



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA - UFPB  
CENTRO DE TECNOLOGIA - CT  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE  
MATERIAIS (PPCEM)

**POLIANA SOARES MARTINS**

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DAS ARGILAS CAULIM  
(BRANCA) E BENTONITA (VERDE) ASSOCIADAS À POLPA DE  
ACEROLA (*Malpighia emarginata* DC) COMO ATIVOS PARA O  
DESENVOLVIMENTO DE UMA FORMULAÇÃO COSMÉTICA  
FACIAL**

JOÃO PESSOA/PB  
2025.



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA - UFPB  
CENTRO DE TECNOLOGIA - CT  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE  
MATERIAIS (PPCEM)

**POLIANA SOARES MARTINS**

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DAS ARGILAS CAULIM  
(BRANCA) E BENTONITA (VERDE) ASSOCIADAS À POLPA DE  
ACEROLA (*Malpighia emarginata* DC) COMO ATIVOS PARA O  
DESENVOLVIMENTO DE UMA FORMULAÇÃO COSMÉTICA  
FACIAL**

TESE apresentada ao Programa de Pós-Graduação em  
Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade  
Federal da Paraíba, para obtenção do Título de  
DOUTORA em Ciência e Engenharia de Materiais. Sob  
orientação do Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira e Co-  
orientação da Profa. Dra. Melânia Lopes Cornélio.

JOÃO PESSOA/PB  
2025.

**Catálogo na publicação**  
**Seção de Catalogação e Classificação**

M386c Martins, Poliana Soares.

Caracterização físico-química das argilas caulim (branca) e bentonita (verde) associadas à polpa de acerola (*Malpighia emarginata* dc) como ativos para o desenvolvimento de uma formulação cosmética facial / Poliana Soares Martins. - João Pessoa, 2025.

152 f. : il.

Orientação: Heber Sivini Ferreira.  
Tese (Doutorado) - UFPB/CT.

1. Bentonita - Análises físico-químicas. 2. Acerola - Produtos cosméticos. 3. Creme facial. I. Ferreira, Heber Sivini. II. Título.

UFPB/BC

CDU 661.184.2(043)

**POLIANA SOARES MARTINS**

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DAS ARGILAS CAULIM (BRANCA) E  
BENTONITA (VERDE) ASSOCIADAS À POLPA DE**

**ACEROLA (*Malpighia emarginata* DC) COMO ATIVOS PARA O  
DESENVOLVIMENTO DE UMA FORMULAÇÃO COSMÉTICA FACIAL**

**TESE** apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal da Paraíba, para obtenção do Título de **DOCTORA** em Ciência e Engenharia de Materiais. Sob orientação do Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira e Co-orientação da Profa. Dra. Melânia Lopes Cornélio.

Aprovada em: 30/06/2025

**Banca Examinadora**

Documento assinado digitalmente



**HEBER SIVINI FERREIRA**

Data: 22/10/2025 20:19:55-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira do Departamento de Ciências e Engenharia dos Materiais da UFPB  
(Orientador)

Documento assinado digitalmente



**MELANIA LOPES CORNELIO**

Data: 13/11/2025 09:42:00-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Melânia Lopes Cornélio do Departamento de Engenharia Química UFPB

(Co-orientadora)

Documento assinado digitalmente



**VERUSCKA ARAUJO SILVA**

Data: 22/10/2025 20:30:05-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Veruscka Araujo Silva DEQ/CT/UFPB

Documento assinado digitalmente



**PATRICIA PINHEIRO FERNANDES VIEIRA**

Data: 12/11/2025 16:12:45-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Patrícia Pinheiro Fernandes Vieira

DG/CTDR/UFPB

Documento assinado digitalmente



**RAMON ALVES TORQUATO**

Data: 11/11/2025 07:15:10-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Ramon Alves Torquato  
DCEM/CT/UFPB

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus.

Aos meus pais e aos meus irmãos por todo apoio e incentivo.

Ao meu orientador Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira e minha co-orientadora Profa. Dra. Melânia Lopes Cornélio pela orientação, paciência, amizade e ensinamentos durante o doutorado.

As alunas de graduação, Anny e Anna que desenvolveram junto comigo o projeto.

A Profa. Dra. Patrícia do CTDR que ajudou na parte de análise microbiológica das amostras.

Aos técnicos de Laboratório Rivaildo, Rafael e Karla pela orientação no manuseio dos equipamentos.

Aos voluntários (a) que participaram da etapa final do meu projeto.

Aos colegas de Laboratório pela amizade e ajuda nos experimentos.

A todos (a) que participaram de forma direta e indireta para a realização desse projeto de doutorado.

OBRIGADA a todos (a) por toda dedicação e amizade!

***Erga sua cabeça e deixe seu espírito voar, mantenha a  
esperança viva lá no fundo e seus sonhos nunca morrerão...  
Gene Simmons***

## RESUMO

Há uma crescente preferência dos consumidores por matérias-primas naturais no desenvolvimento de produtos cosméticos, como argilas e frutas. As argilas, compostas por minerais, são amplamente utilizadas em cosméticos devido à sua alta taxa de adsorção, abundância na natureza, baixo impacto ambiental, baixo risco de toxicidade, alta área superficial e excelente capacidade de troca iônica. Entre as argilas mais comuns em cosméticos estão o caulim (branca) e a bentonita (verde), que oferecem benefícios como limpeza, adsorção de impurezas, tonificação da epiderme, hidratação e tratamento de dermatites e acne. A acerola, uma fruta rica em vitamina C, também tem sido amplamente utilizada no setor cosmético por sua eficácia no combate aos radicais livres, além de suas propriedades clareadoras de manchas, aumento da elasticidade da pele e fotoproteção, devido ao seu alto potencial antioxidante. O objetivo deste estudo foi caracterizar as propriedades físico-químicas das argilas caulim (branca) e bentonita (verde), combinadas com polpa de acerola, visando seu uso como princípios ativos em uma formulação cosmética de creme facial. As argilas passaram por processos de purificação e secagem via *Spray Dryer* e as acerolas pelo processo de remoção da polpa, em seguida, passaram por análises microbiológicas e foram caracterizadas em relação às suas propriedades físico-químicas onde revelou um material argiloso com pH acima do pH cutâneo, baixo teor de umidade, granulometria fina após purificação e secagem e ricos em minerais de acordo com análise de FRX. A bentonita apresentou melhores resultados em termos de densidades, porosidade e ângulo de escoamento. Nas análises de TG e DTA, o caulim mostrou picos endotérmicos e a bentonita picos endotérmicos e isotérmicos. A polpa de acerola apresentou pH ácido e alto teor de vitamina C. As argilas e a polpa de acerola apresentaram boas propriedades para aplicação em uma formulação de creme facial com 0,5%, 1,5% e 3,0% de cada ativo inserido igualmente no cosmético, a formulação foi submetida ao teste microbiológico e analisado em relação às propriedades organolépticas, físico-químicas e análise reológica. O cosmético apresentou boa estabilidade e foi submetida à análise sensorial e testes *in vivo* aprovados pelo comitê de ética. A análise reológica indicou que a formulação apresentou comportamento pseudoplástico não newtoniano e a concentração com 3% de ativos melhor se ajustou ao modelo reológico. Nas análises microbiológicas, os ativos não apresentaram crescimento de colônias de bactérias e fungos. O creme facial, por sua vez, mostrou crescimento bacteriano dentro dos limites permitidos pela legislação. O creme facial contendo argilas e polpa de acerola obteve resultados promissores em parâmetros de hidratação, poros e elasticidade da pele. Na análise sensorial, a oleosidade, a firmeza e a avaliação global foram os atributos mais bem avaliados. Na atitude de compra foi constatado que 50% dos avaliadores comprariam o creme argilas com acerola. Assim, esse estudo traz informações relevantes para o uso da argila e polpa de acerola, comprovando seus benefícios na pele através do creme facial contendo esses ativos, sendo um potencial produto com aplicação na forma de creme facial, uma alternativa promissora para o desenvolvimento de produtos cosméticos inovadores, eficazes e sustentáveis.

**Palavras-chaves:** Bentonita, acerola, análises físico-químicas, creme facial, estabilidade do produto.

## ABSTRACT

There is a growing consumer preference for natural raw materials, such as clays and fruits, in the development of cosmetic products. Clays, composed of minerals, are widely used in cosmetics due to their high adsorption rate, abundance in nature, low environmental impact, low risk of toxicity, high surface area, and excellent ion exchange capacity. Among the most common clays in cosmetics are kaolin (white) and bentonite (green), which offer benefits such as cleansing, adsorption of impurities, toning of the epidermis, hydration, and treatment of dermatitis and acne. Acerola, a fruit rich in vitamin C, has also been widely used in the cosmetics sector for its effectiveness in combating free radicals, in addition to its properties in lightening blemishes, increasing skin elasticity, and photoprotection, due to its high antioxidant potential. The objective of this study was to characterize the physicochemical properties of kaolin (white) and bentonite (green) clays combined with acerola pulp, aiming at their use as active ingredients in a cosmetic facial cream formulation. The clays underwent purification and drying processes via spray dryer, and the acerola fruits underwent pulp removal. Subsequently, they underwent microbiological analysis and were characterized according to their physicochemical properties, revealing a clayey material with a pH above the skin pH, low unit content, fine particle size after purification and drying, and rich in minerals according to XRF analysis. Bentonite presented better results in terms of density, porosity, and flow angle. In the TG and DTA analyses, kaolin showed endothermic peaks, and bentonite showed endothermic and isothermal peaks. The acerola pulp had an acidic pH and high vitamin C content. The clays and acerola pulp showed good application properties in a facial cream formulation with 0.5%, 1.5%, and 3.0% of each active ingredient equally incorporated into the cosmetic. The formulation was subjected to microbiological testing and analyzed for organoleptic, physicochemical, and rheological properties. The cosmetic presented good stability and underwent sensory analysis and *in vivo* tests approved by the ethics committee. Rheological analysis indicated that the formulation exhibited non-Newtonian pseudoplastic behavior, and the 3% active ingredient concentration best fit the rheological model. In microbiological analyses, the active ingredients did not show bacterial or fungal colony growth. The facial cream, in turn, showed bacterial growth within the limits permitted by law. The facial cream containing clays and acerola pulp obtained promising results in terms of hydration, pores, and skin elasticity. In the sensory analysis, oiliness, firmness, and overall evaluation were the best-rated attributes. In terms of purchasing behavior, it was found that 50% of evaluators would buy the clay cream with acerola. Thus, this study provides relevant information on the use of clay and acerola pulp, demonstrating their benefits for the skin through facial creams containing these active ingredients. This suggests a potential product for application as a facial cream, a promising alternative for the development of innovative, effective, and sustainable cosmetic products.

