro médio de 12,80 μm , indicando eficiência do processo de purificação da argila, conforme foi observado em estudos realizados envolvendo processo de purificação por centrifugação de argilas bentoníticas.

Ao interpretar os resultados da Análise Morfológica por Perfilometria foi observado que, para valores de largura, a argila purificada atingiu uma média de largura no valor de $10,54 \pm 1,43 \mu\text{m}$, e a natural apresentou a média de $5,65 \pm 4,93 \mu\text{m}$. Uma possível explicação para esses valores da amostra purificada pode estar relacionada à sua maior higroscopicidade, podendo ter relação com a aglomeração das partículas da amostra. Vale considerar a diminuição significativa para valores de altura da amostra purificada, apresentando 0,075 μm ,

enquanto que a amostra *in natura* obteve uma altura de partícula de 0,47 μm , inclusive apresentando um maior valor de desvio padrão de 0,33, em comparação com o valor de desvio de 0,01 para a amostra purificada. O menor valor de desvio padrão para a argila purificada em termos de altura de partícula pode estar associado processo de secagem por spray dryer durante a etapa de purificação, que oferece um produto da secagem com tamanho específico de partículas, quando comparadas com a irregularidade encontrada nos tamanhos de partículas de argilas em estado natural.

Os resultados de Análise Térmica Diferencial e curvas de análise de Termogravimetria entre as amostras *in natura* e purificada mostraram-se similares, com comportamentos típicos para argilas bentonitas.

Através do método de adsorção por azul de metileno, os resultados para a amostra *in natura* apresentaram o valor de 68 mEq/100g de argila seca. Observou-se também que, após o processo de ativação com carbonato de sódio, houve um aumento da CTC para 82 mEq/100g de argila seca, o que pode indicar uma etapa de beneficiamento eficaz quanto a potencialização da propriedade de troca de cátions da argila, confirmando uma etapa de modificação química com resultados positivos.

Diante dos resultados obtidos, foi possível constatar que o processo de purificação da argila mostrou-se satisfatório quanto a diminuição do teor de minerais acessórios, a exemplo do quartzo e da caulinita. O processo de purificação não alterou os resultados do difratograma, sendo possível encontrar o mineral de interesse, a montmorilonita, em picos considerados característicos para o material, com valores de distância interplanar similares aos reportados na literatura.

Os resultados em termos de composição química das amostras *in natura* e purificada evidenciaram altos teores de SiO_2 e Al_2O_3 , que se mantiveram altos após o processo de purificação. O teor de Fe_2O_3 de 11,15%, para a amostra *in natura* foi reduzido consideravelmente para 6,43% para a argila purificada, podendo indicar eficiência na etapa de remoção de ferro na qual a argila ainda em suspensão foi submetida. São observados também baixos valores para os teores de MgO , CaO , K_2O e TiO_2 para ambas as amostras. O teor encontrado para TiO_2 é típico para argilas bentonitas da região Nordeste do Brasil, e a presença dos óxidos de magnésio e cálcio comprovam a natureza policatiônica do material. O teor de Fe_2O_3 para a amostra *in natura* pode ser considerado típico de argilas encontradas no município de Boa Vista – PB.

O estudo de estabilidade acelerada realizado para o presente trabalho mostra que a formulação de base facial contendo argila bentonita verde lodo atende aos critérios necessários

para aprovação de produtos, de acordo com o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos produzido pela ANVISA (2004), onde aspecto, cor e odor permaneceram íntegros por todo o período de realização dos testes, valores de pH se mantiveram sem alterações bruscas, e houve constância nos valores de viscosidade obtidos para as 4 amostras submetidas à 4 diferentes condições.

Ambos ensaios do estudo reológico, em sistema rotacional e oscilatório, evidenciaram uma emulsão reologicamente estável, não havendo separação de fases durante a realização dos ensaios. A base facial contendo argila bentonita obteve comportamento característico de fluido não newtoniano pseudoplástico.

Após o período de 72h de repouso e mesmo depois de 28 dias da amostra aplicada, a análise microbiológica mostrou que não houve crescimento de fungos, leveduras e bactérias sobre as faces dos dispositivos utilizados para a realização do ensaio, caracterizando que a formulação desenvolvida para o presente trabalho não oferece riscos de contaminação ao consumidor do produto ao aplicá-lo na pele. Dentre os fatores que pode ter contribuído para esse resultado positivo, é possível citar ao processo de secagem por spray dryer, conhecido por ser capaz de obter um produto de secagem microbiologicamente estável; a etapa de esterilização posterior à secagem e a utilização do sistema conservante incorporado na formulação cosmética.

Após a avaliação de hidratação, controle de oleosidade e pH da pele dos voluntários, os mesmos foram convidados a responder um questionário referente à resposta sensorial que os mesmos experienciaram, no qual foram apresentados atributos das bases a serem avaliados, bem como sugere ao voluntário classificar o grau de interesse do mesmo nos produtos testados. Os resultados que envolveram o comparativo da base com a máxima concentração de argila

Ao observar os valores referentes ao nível de hidratação na pele dos voluntários utilizando a sonda API-100, foi possível afirmar que as formulações desenvolvidas em todas as concentrações, bem como a base comercial, não evidenciaram contribuição estatisticamente significativa para o aumento ou diminuição da hidratação da pele, mostrando que após 8 h de aplicação dos produtos a pele obteve valores similares aos obtidos ao avaliar as peles dos voluntários sem adição de produto. Esse resultado pode indicar que a presença de argila em formulação pode agir no controle da oleosidade da pele sem prejudicar os níveis de hidratação da pele para valores que representem possível ressecamento da pele.

Resultados semelhantes foram obtidos na avaliação da elasticidade da pele, indicando que as bases faciais atuam de forma a tratar a pele em sua camada mais superficial, causando pouca influência em camadas mais profundas.

Analisando a influência dos produtos na aparência dos poros da face, foi possível observar que a base desenvolvida com 3% de argila mostrou desempenho positivo perante às demais formulações, com dados que comprovaram uma diminuição na aparência dos poros ao comparar com a mesma região da face sem adição de produto.

A base facial contendo 3% de argila bentonita verde lodo também se destacou na avaliação de controle do processo inflamatório da acne na pele dos voluntários, observando uma diminuição significativa nesse quesito, com desempenho igualmente eficiente ao comparar com o produto comercial selecionado para o estudo. Em concentrações menores a 3%, as bases não apresentaram influência estatisticamente significativa no controle do processo inflamatório, porém mostraram desempenho satisfatório por não causar agravamento da inflamação.

Os resultados referentes à ação das bases contendo argila bentonita na sensibilidade da pele foram positivos, mostrando que a argila bentonita verde lodo contribuiu para a diminuição da irritabilidade da pele.

O Corneometer® CM825 permitiu uma interpretação mais precisa acerca da influência dos produtos à base de argila na hidratação da pele. Foi observado que a base facial contendo 3% de argila promoveu uma diminuição da hidratação da pele no decorrer de 8 h de uso da base, com resultado muito similar à influência do produto comercial, porém atingindo valores aceitáveis de hidratação, não chegando a valores que promovem o ressecamento da pele. Com a diminuição das concentrações de argila, foi possível constatar baixa influência na diminuição de hidratação da pele, mantendo valores próximos aos obtidos quando avaliada a pele dos voluntários sem adição de produto.

A interpretação dos resultados obtidos pelo SEBUMETER® SM815 em relação aos níveis de oleosidade foi similar ao encontrado na avaliação através do equipamento API-100. A concentração de 3% desempenhou resultados de controle de oleosidade semelhantes ao produto comercial, e a diminuição da concentração de argila na formulação promovia um aumento dos níveis de oleosidade ao fim de 8 h de análise, mostrando a influência direta da concentração de argila como ativo de controle de oleosidade da pele no decorrer das horas de utilização do produto.

A análise dos valores do pH da pele dos voluntários mostrou resultados de grande significância. Foi observado que as formulações desenvolvidas em todas as concentrações influenciaram no equilíbrio do pH da pele para valores próximos ou iguais ao considerado ideal, que se encontra na faixa de 5,0 - 5,5. Quando comparadas com o produto comercial, foi

possível observar que as bases desenvolvidas para o presente trabalho agiam no decorrer do tempo de uso de forma a equilibrar o pH facial.

As disparidades encontradas nos resultados entre as regiões da testa e bochecha ao analisar um produto isolado (seja desenvolvido ou comercial) podem estar atribuídas à fatores externos aos quais os voluntários estiveram expostos, como alterações climáticas em ambientes (sala climatizada com ar-condicionado ou exposição direta à luz solar, por exemplo), bem como fatores ligados à fisiologia do voluntário, como produção lacrimal, suor excessivo, entre outros pontos que puderam ocasionar parcial retirada do produto, que não poderia ser reaplicado no decorrer das 8h de análise. Isso mostra a importância da realização de estudos *in vivo*, visto que o produto final deve ter sua eficiência comprovada em situações além das controladas em ambientes fechados, bem como mostra a necessidade de avaliar seu desempenho em diferentes peles de pessoas de faixa etária diversa.

5 CONCLUSÕES

A argila bentonita verde lodo foi submetida às etapas de purificação e caracterização físico-química, e os resultados referentes à caracterização do pó beneficiado da argila verde lodo se mostraram coerentes com os já expostos em diferentes literaturas, confirmando os benefícios da etapa de purificação para agregar valor à argila bentonita verde lodo, mostrando eficiência na diminuição de frações de minerais acessórios e impurezas, sendo possível observar também melhoria em termos de capacidade de trocas de cátions e maior uniformização em tamanho de partícula.

O estudo de estabilidade acelerado da formulação revelou um produto dentro das conformidades esperadas pela ANVISA, apresentando pH, viscosidade e características organolépticas (cor, odor, aspecto) adequadas e constantes durante todo o período de estudo e em todas as situações expostas (luz solar, temperatura ambiente, estufa e geladeira).

As formulações em diferentes concentrações foram testadas na pele de participantes através da análise do estudo cinético basal, e os mostraram-se favoráveis ao uso da argila bentonita verde lodo na formulação de base facial, apresentando melhor desempenho como principalmente na formulação contendo 3,0% da argila, onde apresentou índices satisfatórios para o equilíbrio do pH, diminuição da inflamação causada pela acne, melhoria na sensibilidade da pele e diminuição na aparência dos poros, sendo importante também ressaltar

seu desempenho na elasticidade da pele, hidratação e controle de oleosidade, alcançando valores não prejudiciais à pele no decorrer de 8 h de uso do produto. As demais concentrações propostas (1,5%, 0,5% e 0% argila), mesmo apresentando oscilações em seus resultados obtidos a partir da análise das regiões da testa e bochecha, ainda assim devem ser reconhecidos como positivos, visto que as bases obtiveram valores similares aos obtidos com o uso da base já conhecida no mercado, escolhida como comparativo para o estudo.

A análise sensorial com participantes revelou certo grau de imparcialidade ao avaliar a possibilidade de aquisição tanto das formulações desenvolvidas quanto do produto comercial, visto que, de acordo com os questionários coletados, os produtos apresentavam características que agradavam, bem como alguns fatores que desagradaram em todos os produtos testados.

É possível concluir que os objetivos propostos no início da pesquisa foram cumpridos de forma satisfatória, mostrando que se trata de um projeto inovador envolvendo análises do processo da introdução de um ativo em formulação cosmética, desde a obtenção do mesmo em seu estado bruto até torná-lo apto e seguro para trazer benefícios à pele durante a atuação do produto no consumidor. Os resultados mostraram a viabilidade de dar continuação a estudos envolvendo aplicação da argila bentonita verde lodo no segmento cosmético.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O uso da argila bentonita verde lodo como ativo em formulação de base facial, permite a oportunidade de estudar mais a fundo os benefícios à pele referentes a manter ou melhorar a hidratação, permitir o controle do pH da pele, bem como controlar a produção de brilho e a oleosidade para peles consideradas mistas a oleosas, com tendência a acne.