**Keywords:** Bentonite, acerola, physicochemical analysis, facial cream, product stability.

## LISTA DE FIGURAS

|                                                                                                                 |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Figura 1:</b> a) Folha octaédrica e uma b) folha tetraédrica que formam os argilominerais. __                | 21 |
| <b>Figura 2:</b> Diagrama em escala laboratorial de secador por spray. _____                                    | 28 |
| <b>Figura 3:</b> Ilustração do fruto de acerola. _____                                                          | 38 |
| <b>Figura 4:</b> Escala hedônica. _____                                                                         | 62 |
| <b>Figura 5:</b> fluxograma das etapas de desenvolvimento do creme facial argilas com acerola.                  | 70 |
| <b>Figura 6:</b> Equipamento Spray Dryer e argilas caulim (branca) e bentonita (verde) purificadas. _____       | 72 |
| <b>Figura 7:</b> Fluxograma da extração da polpa de acerola. _____                                              | 76 |
| <b>Figura 8:</b> Etapas finais de obtenção da polpa de acerola. _____                                           | 77 |
| <b>Figura 9:</b> Formulação do creme facial: (a) sem os ativos e (b) com as argilas e a polpa de acerola. _____ | 80 |
| <b>Figura 10:</b> Análise microbiológica aplicada à matéria-prima e ao produto final. _____                     | 82 |
| <b>Figura 11:</b> Formulações do creme facial submetida ao teste de estabilidade. _____                         | 82 |
| <b>Figura 12:</b> Análise de viscosidade do creme facial. _____                                                 | 83 |
| <b>Figura 13:</b> Amostras do creme facial. _____                                                               | 86 |
| <b>Figura 14:</b> Esquema ilustrado das sondas usadas no teste sensorial. _____                                 | 87 |
| <b>Figura 15:</b> Pontos do rosto onde ocorreram as medições dos parâmetros. _____                              | 88 |

## LISTA DE TABELAS

|                                                                                                                       |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>Tabela 1:</b> Propriedades importantes do caulim.                                                                  | 23  |
| <b>Tabela 2:</b> Classificação de argila de acordo com a cor.                                                         | 34  |
| <b>Tabela 3:</b> Métodos classificatórios da pele.                                                                    | 58  |
| <b>Tabela 4:</b> testes usados na análise sensorial.                                                                  | 61  |
| <b>Tabela 5:</b> Etapas de purificação das argilas caulim e bentonita.                                                | 71  |
| <b>Tabela 6:</b> Formulação de creme facial contendo como ativo caulim (branca), bentonita (verde) e suco de acerola. | 79  |
| <b>Tabela 7:</b> Teste microbiológico das argilas.                                                                    | 81  |
| <b>Tabela 8:</b> Propriedades organolépticas e análises físico-químicas.                                              | 83  |
| <b>Tabela 9:</b> Ensaio físico-químico de argilas caulim (branca) e bentonita (verde).                                | 89  |
| <b>Tabela 10:</b> Percentual de Oxido de caulim (branca).                                                             | 97  |
| <b>Tabela 11:</b> Percentual de Oxido bentonita (verde)                                                               | 97  |
| <b>Tabela 12:</b> Ensaio físico-químico de polpa de acerola.                                                          | 98  |
| <b>Tabela 13:</b> Propriedades organolépticas do creme facial.                                                        | 103 |

## LISTA DE GRÁFICOS

|                                                                                                                               |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>Gráfico 1:</b> Distribuição da granulometria do caulim (branca) e da bentonita (verde) no estado bruto e purificado. _____ | 92  |
| <b>Gráfico 2:</b> TG e DTA do caulim (branca) bruto. _____                                                                    | 93  |
| <b>Gráfico 3:</b> TG e DTA do caulim (branca) Purificado. _____                                                               | 94  |
| <b>Gráfico 4:</b> TG e DTA da bentonita (verde) bruta. _____                                                                  | 94  |
| <b>Gráfico 5:</b> TG e DTA da bentonita (verde) purificada. _____                                                             | 95  |
| <b>Gráfico 6:</b> Média $\pm$ desvio padrão dos valores obtidos de pH ao longo de 28 dias. _____                              | 104 |
| <b>Gráfico 7:</b> Taxa de cisalhamento versus tensão de cisalhamento. _____                                                   | 105 |
| <b>Gráfico 8:</b> Ajuste ao modelo com limite de escoamento para concentração 0,5%. _____                                     | 106 |
| <b>Gráfico 9:</b> Ajuste ao modelo com limite de escoamento para concentração 1,5%. _____                                     | 107 |
| <b>Gráfico 10:</b> Ajuste ao modelo com limite de escoamento para concentração 3,0%. _____                                    | 107 |
| <b>Gráfico 11:</b> Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento. _____                                                    | 108 |
| <b>Gráfico 12:</b> G' e G'' em função do tempo e da tensão para a concentração 0,5%. _____                                    | 109 |
| <b>Gráfico 13:</b> G' e G'' em função do tempo e da tensão para a concentração 1,5%. _____                                    | 110 |
| <b>Gráfico 14:</b> G' e G'' em função do tempo e da tensão para a concentração 3,0%. _____                                    | 110 |
| <b>Gráfico 15:</b> Média dos valores de hidratação no estrato córneo. _____                                                   | 112 |
| <b>Gráfico 16:</b> Média dos valores de hidratação. _____                                                                     | 113 |
| <b>Gráfico 17:</b> Média dos valores de elasticidade. _____                                                                   | 114 |
| <b>Gráfico 18:</b> Média dos valores de porosidade. _____                                                                     | 115 |
| <b>Gráfico 19:</b> Média dos valores para o brilho. _____                                                                     | 116 |
| <b>Gráfico 20:</b> Média dos valores para a oleosidade. _____                                                                 | 118 |
| <b>Gráfico 21:</b> Média dos valores para o pH. _____                                                                         | 119 |
| <b>Gráfico 22:</b> Respostas da avaliação de aceitação dos atributos do creme argilas com acerola. _____                      | 121 |
| <b>Gráfico 23:</b> Respostas da avaliação de atitude de compra _____                                                          | 123 |

## SUMÁRIO

|                                                                     |           |
|---------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1. INTRODUÇÃO</b>                                                | <b>16</b> |
| 1.1. OBJETIVOS                                                      | 18        |
| <b>1.1.1. Objetivo Geral</b>                                        | <b>18</b> |
| 1.1.1.1. Específicos                                                | 18        |
| <b>2. REVISÃO DA LITERATURA</b>                                     | <b>20</b> |
| 2.1 ARGILAS                                                         | 20        |
| <b>2.1.1. Caulim</b>                                                | <b>21</b> |
| 2.1.1.1. Características do caulim                                  | 21        |
| <b>2.1.2. Bentonita</b>                                             | <b>23</b> |
| 2.1.2.1. Características da bentonita                               | 24        |
| <b>2.1.3. Processo de purificação dos argilominerais</b>            | <b>26</b> |
| <b>2.1.4. Secagem dos argilominerais</b>                            | <b>27</b> |
| <b>2.1.5. Análises físico-químicas das argilas</b>                  | <b>28</b> |
| 2.1.5.1. Potencial hidrogeniônico (pH)                              | 28        |
| 2.1.5.2. Teor de umidade                                            | 29        |
| 2.1.5.3. Densidades                                                 | 29        |
| 2.1.5.4. Porosidade                                                 | 30        |
| 2.1.5.5. Ângulo de escoamento                                       | 30        |
| 2.1.5.6. Granulometria                                              | 30        |
| 2.1.5.7. Análise Termogravimétrica (TG) e Térmica Diferencial (DTA) | 31        |
| 2.1.5.8. Fluorescência de Raios X (FRX)                             | 31        |
| <b>2.1.6. Aplicação de argilas em cosméticos</b>                    | <b>32</b> |
| 2.1.6.1. Uso de caulim em cosméticos                                | 34        |
| 2.1.6.2. Uso de bentonita em cosméticos                             | 36        |
| 2.2. ACEROLA ( <i>Malpighia e-marginata</i> DC.)                    | 38        |
| <b>2.2.1. Características da acerola</b>                            | <b>38</b> |
| <b>2.2.2. Compostos da acerola</b>                                  | <b>39</b> |
| <b>2.2.3. Vitamina C</b>                                            | <b>39</b> |
| 2.2.3.1. Constituição da vitamina C                                 | 39        |
| 2.2.3.2. Teor de ácido ascorbico                                    | 40        |
| 2.2.3.3. Atuação da vitamina C no corpo humano                      | 40        |
| 2.2.3.4. Aplicação da vitamina C em cosméticos                      | 42        |