Os resultados expostos possibilitam novas vertentes, a exemplo de fazer comparativos entre formulação cosmética envolvendo a argila purificada com e sem o processo de modificação química na qual foi submetida com Na_2CO_3 , avaliando a atuação da argila de natureza cálcica na formulação. Outra possibilidade envolve o estudo futuras aplicações da argila não só no segmento de maquiagem, como também em formulações que visam tratamento dermatológico, a exemplo de máscaras ou hidratantes faciais.

REFERÊNCIAS

Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA. Guia para Avaliação de Segurança de Produtos Cosméticos. 2. ed. Brasília. ANVISA, 2012.

Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA. Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos. 1. ed. Brasília. ANVISA, 2004.

AMARAL, F. Bem-estar, Saúde e Beleza: Cuidados naturais da cabeça aos pés. Manual técnico. 9. ed. 2019.

AMARAL, F. Aromaterapia: Aplicação de Óleos Essenciais. Manual Técnico. 2. ed. 2017.

AMIRALIAN, L., FERNANDES, C. R. Cremes e Loções. *Cosmetics & Toiletries (Brasil)*, v. 30. 2018.

AMORIM, L. V., GOMES, C. M., LIRA, H. L., FRANÇA, K. B., FERREIRA, H. C. Bentonites from Boa Vista, Brazil: Physical, Mineralogical and Rheological Properties. *Materials Research, São Carlos*, v. 7, n. 4, p. 583-593, 2004.

ANONYMOUS. Minutes of Division Business Meeting. Institute of Food Technologists – Sensory Evaluation Division, IFT, Chicago, IL. 1975.

Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos - ABIHPEC. Panorama do setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos 2019. ABIHPEC, 2019.

Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos – ABIHPEC, Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas – SEBRAE. Caderno de tendências 2019-2020. 2020. Disponível em: <https://m.sebrae.com.br/Sebrae/Portal%20Sebrae/Anexos/CADERNO%20DE%20TENDENCIAS%202019-2020%20Sebrae%20Abihpec%20vs%20final.pdf>. Acesso em: 15 set. 2020.

ARAÚJO, G. C., OLIVEIRA, T. G., BICALHO, T. C. F., SILVA, N. C. S. Nanotecnologia Aplicada aos Cosméticos. *Única Cadernos Acadêmicos*, v. 2. 2019.

BENY, M. Histologia e fisiologia da Pele. *Cosmetics & Toiletries (Brasil)*, v. 25, p. 34-40. 2013.

BRANDON, D., KAPLAN, W.D. *Microstructural Characterization of Materials*. John Wiley & Sons Ltd. 2008.

BRASILEIRO, C. T. Otimização da ativação com carbonato de lítio (Li_2CO_3) através de diferentes métodos na reologia da argila verde lodo purificada para fluidos de perfuração base água e base óleo. Dissertação. Paraíba. 2018.

BOHJANEN, K. Structure and Functions of the Skin. Em: SOUTOR, C., HORDINSKY, M. *Clinical Dermatology*. 1st. ed. Lange (Mc Graw Hill Education), p. 1-5. 2013.

- BURITI, B. M. A. B., BURITI, J. S., CARTAXO, J. M., NEVES, G. A. Estudo das propriedades estruturais, térmicas, químicas e granulométricas de argilas com perspectivas em tratamentos medicinais, terapêuticos e estéticos. 14º Congresso da Sociedade Latino Americana de Biomateriais, Órgãos Artificiais e Engenharia de Tecidos – SLABO, p. 585-594. São Paulo. 2018.
- CALLEGARO, R. Obtenção e caracterização de argila organofílicas a partir de bentonita brasileira. Dissertação. Florianópolis, 2017.
- CAVALCANTI, R. K. B. C. Potencialidades de argilas bentoníticas naturais e organofílicas da Paraíba para aplicação cosmética. Dissertação. João Pessoa, 2016.
- CAVALCANTI, R. K. B. C., BRASILEIRO, C. T., MACEDO, R. O., FERREIRA, H. S. Maquiagem mineral desenvolvida a partir de argilas bentoníticas naturais e tratadas organofilicamente. *Cerâmica*, v. 64, p. 266-275. 2018.
- CAVALCANTI, W. S., BRITO, G. F., AGRAWAL, P., MÉLO, T. J. A., NEVES, G. A. Purificação e organofilização em escala piloto de argilas bentoníticas com tensoativo não iônico e aplicação em nanocompósitos poliméricos. *Polímeros*, v. 24, n. 4, p. 491-500. 2014.
- CHAKRABORTY, S., ANOOP, V., GEORGE, N., BHAGYASREE, T., MARY, N. L. Physicochemical stability evaluation of cosmetic formulations of PVA, starch an MMT nanocomposites. *SN Applied Sciences* 1-581. 2019.
- CORREIA, B. A. M. Planejamento racional, desenvolvimento tecnológico e avaliação do potencial fotoprotetor de novos ativos para a fotoproteção. Dissertação. Rio de Janeiro. 2013.
- COSTA, J. M. R., ARAÚJO, J. P., SILVA, I. A., CARDOSO, M. A., SILVA, C. D., NEVES, G. A., FERREIRA, H. C. Purificação de argilas bentoníticas do município de Cubati, PB, para usos diversos. 56º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Curitiba. 2012.
- COSTA, C. M. Caracterização reológica de fluidos complexos. *Revista Brasileira de Iniciação Científica*, v. 4, n. 7. 2017.
- COUTINHO, V. P., JÚNIOR, D. B. S., SANTOS, N. G. O., SILVA, C. A. S., SANTANA, R. C. Efeito da velocidade de homogeneização nas propriedades de emulsões cosméticas. *The Journal of Engineering and Exact Sciences*, v. 4, n. 2. 2018.
- CROWTHER, J. M. Method for quantification of oils and sebum levels on Skin using the Sebumeter®. *International Journal of Cosmetic Science*, v. 38. 2016.
- DARDIR, F. M., MOHAMED, A. S., ABUKHADRA, M. R., AHMED, E. A. Cosmetic and pharmaceutical qualifications of Egyptian bentonite and its suitability as drug carrier for Praziquantel drug. *European Journal of Pharmaceutical Sciences* (115), p. 320-329. 2018.
- DARÉ, R. G., ESTANQUEIRO, M., AMARAL, M. H. A. R., TRUITI, M. C. T. Significância dos argilominerais em produtos cosméticos. *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada*. v. 36, p. 59-67. 2015.

DAVID, B. S., ADAD, B. C. S., YASUNAGA, E. Y. A argiloterapia no tratamento da dermatite seborreica no couro cabeludo. *Revista Científica do Centro Universitário de Jales – Unijales*. 4. ed., p. 5-18. 2017.

Di SERIO, B. F., FONTES, E. L., XAVIER, J. Y. F., TRINDADE, T. P., DUARTE, J. M. A. Controle de qualidade microbiológico em bases cosméticas faciais. VII Seminário Transdisciplinar da Saúde. Centro Universitário de Várzea Grande – UNIVAG. Mato Grosso. 2019.

DOMINGOS, B. G.; MORAES, C. A. P. A Biodiversidade na indústria de cosméticos brasileira. *Cosmetics & Toiletries (Brasil)*, v. 28. 2016.

DUARTE, C. Oligoelementos na estética (2015). Disponível em: <https://www.hairbrasil.com/artigo/oligoelementos-na-estetica>. Acesso em: 10 out. 2020.

ENGEL, B., BACCAR, N. M., MARQUARDT, L., ROHLFES, A. L. B. Emprego de Spray Dryer na indústria de alimentos: Uma breve revisão. *Revista Jovens Pesquisadores*, v. 7, n. 2, p. 2-11. Rio Grande do Sul. 2017.

EURECIN®. Entendendo a pele: Os tipos e estados da pele. Disponível em: <https://www.eucerin.com.br/sobre-pele/conhecimentos-basicos-sobre-a-pele/tipos-de-pele>. Acesso em: 20 set. 2020.

EZERSKAIA, A., PEREIRA S. F., URBACH, H. P., VERGHESE, B. Infrared Spectroscopic measurement of Skin hydration and sebum levels and comparison to Corneometer and Sebumeter. *Proceedings of SPIE*, v. 9887. 2016.

FAVERO, J. S., SANTOS, V., WEISS-ANGELI, V., GOMES, L. B., VERAS, D. G., DANI, N., MEXIAS, A. S., BERGMANN, C. P. Evaluation and characterization of Melo Bentonite clay for cosmetic applications. *Applied Clay Science* 175, p. 40-46. 2019.

FAVERO, J. S., PARISOTTO-PETERLE, J., WEISS-ANGELI, V., BRANDALISE, R. N., GOMES, L. B., BERGMANN, C. P., SANTOS, V. Physical and chemical characterization and method for the decontamination of clays for application in cosmetics. *Applied Clay Science* 124-125. 2016.

FERREIRA, E. Desenvolvimento e avaliação de hidrogel baseado em poloxamer-quitosana contendo eugenol para aplicação na mucosa bucal. *Dissertação*. Paraná. 2019.

FERREIRA, H.C., CHEN, T. J., ZANDONADI, A.R. e SOUZA SANTOS, P., CALIL, S. F., CAMPOS, L. V. Determinação da Capacidade de Troca de Cátions e da área específica de algumas argilas de caulins cerâmicos brasileiros pelo azul de metileno e sua correlação com algumas propriedades tecnológicas. *Cerâmica*, v. 20, nº 79. 1974.

FERREIRA, H. S., CAMPOS, L. F. A., MENEZES, R. R., CARTAXO, J. M. Influência das variáveis de processo na obtenção de argilas organofílicas. *Cerâmica*, v. 59, p. 277-284. 2013.

FERREIRA, H. S. Otimização do processo de organofilização de bentonitas visando seu uso em fluidos de perfuração não aquosos. *Tese*. Paraíba. 2009.

FIGUEIREDO, A., MASSA A., PICOTO, A., SOARES A. P., BASTO, A. S., LOPES, C., RESENDE, C., REBELO, C., BRANDÃO, F. M., PINTO, G. M., OLIVEIRA, H. S., SELORES, M., GONÇALO, M., BELLO, R. T. Avaliação e tratamento do doente com acne – Parte I: Epidemiologia, etiopatogenia, clínica, classificação, impacto psicossocial, mitos e realidades, diagnóstico diferencial e estudos complementares. *Revista Portuguesa de Clínica Geral*, v. 27, p. 59-65. 2011.

FILIPPINI, M. E. Estudo da bentonita de Melo (UY) como ativo em máscaras faciais. Trabalho de conclusão de curso. Rio Grande do Sul. 2019.

FRANZOL, A., REZENDE, M. C. Estabilidade de emulsões: um estudo de caso envolvendo emulsionantes aniônico, catiônico e não aniônico. *Polímeros*, v. 25, p 1-9. 2015.

FREITAS, N. N. G., MEDEIROS, F. D. Uso da maquiagem cosmética, para camuflar lesões na face, causadas por: melasma, rosácea e acne. *Tecnologia em Cosmetologia e Estética – Tubarão*. Repositório Institucional da Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL. Santa Catarina. 2018.

GAMA, A. J. A., MENEZES, R. R., NEVES, G. A., BRITO, A. L. F. Avaliação da caracterização mineralógica de diversos depósitos de argilas esmectíticas do estado da Paraíba utilizando análise estatística de variância. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 10, n. 1, p. 45-49. 2015.