|          |                                                                             |    |
|----------|-----------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.3.     | COSMÉTICOS                                                                  | 44 |
| 2.3.1.   | Definição de cosméticos                                                     | 45 |
| 2.3.2.   | Formulação cosmética de creme facial                                        | 46 |
| 2.3.3.   | Análise de estabilidade                                                     | 49 |
| 2.3.4.   | Análise microbiológica                                                      | 51 |
| 2.3.5.   | Análise de Reologia                                                         | 54 |
| 2.3.6.   | Pele o principal órgão de aplicação de cosmético                            | 56 |
| 2.4.     | ANÁLISE SENSORIAL                                                           | 60 |
| 2.4.1.   | Seleção de voluntários                                                      | 62 |
|          | SÍNTESE DA REVISÃO DA LITERATURA                                            | 63 |
| 3.       | MATERIAIS E MÉTODOS                                                         | 70 |
| 3.1.     | MATERIAIS USADOS NA REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS                                  | 70 |
| 3.2.     | METODOLOGIA                                                                 | 70 |
| 3.2.1.   | Purificação das argilas caulim (branca) e bentonita (verde)                 | 71 |
| 3.2.2.   | Secagem via <i>spray dryer</i> das argilas                                  | 71 |
| 3.2.3.   | Caracterizações Físico-químicas das argilas                                 | 72 |
| 3.2.3.1. | Potencial hidrogeniônico (pH)                                               | 72 |
| 3.2.3.2. | Teor de umidade (%)                                                         | 73 |
| 3.2.3.3. | Densidades ( $\text{g.mL}^{-1}$ )                                           | 73 |
| 3.2.3.4. | Porosidade (%)                                                              | 74 |
| 3.2.3.5. | Ângulo de repouso                                                           | 74 |
| 3.2.3.6. | Granulometria                                                               | 75 |
| 3.2.3.7. | Análise Termogravimétrica (TG) e Análise Térmica Diferencial (DTA)          | 75 |
| 3.2.3.8. | Fluorescência de Raios X (FRX)                                              | 75 |
| 3.2.4.   | Extração e análises físico-químicas da polpa de acerola                     | 75 |
| 3.2.4.1. | Potencial hidrogeniônico (pH)                                               | 77 |
| 3.2.4.2. | Teor de vitamina C                                                          | 77 |
| 2.3.5.   | Formulação do creme facial contendo argilas e acerola                       | 79 |
| 2.3.5.1. | Etapas da preparação do creme facial contendo argilas e acerola como ativos | 79 |
| 2.3.5.2. | Análise microbiológica                                                      | 81 |
| 2.3.5.3. | Análise de estabilidade                                                     | 82 |
| 2.3.5.4. | Análise de Reologia                                                         | 83 |
| 2.3.5.5. | Análise sensorial                                                           | 84 |
| 2.3.5.6. | Avaliação da pele dos voluntários através do uso de sondas                  | 86 |

|                                                                             |            |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>3.3.6. Análise Estatística</b>                                           | <b>88</b>  |
| <b>4. RESULTADOS</b>                                                        | <b>89</b>  |
| 4.1. CARATERIZAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS                                         | 89         |
| <b>4.1.1. Caraterizações físico-químicas das argilas</b>                    | <b>89</b>  |
| 4.1.1.1. pH                                                                 | 89         |
| 4.1.1.2. Teor de umidade                                                    | 90         |
| 4.1.1.3. Densidades                                                         | 90         |
| 4.1.1.4. Porosidade                                                         | 91         |
| 4.1.1.5. Ângulo de escoamento                                               | 91         |
| 4.1.1.6. Granulometria                                                      | 92         |
| 4.1.1.7. Análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (DTA) | 93         |
| 4.1.1.8. Florescência de raios X (FRX)                                      | 96         |
| <b>4.1.2. Caraterizações físico-químicas da polpa de acerola</b>            | <b>98</b>  |
| 4.2. ANÁLISE MICROBIOLÓGICA                                                 | 99         |
| <b>4.2.1. Argila caulim (branca) e bentonita (verde) e polpa de acerola</b> | <b>99</b>  |
| 4.2.1.1. Caulim (branca) e bentonita (verde)                                | 99         |
| 4.2.1.2. Polpa de acerola                                                   | 100        |
| <b>4.2.2. Creme facial argilas com acerola</b>                              | <b>100</b> |
| 4.3. ANÁLISE DE ESTABILIDADE                                                | 101        |
| <b>4.3.1. Centrifugação</b>                                                 | <b>101</b> |
| <b>4.3.2. Propriedades organolépticas</b>                                   | <b>102</b> |
| <b>4.3.3. Caraterizações físico-químicas</b>                                | <b>103</b> |
| 4.3.3.1. Potencial hidrogeniônico (pH)                                      | 103        |
| 4.3.3.2. Viscosidade                                                        | 104        |
| 4.4. ANÁLISE DE REOLOGIA                                                    | 104        |
| 4.5. AVALIAÇÃO CINÉTICA NA PELE COM USO DE SONDAS                           | 111        |
| <b>4.5.1. Sonda Corneometer® CM 825 (Courage-Khazaka)</b>                   | <b>111</b> |
| 4.5.1.1. Hidratação no estrato córneo                                       | 112        |
| <b>4.5.2. Sonda API-100 (Aram Huvis)</b>                                    | <b>113</b> |
| 4.5.2.1. Hidratação                                                         | 113        |
| 4.5.2.2. Elasticidade                                                       | 114        |
| 4.5.2.3. Porosidade                                                         | 115        |
| 4.5.2.4. Brilho                                                             | 116        |
| <b>4.5.3. Sebumeter® SM 815 (Courage-Khazaka)</b>                           | <b>117</b> |

|                                                                 |     |
|-----------------------------------------------------------------|-----|
| 4.5.3.1. Sebo                                                   | 117 |
| 4.5.4. Skin-pH-Meter PH905® (Courage-Khazaka)                   | 118 |
| 4.5.4.1. pH                                                     | 118 |
| 4.5.5. Análise dos Resultados                                   | 120 |
| 4.6. ANÁLISE SENSORIAL                                          | 120 |
| 4.6.1. Teste de aceitação                                       | 120 |
| 4.6.2. Atitude de compra                                        | 123 |
| 4.7. CONSIDERAÇÕES FINAIS DOS RESULTADOS                        | 124 |
| 5. CONCLUSÃO                                                    | 128 |
| REFERÊNCIAS                                                     | 130 |
| ANEXO A: Termo de consentimento livre e esclarecimento (TCLE)   | 149 |
| ANEXO B: Teste de aceitação e de atitude e compra               | 152 |
| APÊNDICE A: Formulário de Análise Sensorial de cosmético facial | 153 |

## CAPÍTULO 1

### 1. INTRODUÇÃO

No desenvolvimento de produtos cosméticos, observa-se um crescente interesse dos consumidores por materiais naturais. Dentre esses, destacam-se as argilas, como o caulim (branca) e a bentonita (verde), bem como o uso de frutas, como acerola, devido aos benefícios e nutrientes que oferecem à pele (Mattioli et al., 2019).

As argilas são materiais terrosos compostos por partículas finas, produtos inorgânicos e matéria orgânica, denominados argilominerais. Elas são amplamente utilizadas em formulações cosméticas devido à sua alta capacidade de adsorção, abundância na natureza, baixo impacto ambiental, reduzido risco de toxicidade, elevada área superficial e excelente capacidade de troca iônica (Favero et al., 2016; Mattioli et al., 2019; Moreno-Maroto e Alonso-Azcárate, 2018).

O caulim é um minério constituído por silicato de alumínio hidratado, conhecido como caulinita. Apresenta coloração branca ou quase branca, é não abrasivo, possui baixa carga superficial, baixa viscosidade, baixa condutividade térmica e elétrica, além de alto teor de sólidos (Haydn e Murray, 2006).

A bentonita, por sua vez, é um argilomineral sedimentar formado pela alteração química de cinzas vulcânicas envelhecidas. É composta predominantemente por esmectita, principalmente montmorilonita, e apresenta coloração variável entre bege-marrom, verde-amarelado, verde-azulado, acinzentado e branco. Suas partículas são de pequeno tamanho, sendo altamente absorventes de substâncias orgânicas e inorgânicas. Além disso, possui baixa permeabilidade, boa biocompatibilidade e é amplamente utilizada como adsorvente. Entre suas principais propriedades reológicas, destacam-se a viscosidade e a tixotropia (Gama et al., 2020; Fernandes et al., 2023; Menezes et al., 2009).

As argilas oferecem diversos benefícios à pele, como limpeza, adsorção de impurezas, tonificação, hidratação, tratamento de dermatites e acne, contribuindo para a promoção da qualidade de vida e autoestima dos consumidores. Existem diversas formas de aplicação dos argilominerais em cosméticos, como pomadas, géis, cremes, entre outros (Mattioli et al., 2019; Truppel, Marafon e Valentine, 2020).

A acerola é uma fruta com grande potencial para uso cosmético, principalmente devido à sua alta concentração de vitamina C. Essa vitamina é reconhecida por suas propriedades antioxidantes, sendo capaz de proteger o corpo

## CAPÍTULO 1

contra espécies reativas de oxigênio, além de apresentar ação clareadora de manchas, aumento da elasticidade da pele e fotoproteção. No entanto, a quantidade de vitamina C que atinge a pele por meio da ingestão é relativamente baixa em comparação a outros órgãos, uma vez que a epiderme, camada mais externa da pele, é avascular, dificultando a distribuição sistêmica. Assim, o uso tópico de formulações contendo vitamina C, como cremes e géis, torna-se uma alternativa eficaz ((Rincón-Fontán et al., 2020).

Cosméticos são formulações compostas por materiais sintéticos ou naturais, definidos como substâncias químicas de uso externo na pele, com o objetivo de manter ou melhorar sua aparência (Daneluz, 2018). Dentre os diversos tipos de formulações cosméticas, destaca-se o creme, uma preparação semissólida geralmente constituída por uma emulsão formada por duas fases (ANVISA, 2010). A pele é o principal local de aplicação dessas formulações, atuando como uma barreira protetora, promovendo a interação com o ambiente e defendendo o organismo contra a perda de água, contaminação microbiana, radiação ultravioleta e agentes nocivos (Oliveira et al., 2023).

O interesse por este tema está relacionado à combinação de ingredientes naturais de argilominerais com espécies rica em compostos bioativos, como a acerola para o desenvolvimento de formulação cosmética, e na região Nordeste, onde as matérias primas bentonita (verde), caulim (branca) e acerola podem ser encontrados, com fácil acesso e baixo custo. Trazendo como contribuição a junção dos benefícios do caulim (branca) e bentonita (verde) com poder antioxidante da vitamina C, se apresentando como uma alternativa promissora para o desenvolvimento de produtos cosméticos inovadores, eficazes e sustentáveis, do qual não foram encontrados dados na literatura que abordem a mistura de argilas com acerola.

Considerando os benefícios funcionais desses componentes e a demanda crescente por formulações mais naturais, esta pesquisa tem como objetivo de estudo caracterizar as propriedades físico-químicas das argilas caulim (branca) e bentonita (verde), combinadas com polpa de acerola, visando seu uso posterior como princípios ativos em uma formulação cosmética de creme facial.

A metodologia abordada foi quantitativa e qualitativa, o trabalho foi desenvolvido em laboratórios equipados. As principais matérias-primas (caulim, bentonita e acerola) foram obtidas na cidade de João Pessoa-PB.

## CAPÍTULO 1

A tese foi estruturada em cinco capítulos. O capítulo 1 apresenta a introdução, o objetivo e o contexto da pesquisa. O capítulo 2 revisa a literatura, abordando os seguintes subtópicos principais: Argilas; Acerola; Cosméticos e Análise sensorial. O capítulo 3 detalha a metodologia de pesquisa utilizada. O Capítulo 4 apresenta os resultados, os tratamentos estatísticos e as discussões, usando referências como parâmetro para análise dos resultados. O Capítulo 5 traz as conclusões.

Com isso, esse trabalho busca aprofundar-se na pesquisa de matérias-primas naturais como argilas, polpa da fruta de acerola que tem alto teor de vitamina C que podem ser aplicadas para obtenção de uma formulação cosmética e na investigação de quais seriam os seus benefícios na pele dos participantes da pesquisa. A partir daí, foi levantada o seguinte problema da pesquisa:

“Por que uma argila purificada mais polpa da fruta de acerola, podem ser aplicados em uma formulação cosmética como ativos? O que podem promover na pele dos voluntários”?

Acredita-se que esta tese contribuirá para a formulação de um novo cosmético regional, além de estimular o uso de matérias-primas naturais em produtos cosméticos.

### 1.1. OBJETIVOS

#### 1.1.1. Objetivo Geral

Caracterizar as propriedades físico-químicas das argilas caulim (branca) e bentonita (verde), combinadas com polpa de acerola, visando seu uso como princípios ativos em uma formulação cosmética de creme facial.

##### 1.1.1.1. Específicos

- ✓ Purificar e secar as argilas caulim (branca) e bentonita (verde);
- ✓ Extrair a polpa de acerola;
- ✓ Caracterizar as propriedades físico-químicas das argilas e da polpa de acerola;
- ✓ Formular o creme facial;

## **CAPÍTULO 1**

- ✓ Realizar análises microbiológicas das argilas, da polpa de acerola e do creme facial;
- ✓ Determinar a estabilidade e a reologia do creme facial;
- ✓ Avaliar os efeitos do creme em relação aos parâmetros de hidratação, elasticidade, poros, brilho, oleosidade e pH na pele dos voluntários, por meio de sondas específicas;
- ✓ Realizar a análise sensorial do creme facial contendo argilas e polpa de acerola.

## CAPÍTULO 2

### 2. REVISÃO DA LITERATURA

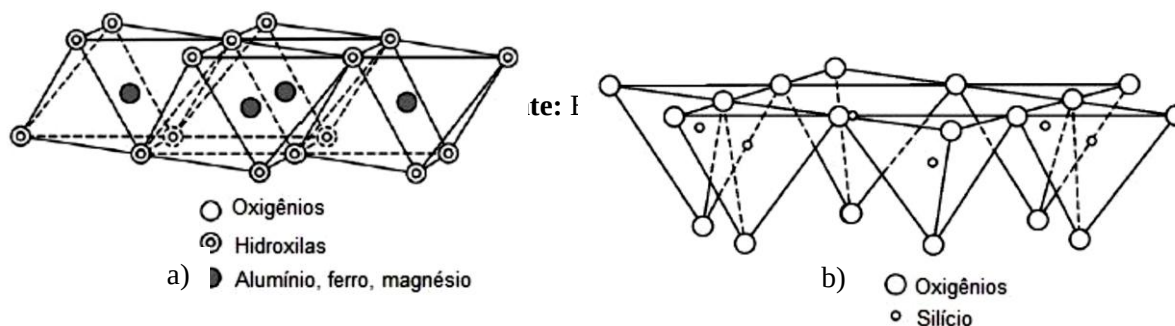
#### 2.1 ARGILAS

As argilas são materiais terrosos, compostas por partículas finas com dimensões geralmente abaixo de 2  $\mu\text{m}$  e por produtos orgânicos como quartzo, feldspatos, carbonatos, sulfatos, calcita, hematita e matéria orgânica, denominados de argilominerais (Mattioli, et al., 2019; Favero et al., 2016). Sua formação advém das condições geológicas de tempo, temperatura e profundidade. Grande parte de sua origem é através de intemperismo na interface rocha e atmosfera, outras se formam no fundo do mar ou lago e uma pequena quantidade surgem do resfriamento magmático. (Coelho, Santos e Santos, 2007; Moreno-Maroto e Alonso-Azcárate, 2018; Velde, 1995).

Os argilominerais são classificados de acordo com a sua composição cristalina e química, dividindo em grupos de silicatos de estrutura laminar e estrutura fibrosa: os silicatos de estrutura laminar são separados em duas classes: os da camada 1:1 que engloba o grupo da caulinita, das serpentinas e dos argilominerais ferríferos; os da camada 2:1 onde se encontra os grupos do talco-pirofilita, micas, esmectitas, vermiculitas, cloritas, sepiolitas e montmorilonita (bentonita) e por ultimo uma pequena quantidade de argilominerías pertencem ao grupo fibroso 2:1 que está relacionado às paligorskita (atapulgitas) (Coelho, Santos e Santos, 2007). Os primeiros estudos sobre as propriedades dos argilominerais têm cerca de 100 anos e a sua estrutura é basicamente silicato hidratados de Al, Fe, Ca, Zn, Ti, K e Mg, composto por cristais coordenado em camadas com dois blocos de construção de folhas octaédricas de hidróxidos de metais composto por seis grupos hidroxílicos ou oxigênios no vértice de um octaedro com o átomo de Al, Mg ou Fe no centro de acordo com a **Figura 1a** e tetraédricas ( $\text{SiO}_4$ ) formada por átomos de silício no centro com quatro átomos de oxigênio nos vértices de um tetraedro como mostrado na **Figura 1b**, com distribuição hexagonal denominados de filossilicatos, resultando no suporte aos minerais da argila (Balduino, 2016; Bergaya e Lagaly, 2016; Coelho, Santos e Santos, 2007; Clauer, 1995; Moreno-Maroto e Alonso-Azcárate, 2018; Velde, 1995).

## CAPÍTULO 2

**Figura 1:** a) Folha octaédrica e uma b) folha tetraédrica que formam os argilominerais.



O caulim é um dos argilominerais de massa rochosa mais abundante na natureza que ocorre naturalmente, dependendo das condições geológicas e intemperismo. É um minério composto por silicato de alumínio hidratado, denominado de caulinita, da qual é encontrada como cristais triclinicos pseudo-hexagonais. É um minério formado por folhas tetraédricas ligada a uma folha octaédrica, através do compartilhamento de átomos de oxigênio na camada tetraédrica, cuja célula unitária é expressa por  $\text{Al}_4(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_8$ , com estrutura química teórica de 39,50% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 46,54% de  $\text{SiO}_2$  e 13,96% de  $\text{H}_2\text{O}$ ; com diâmetro de cerca de 0,05-10  $\mu\text{m}$ . Além da caulinita, pode ocorrer a presença de outros minerais como feldspato, mica, quartzo, carbonáceos, ilita, montmorilonita, ilmenita, anatase, hematita, bauxita, zircão, rutilo, cianita, silimanita, grafite, atapulgita e haloisita. Além destes mineiros existe a presença de outros, como ferro, que confere impureza ao caulim, o ferro existe como óxidos, hidróxidos, oxi-hidróxidos, sulfetos e carbonatos, juntamente com quartzo, ele esta presente como mineral auxiliar denominado de ferro livre. (Foroughi, Salem e Salem, 2021; Haydn e Murray, 2006; Iriany et al., 2020; Kato et al, 2017; Luz et al., 2008; Olaremu, 2015 Zhang et al., 2016).

### 2.1.1.1. Características do caulim

É um material inorgânico com propriedades físicas e químicas com inúmeras aplicações, quando incorporada nas formulações industriais é menos reativa que outros argilominerais. Possui coloração branca ou quase branca, é quimicamente inerte em uma ampla faixa de pH, tem baixa carga superficial, possui boas propriedades de enchimento, baixa viscosidade, incombustível, imputrescível, neutro, imune ao ataque de microrganismos, possui mudanças bruscas de temperatura, possui baixas condutividade de calor e eletricidade, baixo custo e teor de sólidos alto. Outras características são retratadas na

## CAPÍTULO 2

**Tabela 1** onde é mostrado as principais propriedades deste argilomineral (Haydn e Murray, 2006; Luz et al., 2008; Silva, Vidal e Pereira, 2001).