GAMOUDI, S., SRASRA, E. Characterization of Tunisian clay suitable for pharmaceutical and cosmetic applications. *Applied Clay Science*, v. 146, p. 162-166. 2017.

GOMES, A. I. B., BATISTA, F. D., BORBA, T. S., FERNANDES, C. K. C., JÚNIOR, A. F. G., SOUZA, S. A., PINTO, M. V., BRANDÃO, R. S. Análise microbiológica de bases cosméticas faciais. *Revista Faculdade Montes Belos*, v. 8, p. 1-9. 2015.

GONG, Z., LIAO, L., GUOCHENG, L., WANG, X. A simple method physical purification of bentonite. *Applied Clay Science*, v. 119, p. 294-300. 2016.

HAINES, P. J. *Principles of Thermal Analysis and Calorimetry*. Royal Society of Chemistry (RSC). 2002.

HASCHKE, M. *Laboratory Micro-X-Ray Fluorescence Spectroscopy: Instrumentation and Applications*. Springer. 2014.

HEIDEMANN, M. S., CARVALHO, D. K. O uso da argila nos tratamentos estéticos faciais: uma revisão integrativa. Artigo apresentado como Trabalho de Conclusão de Curso de Pós-Graduação em Estética e Bem-Estar da Universidade do Sul de Santa Catarina - UNISUL. p. 1-11. Santa Catarina. 2018.

ISO. *Autres Organismes Élaborant des Normes ou des Guides: CIE – Commission Internationale de l'éclairage*. Disponível em: <https://www.iso.org/fr/committee/55238.html>. Acesso em: 12 jun. 2021.

IONASHIRO, M. Fundamentos da Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial/Calorimetria Exploratória Diferencial. Giz Editorial. 2004.

JUNQUEIRA, L. C. U. & CARNEIRO, J. Histologia Básica. 11th ed. Rio de Janeiro. Guanabara Koogan. 524p. 2008.

KEMP, S. E., HOLLOWOOD, T., HORT, J. Sensory Evaluation: A practical handbook. Wiley-Blackwell. 2009.

KESHANI, S., DAUD, W. R. W., NOUROUI, M. M., NAMVAR, F., GHASEMI, M. Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. Journal of Food Engineering 146, p. 152-162. 2015.

KORICHI, R., PELLE-DE-QUERAL, D., GAZANO, G., AUBERT, A. Why women use makeup: Implication of psychological traits in makeup functions. Journal of Cosmetic Science, v. 59, p. 127-137. 2008.

KORICHI, R., TRANCHANT, J. Decorative Products. Em: BAREL, A. O., PAYE, M., MAIBACH, H. I. Handbook of Cosmetic Science and Technology. CRC Press (Taylor & Francis Group). 4. ed., p. 439-451. 2014.

KOZLOWSKA, J., KACZMARKIEWICZ, A., STACHOWIAK, N., SIONKOWSKA, A. Evaluation of Sebostatic Activity of Juniperus cummunis Fruit Oil and Pelargonium graveolens Oil Compared to Niacinamide. Cosmetics, v. 4, n. 36. 2017.

LENG, Y. Materials Characterization: Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods. 2nd ed.. Wiley-VHC. 2013.

LIGHT, D. Your Body: How it Works. Cells, Tissues and Skin. Chelsea House Publishers. Philadelphia. 2004.

LÓPEZ-GALINDO, A., VISERAS, C., CERESO P. Compositional, technical and safety specifications of clays to be used as pharmaceutical and cosmetic products. Applied Clay Science, v. 36, p. 51-63. 2007.

LUZ, A. B., OLIVEIRA, C. H. Capítulo 11 – Argila Bentonita. Em: LUZ, A. B., LINS, F. A. F. Rochas & Minerais Industriais: usos e especificações. 2. Ed. - Rio de Janeiro: CETEM/MCT, p. 242 – 257, 2008.

MAIA, J. L. Microencapsulação do extrato do jambo vermelho (*Syzygium malaccense* L.) utilizando spray dryer e liofilizador. Tese. Rio Grande do Norte. 2019.

MANNHEIMER, W. A., SCHMIDT, P. F., VANDER VOORT, G. F., WILLIAMS, D. B. Microscopia dos Materiais: Uma Introdução. Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise. E-Papers. 2002.

MARQUES, V. C. Estudo da influência das variáveis de hidrociclonagem e de secagem por spray dryer em propriedades de bentonita da Paraíba. Tese. Paraíba. 2018.

MASTERS, K. Spray Drying Handbook. 4. ed. London: George Godwin. 1985.

MATTIOLI, M., GIARDINI, L., ROSELLI, C., DESIDERI, D. Mineralogical characterization of commercial clays used in cosmetics and possible risk for health. *Applied Clay Science*, v. 119, p. 449-454. 2016.

MEILGAARD, M. C., CIVILLE, G. V., CARR, B. T. *Sensory Evaluation Techniques*. 5th ed. CRC.Press. 2016.

MELO, M. O., CAMPOS, P. M. B. G. M. *Introdução à pesquisa clínica de cosméticos. Cosmetics & Toiletries (Brasil)*, v. 28. 2016.

MELO, M. O., CAMPOS, P. M. B. G. M. *Função de Barreira da Pele e pH Cutâneo. Cosmetics & Toiletries (Brasil)*, v. 28. 2016.

MELO, M. O., CAMPOS, P. M. B. G. M. *Técnicas para Avaliar a Hidratação e a Oleosidade da Pele. Cosmetics & Toiletries (Brasil)*, v. 28. 2016.

MISINA, S. M., TRETJAKOVA, R., KODORS, S., ZAVORINS, A. Lake Zeiļu clay application induced changes in human skin hydration, elasticity, transepidermal water loss and pH and healthy individuals. *Cosmetics*, v. 51. 2020.

MONTANARI, T. *Histologia: texto, atlas e roteiro de aulas práticas*. 3. ed. Editora da Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFGRS. Porto Alegre. 2016.