No Brasil, os depósitos de caulim ocorrem nos Estados do Amazonas, Pará e Amapá são do tipo sedimentar, distinguindo-se por grandes reservas. Nas demais localidades constata-se uma predominância de caulim primário, gerado tanto da decomposição de pegmatitos como do intemperismo de granitos, destacando-se os estados de Minas Gerais, Paraíba, São Paulo, Goiás, Santa Catarina e Paraná. Uma grande quantidade de caulim é usada principalmente na indústria de papel e outras aplicações incluem o uso na indústria cerâmica, plásticos, borrachas, cimentos, preparações cosméticas e produtos farmacêuticos (Gomes et al, 2021; Luz et al., 2008; Mártires, 2009; Sousa, Harima e Leite, 2007; Velasco et al., 2016).

Na indústria cerâmica o resíduo beneficiado do caulim vem sendo usado para a produção de blocos, telhados, revestimentos cerâmicos, fabricação de porcelana, azulejo e esmalte (Lima, Carmo e Rosa, 2010; Menezes et al, 2007)

Na indústria de plásticos os caulins calcinados como extensores para o dióxido de titânio são usados como carga na formulação de plásticos e principalmente em nylon, poliolefinas, poliuretano, PVC, polietileno insaturado e poliéster termoplástico, com o intuito de prover um acabamento liso, camuflar as fibras, diminuir a contração e a fratura durante a composição e moldagem do polímero (Luz et al., 2008).

Na indústria de papel é muito utilizado o caulim sedimentar que tem como uma de suas características a elevada percentagem de caulinita, sendo implementado na fabricação de papeis comuns, principalmente aqueles do tipo lightweight coated (LWC), o caulim pode apresentar as funções de carga (filler) ou revestimento (coating) e pigmento, durante certo tempo o caulim se apresentou como o mineral mais utilizado por essa indústria (Lima, Carmo e Rosa, 2010; Luz et al., 2008).

Na indústria da borracha o caulim atinge os elastômeros termoplásticos e borrachas isolantes usadas em linhas de alta tensão e confecção de brinquedos e carpetes e agente fortalecedor de borracha (Lima, Carmo e Rosa, 2010; Luz et al., 2008)

Na indústria de cimento usam-se resíduos provindos de caulim na fabricação de cimento do qual contribui com a diminuição do impacto ambiental, com a sustentabilidade e com produtos coeficientes, destacando o cimento Portland Pozolânico, usa-se os resíduos com atividade pozolânica para a produção de materiais de construção como argamassas e blocos de solo-cimento (Leandro et al., 2017; Menezes et al., 2009).

## CAPÍTULO 2

Na indústria de farmacêutica o caulim é aplicado na cobertura digestiva de medicamentos, na fabricação de pílulas por apresentar viabilidade econômica e bioatividade, é usado também como protetor gastrointestinal, antidiarreico, anti-inflamatório e anestésico local (Awoyama, Vieira e Carvalho, 2021; Lima, Carmo e Rosa, 2010).

Nas indústrias cosméticas o caulim é usado como espessante, gel polar, agente de emulsificação, gelificante, excipiente em função de estabilizar emulsões, suspensões, modificar de comportamento reológico, diluente, ligante, adsorventes ou absorventes, ativos, máscaras e também como atuante no clareamento de manchas da pele, cicatrizante esfoliação, hidratação, produção de colágeno e elastina, tonificante, proteção UV-B e UV-A, estímulo vibracional da pele e ação antisséptica e bacteriostática, entre outros (Awoyama, Vieira e Carvalho, 2021, Gonçalves, 2023).

**Tabela 1:** Propriedades importantes do caulim.

|   |                                                                                       |
|---|---------------------------------------------------------------------------------------|
| ✓ | Não abrasivo;                                                                         |
| ✓ | Dimensões da superfície da placa relativamente grandes em comparação com a espessura; |
| ✓ | Boa cobertura e poder de ocultação;                                                   |
| ✓ | Plástico e refratário;                                                                |
| ✓ | Área de superfície baixa em comparação com outros minerais de argila;                 |
| ✓ | Fluem prontamente em 70% de sólidos.                                                  |

**Fonte:** Haydn e Murray, 2006.

### 2.1.2. Bentonita

A bentonita é um argilomineral sedimentar formado pela mudança química nas cinzas vulcânicas envelhecidas, compreendendo o conjunto formado pelo grupo da esmectita composta de montmorilonita, da qual tem formula química  $(yM^+)(Al_2-yMgy)Si_4O_{10}(OH)_2.nH_2O$ , quartzo, cristobalita, feldspatos e zeólitas. É um aluminossilicato, contendo na sua estrutura natural os cátions  $Na^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Al^{3+}$  e  $Fe^{3+}$ . Com tamanho de partículas variando de 2  $\mu m$  a tamanhos pequenos com 0,1  $\mu m$  em diâmetro, formando placas ou lâminas. Com estrutura central octaédrica contendo hidróxido de alumínio, chamada de gibsita ligada a duas folhas tetraédricas de sílica e oxigênio, configurando a formação da camada 2:1, ligada frouxamente entre si onde ocorre a penetração de moléculas de água, dividindo-as e chegando a deixa-las livres. Para as bentonitas, a região lamelar é importante, pois, a mesma depender dos cátions localizados nessa região, havendo ou não a expansão na estrutura cristalina, determinando se a bentonita será sódica ou cálcica, e a

## CAPÍTULO 2

diferença no poder de hidratação entre as mesmas. A bentonita (Na) é conhecida pela sua capacidade de absorver água, expandindo seu volume, proporcionando separação das lamelas, chegando a esfoliação completa e formando suspensões viscosas, gerando uma menor força de captação entre as camadas do argilomineral, afastando-as umas das outras. Isto possibilita que várias moléculas de água sejam fixadas, ou seja, uma maior quantidade de água penetre entre as camadas. A bentonita (Ca) em contraste é vista pela baixa capacidade de absorção de água, inchamento e incapacidade de permanecer em suspensão na água, a expansão entre as lamelas não acontece, por isso, a sua separação interplanar basal não se modifica. A presença do cátion  $\text{Ca}^{2+}$  na esmectita gera forte atração entre as camadas, diminuindo a quantidade de água a ser adsorvida. Nota-se que a bentonita sódica, após agitação e descanso, exibem-se em um sistema homogêneo, todas suas partículas em dispersão no meio líquido, ao contrário, para a bentonita cálcica, as partículas apresentam-se floculadas, ou seja, observa-se claramente uma camada da bentonita colocada no fundo do recipiente e sobre essa uma camada de água (Gama, et al., 2020; Gonçalves, 2023; Menezes et al., 2009; Rameshaiah et al., 2022).

### 2.1.2.1. Características da bentonita

A coloração da bentonita é bastante modificável, comumente abrangendo as cores de bege-marrom, verde-amarelado ou verde-azulado, acinzentado e branco. A bentonita sódica, uma vez apresentando cor verde-amarelado, tem seu uso limitado, ou seja, inviável para várias aplicações potenciais. Por outro lado, as bentonitas sódicas cálcicas claras ou brancas são muito preciosas e preferidas para uso em muitas aplicações específicas que desejam uma cor branca. É um minério com diversas propriedades, entre elas, alta capacidade de troca catiônica, tamanho de partículas pequeno, não toxicidade, absorvente de substâncias orgânicas e inorgânicas, baixa permeabilidade, versatilidade de biocompatibilidade, aplicação como adsorvente e baixa penetração, as suas propriedades reológicas mais importantes são, a sua viscosidade e sua tixotropia. No Brasil as bentonita podem ser encontradas em vários lugares, a maior parte das reservas nacionais está concentrada nos estados da Paraíba, São Paulo e Bahia, expressando, aproximadamente, 49,8%, 33,6% e 15,3%, sendo no município de Boa Vista, no estado Paraíba na Região Nordeste é que se encontram as mais estudadas e conhecidas. A argila bentonita tem um amplo potencial de aplicação, tanto em áreas mais habituais, isto é, em aplicações de lama de perfuração, pelotização de minério de ferro e areia de fundição, como em áreas que

## CAPÍTULO 2

requerem maior purificação, como em produtos alimentícios, em papel e grande uso industrial farmacêutico e cosmético. (Gama, et al., 2020; Fernandes et al., 2023; Menezes et al., 2009; Rameshaiah et al., 2022; Tonnesen et al., 2012).

O uso da bentonita como lama de perfuração está relacionada a sua natureza sódica, sua alta capacidade de inchamento e alta viscosidade, para este uso a bentonita é submetida a ensaios de viscosidade plástica, determinação de filtrado, resíduo em 200 malhas, inchamento e rendimento. Sua função como lama de perfuração é refrigerar e limpar a broca de perfuração, reduzir a fricção, auxiliar na formação de uma torta de filtragem nas paredes do poço, conferir propriedade tixotrópica e viscosidade a lama de perfuração (Luz e Oliveira, 2008).

A bentonita na pelotização de minério de ferro é empregada como aglomerante, para cada tonelada de minério de ferro usa-se de 8 a 6 kg de bentonita sódica, que tem como função promover uma ligação entre as partículas minerais, conferindo resistência mecânica às pelotas verdes (Luz e Oliveira, 2008).

A bentonita como areia de fundição é usada na indústria de fundição de peças metálicas como moldagem, permitindo sua reciclagem e reutilização várias vezes durante o processo de fundição, outra maneira de aplicação dos resíduos da areia de fundição é a fabricação de materiais geopoliméricos que quando usados como matéria-prima atua no reaproveitamento e no desenvolvimento de novos materiais, auxiliando na redução do uso dos recursos naturais (Chegatti, 2012; Comparsi et al, 2020).

Em produtos alimentícios a bentonita passa por etapas de purificação e beneficiamento para que se torne seguro seu uso em várias aplicações, como em embalagem de alimentos, como agentes descorantes e clarificantes de óleos vegetais e minerais, como suportes catalíticos, como agente de filtração de óleos, sucos e vinhos, como adsorventes de óleos em água, clarificação de cerveja, sucos, vinhos e vinagres, complemento alimentar e agente desproteinizante (Almeida et al., 2015; Leme, 2024; Silva e Ferreira, 2008).

Na indústria de papel a bentonita é utilizada como carga para papel, papelão, descolorante de papel reciclável, revestimento e enchimento de papel (Fernandes et al., 2023; Leme, 2024).

Na indústria farmacêutica a bentonita tem uso como comprimidos, bactericidas, cicatrizante, nano capsulas para medicamentos e massa para eletrodo em eletroencefalograma (Cortes et al, 2018; Leme, 2024).

## CAPÍTULO 2

Na cosmetologia a bentonita tem sua aplicação em máscaras, shampoo, condicionadores, sabonetes, batons, hidratantes, cremes, esfoliantes, tintas e maquiagem. (Leme, 2024).

### 2.1.3. Processo de purificação dos argilominerais

Os processos de purificação de argilas são exigidos nos setores industriais, devido ao intuito de aplicação e ao valor comercial que fica mais significativo, tornando algumas propriedades de capacidade de troca de cátion, volume de inchamento livre, e viscosidade aparente melhor, além de tornar as partículas mais finas (Gama et al., 2020).

Os argilominerais são encontrados na natureza misturados a outros minerais ou materiais amorfos. Em muitas aplicações as argilas são usadas conforme sua extração, sem separação ou melhora das suas qualidades. No caso do caulim ocorre a necessidade de purificação para remoção de outros materiais indesejáveis. A purificação do caulim é usada para remover minerais e melhorar as propriedades da sua composição química, distribuição do tamanho das partículas e brilho através das seguintes etapas: O uso de hidrociclones do qual torna as frações de argilas do caulim mais finas, remove minerais de ferro e titânio em tamanhos grosseiros; o processo via úmido, o qual consiste no fracionamento de desgranulação por centrífuga, separação magnética para remoção do ferro, floculação seletiva, branqueamento químico, filtragem e secagem; e a cloração que é usada na remoção ferro e titânio. Para melhorar a brancura do caulim, o procedimento usado tem que levar em consideração a origem geológica da amostra e a natureza de suas impurezas (Carrado et al., 2006; Favero et al., 2016; Mártires, 2009; Olaremu, 2015).

As bentonitas ao serem encontradas na natureza vêm acopladas de outros tipos de argilominerais, minerais acessórios, matéria orgânica e impurezas, que podem ser maléficas quando há a intenção de obter um material final com valor tecnológico agregado e que exige alto grau de pureza. A presença de contaminantes e minerais residuais na constituição da argila bentonita *in natura* atacam sua forma de dilatação e de troca de cátions, que são atributos de grande interesse industrial e indispensáveis para etapas que visam o aprimoramento dessas características, como as etapas de ativação e de organofilização. O método mais utilizado para obter a bentonita purificada é o fracionamento por sedimentação após a retirada dos carbonatos, hidróxidos, e materiais orgânicos. A purificação deste argilomineral pode compreender duas etapas: remoção de materiais não-esmectíticos por tratamentos físicos ou químicos, e fracionamento por sedimentação envolvendo

## CAPÍTULO 2

centrifugação para promover a remoção de impurezas restantes de partículas maiores que o tamanho das partículas de argila (como o quartzo) que podem ficar presas entre os agregados não esfoliados (Callegaro, 2017; Cavalcanti, 2016; Cavalcanti et al., 2014).

As argilas antes de serem incorporadas a outras formulações como, por exemplo, no uso cosmético tem que passar por fases de tratamento de purificação e caracterização para atender as especificações da ANVISA. A etapa de purificação melhora as características dos argilominerais em 90% e é obtido em escala laboratorial, para esse fim, resumidamente algumas etapas de purificação são citadas abaixo, como: (Carrado et al., 2006; Favero et al., 2016; Sarruf et al., 2024).

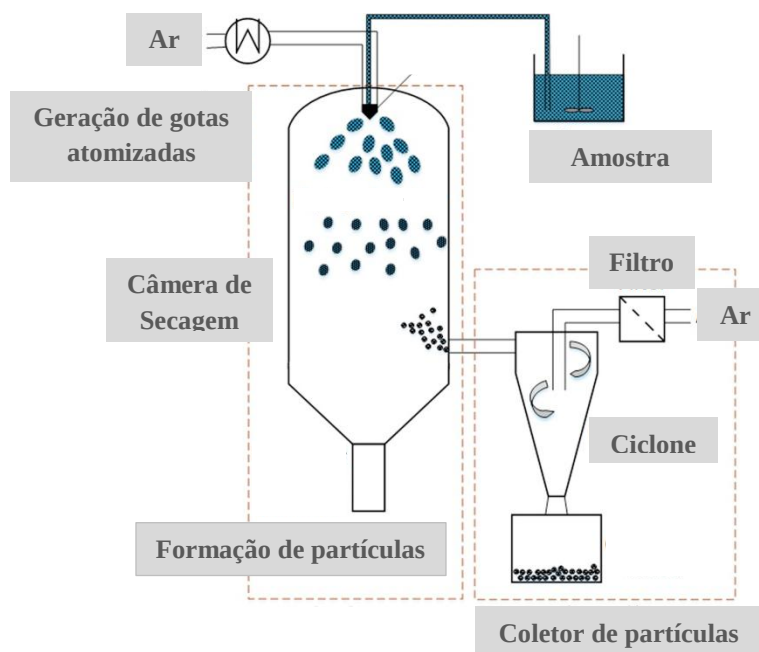
- ✓ Tratamento físico ou químico para a remoção de materiais indesejados;
- ✓ Cumprimento dos requisitos de estabilidade, impureza, teor de água, textura e granulometria;
- ✓ Sedimentação fracionada para remoção de partículas maiores de impurezas
- ✓ Aquecimento a 160 °C no mínimo 1 hora ou exposição à radiação gama.
- ✓ Determinação da eficácia dos procedimentos de purificação por meio de testes microbiológicos para garantir a qualidade do produto, assegurar seu armazenamento e possibilidade de contaminação externa.

### 2.1.4. Secagem dos argilominerais

A secagem via *spray dryer* é um procedimento usado para redução da umidade do material, onde ocorre a remoção de parte do solvente em meio a um fluxo de ar quente, formando micropartículas com morfologia esférica ou semiesférica com distribuição regular, dependendo da sua tensão superficial, das propriedades reológicas e da estrutura de suas moléculas. É um método bem definido, diretamente aplicado para controle de micropartículas de acordo com as condições de operação. Quando a solução consiste de nano partículas primárias coloidais o resultado consiste em um pó nano-estruturado com menor solubilidade do princípio ativo aplicado (Monteiro et al., 2016; Urruchurto et al., 2013). O processo de secagem por pulverização envolve três etapas: Geração de gotículas por otimização, transformação de gotículas em partículas por secagem através da evaporação do solvente e coleta de partículas onde ocorre a separação do gás da secagem. O diagrama do *Spray* em escala laboratorial é mostrado na **Figura 2** (Stunda-Zujeva, Irbe e Berzina-Cimdina, 2017).

## CAPÍTULO 2

**Figura 2:** Diagrama em escala laboratorial de secador por *spray*.



**Fonte:** Stunda-Zujeva, Irbe e Berzina-Cimdina, 2017.

### 2.1.5. Análises físico-químicas das argilas

É de fundamental importância à determinação dos parâmetros físico-químicos das matérias primas para uso em cosméticos, pois são indicativos de suas funções nas mais diversas aplicações industriais. O controle das propriedades físico-químicas é indispensável para garantir que o material esteja apto, seguro, além de conhecer suas propriedades para aplicação no desenvolvimento de outros materiais e ao uso *in vivo*. (Daneluz, 2018; Nascimento, Ferreira e Neves, 2015).

#### 2.1.5.1. Potencial hidrogeniônico (pH)

O pH é uma medida útil na indicação da estabilidade, eficácia e segurança do produto principalmente ao ser inserido em formulações, é uma das avaliações que pode ser feita para determinar as suas características, é um indicativo que mostra muito mais do que medidas de acidez ou basicidade. O valor do pH dos argilominerais determina a disponibilidade dos minerais contidos ou adicionados. Os minerais promovem a troca de íons que acontecem na estrutura cristalina das argilas, influenciando abertamente nas características físico-químicas, alterando a plasticidade delas. Para a determinação de análise

## CAPÍTULO 2

de pH em procedimentos laboratoriais, usam de dois métodos diferentes: calorimétricos ou eletrômetros, o primeiro faz uso de indicadores inseridos na solução do qual indicativo do pH é através da alteração da coloração em determinadas concentrações de íons de hidrogênio, esses indicadores são limitados e não se aplicam a soluções turvas e coloridas, pois podem induzir o falso resultado. O segundo método é o mais aplicado nas medidas de pH, do qual faz uso de equipamentos denominado de potenciômetro, previamente calibrado com soluções padrões, que determina a medida de forma direta, simples e precisa. (Chaves et al., 2004; Almeida, Franco e Tavares, 2015; Zenebon, Pascuet e Tiglea, 2008).