MORAIS, I. C. G., SILVA, I. A., BURITI, B. M. A. B., MENEZES, R. R., NEVES, G. A., FERREIRA, H. C. Influência das condições de cura na reologia dos novos depósitos de argilas bentoníticas da Paraíba. *Cerâmica*, v. 64, p. 485-490. 2018.

MURRAY, H. H. *Applied clay mineralogy: Occurrences, processing and application of kaolins, bentonites, palygorskita-sepiolite, and common clays*. 1st ed. Elsevier. 2007.

PEREIRA, I. D. S., SILVA, V. C., DUARTE NETO, J. F., NEVES, G. A., FERREIRA, H. C., MENEZES, R. R. Influence of the purification of bentonite clay from new deposits in the state of Paraíba-Brazil for use in water-based drilling fluids. *Cerâmica*, v. 64, p. 538-546. 2018.

PERYAM, D. R., PILGRIM, F. J. Hedonic scale of measuring food preferences. *Food Technology*, v. 11, n. 9, p. 9-14, 1957.

ROCHA, L. I. O., PEREIRA, C. S., CARDOSO, M. A. G. *Elaboração de uma formulação inovadora de base facial com filtro solar UVA e UVB. XIV Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e X Encontro Latino Americano de Pós-Graduação. Universidade do Vale do Paraíba. São Paulo*. 2010.

RODRIGUES, F. M., LEITE, R. S., YOSHIDA, E. H., CARNEIRO, F. P., SANTOS, N. S. Tratamento dermatológico da acne vulgar. *Revista Saúde em Foco*, n. 11. 2019.

SAKUMA, T. S., MAIBACH, H. I. Oily Skin: An overview. *Skin Pharmacology and Physiology*, v. 23, p. 227-235. 2012.

SCHARF, M. M., ALMERINDO, G. I., MAGALHÃES, J. Ativação da bentonita Paraíba com carbonato de sódio para aplicação em fluidos de perfuração. Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica. Uberlândia. 2019.

SCHIMITT, J. P., FANTINI, G. D., OLIVEIRA, N. P., SCHEIN, V. A. S., ROSÁRIO, J. A. Ativação sódica de bentonita e formação de compósitos à base de quitosana para adsorção de chumbo em água. Seminário de Iniciação Científica. Santa Catarina. 2018.

SENAI. Entendendo o espaço de cor L*A*B*. Disponível em: <https://textil.sp.senai.br/5287/entendendo-o-espaco-de-cor-l-a-b>. Acesso em 12 jun. 2021.

SHISHIR, M. R. I., CHEN, W. Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. Trends in Food Science & Technology. 2017.

SIDLE, D. M., DECKER, J. R. Use of makeup, hairstyles, glasses and prosthetics as adjuncts to scar camouflage. Facial Plastic Surgery Clinics of North America, v. 19, p. 481-489. 2011.

SILVA, A. A. Contribuição ao estudo das bentonitas do município de Boa Vista estado da Paraíba. Tese. São Paulo. 2011.

SILVA, A. R. V., FERREIRA, H. C. Argilas bentoníticas: conceitos, estruturas, propriedades, usos industriais, reservas, produção e produtores/fornecedores nacionais e internacionais. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 3, p. 26-35. 2008.

SILVA, I. A., SOUSA, F. K. A., FERREIRA, H. S., NEVES, G. A., FERREIRA, H. A. Efeito do armazenamento de argilas esmectíticas nas suas propriedades reológicas. Cerâmica, v. 63, p. 109-115. 2017.

SILVA-VALENZUELA, M. G., CHAMBI-PERALTA, M. M., SAYEG, I. J., CARVALHO, F. M. S., WANG, S. H., VALENZUELA-DÍAS, F. R. Enrichment of clay from Vitoria da Conquista (Brazil) for applications in cosmetics. Applied Clay Science, v. 155, p. 111-119. 2018.

SKOOG, D. A., HOLLER, J., CROUCH, S. R. Princípios de Análisis Instrumental. 6th ed. Cengage Learning. 2008.

Sociedade Brasileira de Dermatologia – SBD. Tipos de pele. Disponível em: <https://www.sbd.org.br/dermatologia/pele/cuidados/tipos-de-pele/> . Acesso em: 10 out. 2020.

SOUSA, A. A. P. de; CORDEIRO, M. B. da S.; NOGUEIRA, H. C. N.; SOUSA, A. C. de. Incorporação do rejeito do desdobramento de rochas ornamentais em argila bentonita para utilização cosmética: Brazilian Journal of Production Engineering - BJPE, [S. l.], v. 7, n. 3, p. 01–12, 2021.

SOUSA, H. R. Tratamento da argila palygorskita pela técnica de plasma e sua avaliação da capacidade de adsorção. Dissertação. Piauí. 2017.

SOUZA, D.D., MACHADO, K. E. Maquiagem no Século XXI. *Cosmetics & Toiletries* (Brasil), v. 31. 2019.

SOUZA SANTOS, P. Ciência e Tecnologia de Argilas. 2nd ed. Vol.1. Editora Edgard Blücher Ltda. 1989.

STONE, H.; SIDEL. J. L. Sensory Evaluation Practices. 3rd ed. Elsevier Academic Press. 2004.

TAKATSUI, F. Sistema CIE LAB: Análise Computacional. Dissertação. São Paulo. 2011

TEIXEIRA, E., MEINERT, E. M., BARBETTA, P. A. Análise sensorial de alimentos. Edição da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). 1987.

TEIXEIRA-NETO, E. TEIXEIRA-NETO, A. A. Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado. *Química Nova*, v. 32, n. 3, p. 809-817. 2009.

THUC, C.N.H., GRILLET, A.C., REINERT, L., OHASHI, F., THUC, H.H., DUCLAUX, L., Separation and purification of montmorillonite and polyethylene oxide modified montmorillonite from Vietnamese bentonites. *Applied Clay Science*, v. 49, p. 229–238. 2010.