### 2.1.5.2. *Teor de umidade*

O teor de umidade serve para determinar a estabilidade, a qualidade e composição do material que são características de interesse que influênciam o desenvolvimento de outros produtos e também pode modificar as propriedades reológicas. O envelhecimento e a qualidade da ativação dependem da umidade presente no argilomineral. É expresso pela quantidade de água que está distribuída ao longo do produto. (Santana, 2005; Silva, et al., 2017).

### 2.1.5.3. *Densidades*

A densidade de pós é uma propriedade física de utilidade na distribuição de tamanho de partículas que determina a estabilidade e segurança do material ao ser inserido na formulação de outro produto. Isto está relacionado ocasionalmente aos poros internos abertos e fechados e ao espaço entre as partículas. A determinação da densidade pode ser realizada por diferentes métodos, entre eles, têm-se as densidades livre, a compactada e de partícula. Na determinação da densidade livre deve-se analisar o conjunto de partículas que podem apresentar diferentes tamanhos, essa densidade é definida como a razão da massa do material dividida pelo seu volume total, composto por partículas e espaços vazios. A densidade compactada ocorre quando o material é submetido a compactação forçada através de batidas até obtenção de um volume constante e preenchimento dos espaços vazios. A densidade de partícula é determinada através do uso de picnômetro, o qual apresenta resultados precisos, são equipamentos graduados que permitem a pesagem de volume de líquidos a uma determinada temperatura, usa-se geralmente água como referência para

## CAPÍTULO 2

medição da densidade, onde é feita uma relação dos pesos e volumes para obtenção do resultado (Campos, 2012; Lima, 2013; Santana, 2005; Zenebon, Pascuet e Tiglea, 2008).

### 2.1.5.4. Porosidade

A porosidade de material argiloso é útil na reidratação, degradação e compreensão dos parâmetros físico-químicos que estão relacionados com a área superficial específica das partículas sólidas, dispersão e no efeito nas propriedades mecânicas, quando aplicado no desenvolvimento de formulações de outros produtos. A porosidade é determinada através da razão entre a densidade absoluta da partícula e a densidade aparente. Quanto menor a porosidade menor a deterioração, pois proporciona menor quantidade de vazios, sugerindo num menor número de oxigênio. (Cessa et al., 2009; Franco et al., 2016; Santana et al., 2012).

### 2.1.5.5. Ângulo de escoamento

Partículas sólidas quando armazenadas formam monte ou pilha devida a forças internas, sendo caracterizado como ângulo de escoamento ou de repouso, do qual é formado na horizontal quando o material é despejado. O ângulo de escoamento é influenciado pelo teor de umidade, pelo tamanho, forma e orientação das partículas e serve para conhecer as propriedades de dispersão do material antes de desenvolver outro produto. O método mais usual na medição do ângulo de escoamento é através do uso de um funil, onde as partículas escoam e formam uma inclinação acentuada cônica sobre uma superfície lisa em um plano horizontal. O funil usado é fixo e o vazamento do material é parado quando uma altura ou largura determinada é atingida, então procede com medição do ângulo através da regra da tangente inversa. (Al-Hashemi e Al-Amoudi, 2018; Campos, 2012; Medeiros et al., 2001).

### 2.1.5.6. Granulometria

A definição da granulometria de um material é de extrema importância para o desenvolvimento de produtos, pois o seu emprego pode ser determinado pelo tamanho das partículas que é necessário para prover formulações em relação às condições de processos. A granulometria demonstra uma distribuição das partículas e o método de peneiramento são os mais utilizados na determinação do seu tamanho. (Daneluz, 2018 e Santana, 2005).

## CAPÍTULO 2

### 2.1.5.7. *Análise Termogravimétrica (TG) e Térmica Diferencial (DTA)*

A análise termogravimétrica serve para indicar através de picos as perdas de massa, seja na forma de água ou na forma de material orgânico do material argiloso. Conhecendo assim as propriedades do material antes de ser inserido na formação de outros produtos. Termogravimetria é uma técnica onde a variação de massa de um material é medido em relação a uma temperatura controlada, onde ocorre a representação gráfica usualmente em percentual de massa em relação as mudanças na temperatura da amostra e sua derivada, as curvas da derivada aperfeiçoam a resolução, tornando a comparação a outros gráficos mais fácil. O equipamento utilizado na análise termogravimétrica é composto por uma microbalança, um forno, termopares e um sistema de fluxo de gás. Existem diversas aplicações dessa técnica, entre as quais estão a calcinação e torrefação de minerais e decomposição térmica ou pirólise de materiais orgânicos, inorgânicos e biológicos. (Machado, 2008; Rodrigues e Marchetto, 2024; Silveira, Silva e Galhiane, 2020).

DTA é uma técnica na qual ocorre medida da temperatura em relação a diferença de temperatura a uma programação controlada de uma substância e um material de referência. Essa técnica pode ser tomada com base a análise de um programa de aquecimento. A amostra e o material de referência são contidos à mesma programação de aquecimento monitorada pelos sensores de temperatura, frequentemente termopares. A referência pode ser alumina em pó, ou simplesmente uma cápsula vazia. a curva de DTA tem a temperatura ou tempo no eixo x, e a micro voltagem no eixo y, o seu intuito principal é detectar a temperatura inicial de eventos endotérmicos e exotérmicos, reversível ou irreversível, transição de primeira ou segunda ordem, todas essas informações torna esse método valioso na determinação do seu diagrama e no seu uso para desenvolver outros materiais, existem várias aplicações, entre quais estão o grau de cristalinidade, catálises, nucleação, entre outros (Machado, 2008; Rodrigo e Marchetto, 2024).

### 2.1.5.8. *Fluorescência de Raios X (FRX)*

A análise de fluorescência de Raios-X, é usada na caracterização de materiais argilosos para indicar na forma de óxidos a composição química do material, determinado e conhecendo a sua composição que define os benefícios desse material para seu uso em desenvolvimento de outros. Baseando na medição da intensidade dos Raios -X específicos emitidos pelos elementos que fazem parte do material em análise, através da irradiação de

## CAPÍTULO 2

elétrons, prótons, Raios-X ou gama, excitado por partículas produzidas por ondas eletromagnéticas com comprimento de 0,003 a 3 nm ou tubos de Raios-X, desenvolvido pelo fenômeno fotoelétrico. A fonte de Raio-X gera Raios X primários para excitar os átomos das amostras, a fonte mais usada é o tubo de Raios-X que opera com potência de 0,5-3 kW com uma tensão de 30-50 kV. A radiação de Raios X é emitida por elétrons que ataca um alvo metálico no tubo. Os metais alvo incluem Cr, Rh, W, Ag, Au e Mo, esses Raios X emitidos consistem em radiações contínuas e específicas. A técnica de FRX é bem usada na comunidade científica, por sua facilidade em caracterizar elementos químicos de forma rápida, sem destruir a matriz, com baixo custo e nenhum preparo da amostra, com diversas aplicações na área da química, medicina, geologia, biologia, arqueologia, entre outras (Leng, 2008; Santos et al., 2013; Silveira, Silva e Galhiane, 2020).

### 2.1.6. Aplicação de argilas em cosméticos

A aplicação de argilas em tratamentos de beleza vem sendo relatado desde a pré-história das civilizações antigas da China, Egito e Grécia. Os egípcios usavam as argilas para purificação e conservação da pele, a Cleópatra usava argila como máscara de tratamento do rosto. Atualmente é crescente a preferência dos consumidores por materiais naturais no desenvolvimento de produtos cosméticos. Esses minerais presentes nas argilas são utilizados como ingredientes em cosméticos devido à alta taxa de adsorção em substâncias como óleos, toxinas e outros (Roselli et al., 2015). Os minerais de argila que são frequentemente usados incluem caulim, esmectita, talco e paligorskita, atuando com seus benefícios na limpeza, na absorção de impurezas, tonificação da epiderme, hidratação, tratamentos de dermatites e acne, através do aperfeiçoamento da pele e cabelos, reposição de minerais, ativação da circulação sanguínea, atuação indireta na saúde, na qualidade de vida e autoestima dos consumidores. O uso de argilas em cosméticos apresenta várias vantagens devido à sua abundância na natureza, baixo preço, descarte que não afeta o meio ambiente e baixo risco de toxicidade, e em relação à sua composição mineralógica e das suas propriedades físicas e químicas, como: alta área superficial, características reológicas e excelente capacidade de troca iônica (Favero et al., 2016; Moreno-Maroto e Alonso-azcárate, 2018; Mattioli, et al., 2019; Truppel, Marafon e Valentine, 2020).

Existem várias maneiras de uso de argilominerais em cosméticos, como no desenvolvimento de pomadas, géis, cremes, pastas, entre outros. As formulações desses produtos devem ter um perfil apropriado de reologia, aspectos sensoriais e propriedades

## CAPÍTULO 2

físico-químicas. As argilas podem atuar como ativos ou aditivos dentro da cosmetologia e sua comercialização e uso como matéria-prima nos produtos é identificado em relação a sua cor que serve como referência para o comprador. A cor das argilas é determinada de acordo com as suas características físico-químicas, da composição de minerais presentes na sua formação, da sua estrutura cristalina, da oxidação dos seus cátions, da sua carga e da posição dos seus íons. Por exemplo, as argilas com ferro bivalente apresentam cor verde, com ferro trivalente são vermelhas e as que não contem ferro são brancas. A **Tabela 2** mostra os diferentes atributos cosméticos e composição das diferentes argilas classificadas de acordo com sua cor, com destaque para as argilas branca (caulim) e verde (bentonita). (Sarruf et al., 2024; Truppel; Marafon e Valente, 2020).