TSOLIS, P., CASTRO, J. Problemas de estabilidade e uniformidade em bases faciais. *Cosmetics & Toiletries* (Brasil), v. 28. 2016.

URRUCHURTO, C. M., CARRIAZO, J. G., MORENO, C. O. S., MOLINA, R. A. Spray-drying for the preparation of Al-Co- Cu pillared clays: A comparison with the conventional hot-drying method. *Powder Technology*, n. 239, p. 451-457. 2013.

VENUS, M., WATERMAN, J., MCNAB, I. Basic physiology of the skin. Elsevier, v. 29, ed. 10, p. 471-474. 2011.

ZANINI, A. E. Seleção, Purificação e Modificação de Argilas para Aplicação de Nanosistemas 1D. Tese. Salvador, 2013.

WESTERMANN, T. V. A., VIANA, V. R., BERTO JUNIOR, C., DETONI DA SILVA, C. B., CARVALHO, E. L. S., PUPE, C. G. Measurement of Skin hydration with a portable device (SkinUp[®] Beauty Device) and comparison with the Corneometer[®]. *Skin Research and Technology*. 2020.

YAMAMOTO, C. H., PINTO, T. J. A., MEURER, V. M., CARVALHO, A. M., REZENDE, P. Controle de Qualidade Microbiológico de Produtos Farmacêuticos, Cosméticos e Fitoterápicos Produzidos na Zona da Mata, MG. *Anais do 2º Congresso Brasileiro de Extensão Universitária*. 2004.

YILDIZ, N., ÇALIMLI, A. Alteration of three Turkish Bentonites by treatment with Na₂CO₃ and H₂SO₄. *Turkish Journal of Chemistry*, v. 26, p. 393-401. 2002.

APÊNDICES

Apêndice A - TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA

CENTRO DE TECNOLOGIA

ENGENHARIA DE MATERIAIS

Prof^a. Dr^a.: Melânia Lopes Cornélio

Pós-Graduanda: Samantha da Silva Guimarães

DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO SENSORIAL DE FORMULAÇÃO COSMÉTICA CONTENDO ARGILA BENTONITA VERDE LODO

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Prezado (a) senhor (a),

Esta pesquisa é sobre o **Desenvolvimento e Avaliação Sensorial de Formulação Cosmética Contendo Argila Bentonita** e está sendo desenvolvido por Samantha da Silva Guimarães, aluna do Curso de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal da Paraíba sob a orientação do Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira e co-orientação da professora Dra. Melânia Lopes Cornélio, e está norteado pela Resolução nº 466, de 12 de dezembro de 2012, do Conselho Nacional de Saúde (CNS). Este trabalho tem por objetivo desenvolver uma formulação de base facial e com adição de argila bentonita verde lodo nas concentrações de 0,5, 1,5 e 3,0% como adjunto de benefício de diminuição da oleosidade da pele mista/oleosa, tratamento de pele acneica, hidratação da pele, avaliando a

percepção dos consumidores diante de suas características sensoriais, bem como sua aceitabilidade no mercado.

A finalidade deste trabalho é contribuir para o entendimento dos atributos sensoriais como gostos, preferência e opiniões dos consumidores acerca do produto desenvolvido. Serão recrutados voluntários julgadores de ambos os gêneros, com idade entre 21 e 59 anos, a eles será apresentado um Termo de Consentimento Livre e Esclarecido norteado pela Resolução nº 466, de 12 de dezembro de 2012, do Conselho Nacional de Saúde (CNS), autorizando sua participação voluntária na pesquisa, informando sobre a natureza desta, objetivos, finalidade, riscos potenciais e/ou incômodos. Será adotado como critério de seleção dos julgadores de terem interesse e nunca terem apresentado qualquer tipo de alergia a produtos cosméticos e terem disponibilidade e interesse em realizar o teste. Inicialmente o produto (base facial) será aplicado no dorso das mãos, região escolhida para a aplicação do teste, pois, é um local que não apresenta impacto à saúde do voluntário e qualquer possível irritação local seria observada com maior facilidade visual. O teste prévio no dorso das mãos dos voluntários nos dará segurança no uso do produto em estudo. Caso algum voluntário apresente algum tipo de sensibilidade nesse teste de aplicação com os produtos que serão analisados, o mesmo não poderá participar da pesquisa. O voluntário que apresentar alergia não participará da pesquisa e será conduzido a um ambulatório e, se ao longo do estudo algum voluntário apresentar incômodo, deverá ser suspenso o uso do produto, e o mesmo será orientado a procurar ajuda médica. Todos os possíveis problemas deverão ser informados ao Conselho Nacional de Ética em Pesquisa (CONEP) e, fazendo-se necessário, o estudo deverá ser suspenso.

Solicitamos a sua colaboração para responder a entrevista e se apto, participar de uma análise sensorial de base facial desenvolvida, como também sua autorização para apresentar os resultados deste estudo em eventos da área de cosmético e saúde, e publicar em revista científica. Por ocasião da publicação dos resultados, seu nome será mantido em sigilo. Informamos que essa pesquisa não oferece riscos previsíveis, para a sua saúde. Durante o decorrer da entrevista e da análise sensorial, caso o (a) senhor (a) venha a sentir-se constrangido a responder alguma pergunta ou a não querer proceder com o teste sensorial, é possível não responder ou deixar o local sem qualquer prejuízo. Esclarecemos que sua participação no estudo é voluntária e, portanto, o (a) senhor (a) não é obrigado (a) a fornecer as informações e/ou colaborar com as atividades solicitadas pelos pesquisadores. Caso decida não participar do estudo, ou resolver a qualquer momento desistir do mesmo, não sofrerá nenhum dano, nem haverá modificações na assistência que vem recebendo na Instituição. Os

pesquisadores estarão a sua disposição para qualquer esclarecimento que considere necessário em qualquer etapa da pesquisa.

Procedimento do Teste

Período de Avaliação	Tarefa
Primeira Semana (1º dia)	Entregar aos voluntários o TCLE, explicando o procedimento do estudo a ser realizado; Realizar teste no dorso da mão do voluntário para verificar possíveis alergias; Avaliar a pele com equipamento para verificar as condições da mesma sem adição de nenhum produto.
Segunda Semana (7º dia)	Aplicar os produtos no rosto do voluntário e fazer o acompanhamento do mesmo no decorrer de 8h de uso do produto; Avaliar a pele com equipamento e anotar os dados; Avaliar o produto através de um questionário a ser pontuado pelo voluntário.

Contato do Pesquisador Responsável:

Caso necessite de maiores informações sobre a presente pesquisa, fazer contato com:

SAMANTHA DA SILVA GUIMARÃES

Telefone e WhatsApp: (83) 98875-7579

Email: samantha.guimaraes@gmail.com

OU

Comitê de Ética em Pesquisa do CCM/UFPB

Cidade Universitária / Campus I – Bloco Arnaldo Tavares, sala 812.

Fone: (83) 3216-7791

Atenciosamente,

Samantha da Silva Guimarães

Pesquisador Responsável

Prof^a. Dr^a. Melânia Lopes Cornélio

Pesquisadora Orientadora

Diante do exposto, declaro que fui devidamente esclarecido (a) e dou o meu consentimento para participar da pesquisa e para publicação dos resultados. Estou ciente que receberei uma cópia desse documento.

Participante da Pesquisa

Testemunha

Apêndice B – QUESTIONÁRIO DE RECRUTAMENTO**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA****CENTRO DE TECNOLOGIA****ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Pós-Graduanda: Samantha da Silva Guimarães

Questionário de Recrutamento

O Laboratório de Tecnologia Cosmética do Departamento de Engenharia Química/UFPB estará realizando uma avaliação sensorial de base líquida. Se você deseja participar dessa avaliação, por favor, preencha o formulário e o retorne o quanto antes. Em caso de qualquer dúvida ou necessitar de informações adicionais, pode entrar em contato pelo e-mail: samantha.guimaraes@gmail.com

Nome: _____ Telefone: _____

E-mail: _____

1. Faixa etária:☐ 18 - 28 ☐ 29 - 39 ☐ 40 - 50 ☐ 50 - 60 ☐ > 60**2. Gênero:**☐ Feminino ☐ Masculino

3. Grau de escolaridade:

- ☐ Ensino Médio completo ☐ Ensino superior incompleto
☐ Ensino superior completo ☐ Pós-graduação incompleta
☐ Pós-graduação completa

4. Qual sua renda familiar mensal?

- ☐ 1 a 3 salários mínimos ☐ > 4 a 6 salários mínimos ☐ > 7 a 9 salários mínimos
☐ > 10 salários mínimos

5. Consome produto cosmético como base líquida?

- ☐ Sim ☐ Não

6. Se SIM, qual frequência?

	1-2 vezes	3-4 vezes	5vezes*	Todos os dias
Dia	☐	☐	☐	☐
Semana	☐	☐	☐	☐
Mês	☐	☐	☐	☐

7. Consome produto cosmético como máscara facial?

- ☐ Sim ☐ Não

8. Se SIM, qual frequência?

	1-2 vezes	3-4 vezes	5vezes	Todos os dias
--	-----------	-----------	--------	---------------

Dia	()	()	()	()
Semana	()	()	()	()
Mês	()	()	()	()

9. Você costuma ler o rótulo dos produtos que consome?

() sempre () frequentemente () às vezes () raramente () nunca

10. Possui alguma alergia a produto cosmético?

() Sim () Não

Se sim, qual: _____

11. Possui alguma restrição ao consumo de base líquida facial?

() Sim () Não

Se sim, qual: _____

**12. Possui algum interesse em participar de uma análise sensorial de produto cosmético
(Base líquida facial)**

() Sim () Não

Desde já, agradeço pelo seu tempo e colaboração!

Apêndice C– FICHA PARA O TESTE DE ACEITAÇÃO E ATITUDE DE CONSUMO

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
ENGENHARIA DE MATERIAIS

Pós-Graduanda: SAMANTHA DA SILVA GUIMARÃES

Teste de Aceitação e Atitude de Compra

Nome _____

Idade _____ Gênero (☐) Masculino (☐) Feminino

Você está recebendo uma amostra codificada de base líquida e máscara facial. Use-a e indique o quanto você gostou ou desgostou de cada um dos atributos sensoriais do produto, dando nota de acordo com a escala abaixo. Atente para a sequência dos atributos.

➤ **Avaliação da Base Líquida**

Atributos	Escala
Controle de Oleosidade	(7) gostei muito (6) gostei moderadamente (5) gostei um pouco (4) nem gostei/nem desgostei (3) desgostei um pouco

	(2) desgostei moderadamente (1) desgostei muito
Disfarce na aparência dos poros	(7) gostei muito (6) gostei moderadamente (5) gostei um pouco (4) nem gostei/nem desgostei (3) desgostei um pouco (2) desgostei moderadamente (1) desgostei muito
Uniformização de Imperfeições	(7) gostei muito (6) gostei moderadamente (5) gostei um pouco (4) nem gostei/nem desgostei (3) desgostei um pouco (2) desgostei moderadamente (1) desgostei muito
Hidratação da pele	(7) aumentou muito (6) aumentou moderadamente (5) aumentou um pouco (4) igual, não percebi alteração (3) diminuiu um pouco (2) diminuiu moderadamente (1) diminuiu muito

Indique sua atitude ao encontrar este produto no mercado:

Base Líquida		Atitude
Lado esquerdo	Lado direito	

		(5) certamente compraria (4) provavelmente compraria (3) talvez comprasse/talvez não (2) possivelmente não compraria (1) não compraria
--	--	--

Comente o que mais gostou e o que menos gostou do produto, mencionando a amostra:

Obrigada por sua participação!