## CAPÍTULO 2

**Tabela 2:** Classificação de argila de acordo com a cor.

| Cor da cor | Composição                                                                                                                                                                                          | Uso de cosméticos                                                                                                                                                                                                                                                         |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Amarelo    | Rico em dióxido de Silício                                                                                                                                                                          | Rejuvenescimento, purificação da pele, hidratação, limpeza, embelezamento corporal, antienvelhecimento, iluminador, nutrição e tonificante;                                                                                                                               |
| Bege       | Rico em silício, alumínio, titânio; baixo teor de silicato de alumínio;                                                                                                                             | Adstringente, purificação, hidratante, proteção de tecidos, remineralização, clareamento da pele e absorção de óleo;                                                                                                                                                      |
| Branco     | <b>Silicato de alumínio hidratado, alumínio, enxofre, ferro, boro, potássio e cálcio;</b>                                                                                                           | <b>Clareamento da pele, hidratação, Branqueamento, absorção de óleo, anti-acne, limpeza, proteção solar, embelezamento corporal e suavização de rugas;</b>                                                                                                                |
| Cinza      | O rico em sílica;                                                                                                                                                                                   | Antienvelhecimento, redução de medidas, proteção solar e embelezamento corporal;                                                                                                                                                                                          |
| Marrom     | Rico em silício, alumínio, titânio e baixo teor de ferro;                                                                                                                                           | Purificante, adstringente, hidratante, anti acne, antienvelhecimento e anticelulite, suavização e limpeza;                                                                                                                                                                |
| Preto      | Rico em alumínio e silício; baixo teor de ferro, titânio;                                                                                                                                           | Rejuvenescimento da pele, clareamento e absorção de óleo, melhoria da celulite e das estrias;                                                                                                                                                                             |
| Rosa       | Rico em $\text{Fe}_2\text{O}_3$ e $\text{CuO}$ , alumínio hidratado. A argila rosa é uma mistura de argilas vermelhas e brancas nas quais a composição pode incluir quartzo, esmectita e caulinita. | Pele sensível, delicada, desidratada, cansada, ação calmante, gordura localizada, celulite e flacidez do tecido, limpeza, revitalizante, esfoliante, tonificação, aumento da elasticidade, brilho da pele e melhora da suavidade, relaxamento e antioxidante;             |
| Verde      | <b><math>\text{Fe}_2\text{O}_3</math>, cálcio, magnésio, potássio, manganês, fósforo, zinco, cobre, alumínio, silício, selênio, cobalto e molibdênio;</b>                                           | <b>Ação revigorante, estimulante, secagem e bactericida, purificação e redução da oleosidade na pele e cabelo, melhoria da acne, limpeza, redução dos poros, embelezamento corporal, melhoramento da circulação sanguínea, remoção de toxinas, drenagem e esfoliante;</b> |
| Vermelho   | $\text{Fe}_2\text{O}_3$ e $\text{CuO}$                                                                                                                                                              | Rejuvenescimento e limpeza da pele, redução de medidas e proteção solar.                                                                                                                                                                                                  |

**Fonte:** Rico et al., 2024.

#### 2.1.6.1. Uso de caulim em cosméticos

As características e as propriedades do caulim (branca) o torna adequado para uso em formulações cosméticas, entre as quais destacam a sua cor, a sua ampla faixa de pH (4 – 9), a sua granulometria fina, macia e não abrasiva, sua estrutura lamelar e a sua natureza hidrofílica. A sua aplicação em produtos cosméticos pode ser na forma de pó compacto para

## CAPÍTULO 2

o rosto, máscaras faciais, produtos anticaspa, produtos para clareamento de melasmas, produtos com função anti-inflamatória, antimicrobiana e antirrugas, condicionador capilar e máscaras faciais destinadas ação adstringente, ação revigorante, limpeza e esfoliação, retirando a sujeira fixada à pele e absorvendo os elementos gordurosos entre outros do qual já foram citados. É considerada uma argila suave, sendo muito usada na redução da intensidade dos efeitos terapêuticos de outras argilas através da sua plasticidade e seu estímulo vibracional na pele e também no controle das cores de outros componentes de máscaras faciais. (Awoyama, Vieira e Carvalho, 2021; Barros, 2014; Gonçalves, 2023).

Alguns trabalhos literários fizeram o uso de caulim no desenvolvimento de cosméticos como:

Pinheiro et al (2020) na Avaliação das propriedades adsorptivas de um caulim brasileiro para uso na indústria cosmética, determinou as propriedades de um caulim proveniente do estado de São Paulo, com vistas a seu uso em produtos cosméticos finos, com ênfase nas capacidades adsorptivas de óleos naturais, usados como emolientes, fragrâncias, etc, mostrando que os estudos feitos na amostra de caulim foram consistentes com o comportamento típico de uma argila caulínica tanto em caracterizações mineralógicas quanto físico-químicas, e com ampla margem de segurança em termos de riscos à saúde, estando muito abaixo dos limites preconizados na legislação específica, o caulim avaliado foi considerado de alto potencial para uso em formulações cosméticas, do qual foi incorporado nos processos industriais tendo alto potencial para reduzir os custos e melhorar a performance final das formulações onde for utilizado;

Barros (2014) na Formulação de esfoliante facial à base de argila e avaliação da eficácia por métodos histológicos e bioquímicos formulou um esfoliante na forma cosmética sabonete líquido à base de diferentes tipos de argila (branca, verde e vermelha) e avaliou a eficácia pelos métodos da leitura histológica por microscopia óptica e pela quantificação de proteínas totais, utilizando pele da orelha de porco, enfatizando que os controles de qualidade das argilas permitiram escolher a granulometria mais apropriada para a inclusão nos sabonetes líquidos e conhecer o teor de umidade e cinzas das amostras, o estudo de eficácia dos esfoliantes revelou que o produto padrão comercial adotado apresentou melhor ação esfoliante em todos os tempos estudados, o esfoliante comercial promoveu uma perda de 72% de proteínas totais semelhante à dos esfoliantes de argila verde e vermelha 63,7 e 67,0%, respectivamente, Os esfoliantes de argila verde e vermelha apresentaram esfoliação

## CAPÍTULO 2

semelhante ao produto comercial de marca de qualidade reconhecida, portanto, podem ser utilizados para a finalidade proposta em substituição a outros produtos comerciais;

Zague (2007) no desenvolvimento e avaliação da estabilidade física e físico-química de máscaras faciais argilosas, onde fez uso de caulim e bentonita, desenvolveu máscaras faciais argilosas, avaliando seu perfil de estabilidade física e físico-química, descrevendo que as formulações em veículo aquoso contendo 5,0% p/p SAM (Silicato de Alumínio e Magnésio) associado a 0,5% p/p de goma xantana ou 5,0% de hidroxipropilgumar contendo a mistura de glicerina e propilenoglicol (4,0% p/p de cada componente) foram estáveis em todas as condições estudadas.

### 2.1.6.2. *Uso de bentonita em cosméticos*

As características que tornam a bentonita (verde) atraente para o uso em formulações cosméticas estão diretamente ligadas a sua composição mineralógica e química, das quais são: a variedade de cores, a carga elétrica negativa da cela unitária neutralizável por cátions trocáveis, o elevado poder de sorção, grande área específica, granulometria fina dos cristais, o pH, a capacidade de troca de cátions elevada, camadas expansíveis, índice de inchamento, propriedades coloidais e o seu uso como agentes reológicos, sendo aplicado como estabilizante de emulsões óleo em água, com a função de manter-se como um protetor entre essas fases, especialmente porque podem ser molhadas por ambas as fases líquidas, agindo como uma barreira, impedindo a separação de fases. As argilas verdes além de função de estabilizante também oferece atividade adstringente e purificadora, pois regula o interstício celular facial. É comumente usada em peles oleosas, com acne com ação desintoxicante e cicatrizante, promovendo a maciez, na estética corporal, é empregada para combater a flacidez e a celulite, tornando seu emprego em produtos como maquiagem, formulações para barbear, shampoos, esmaltes e removedores, cremes branqueadores da pele, base para cremes depilatórios, batons, máscaras faciais entre outros como já foram citados (Barros, 2014; Fernandes et al., 2023).

Alguns trabalhos literários fizeram o uso de argila bentonita na área de cosméticos como:

Gonçalves (2023) no estudo do efeito da aplicação de argilas tipo caulim e bentonita como esfoliantes em sabonetes faciais em barra apresentou os agentes esfoliantes

## CAPÍTULO 2

mais comumente usados em cosméticos e suas características físicas, e comparou com argilas do tipo caulim e bentonita, essa comparação teve como finalidade observar o efeito da aplicação do caulim e da bentonita como agente esfoliante em sabonete facial sólido, comercialmente mais conhecido como sabonete facial em barra, relatou que foi possível fabricar sabonetes faciais em barra utilizando argilas do tipo caulim e bentonita como agente esfoliante, todos os agentes esfoliantes utilizados na fabricação dos sabonetes faciais em barra, ficaram satisfatoriamente dispersos em toda extensão do sabonete, não apresentaram nódulos ou aglomerados, foi possível evidenciar que os sabonetes faciais em barra utilizando argilas do tipo caulim e bentonita como agente esfoliante possuem um desempenho abrasivo satisfatório, foi observado que o tamanho das partículas abrasivas é um aspecto que influencia o desempenho abrasivo dos sabonetes, foi possível constatar que nenhum dos agentes esfoliantes resultaram em esfoliação severa na pele humana, o que causaria desconforto durante o uso e irritação da pele após o uso, foi possível evidenciar que as argilas possuem potencial para serem usadas como agentes esfoliantes devido a seu satisfatório desempenho abrasivo evidenciado nos ensaios realizados.

Zhang et al (2023) na avaliação abrangente da eficácia e segurança de uma máscara de argila caulim e bentonita em pele oleosa e acne, avaliou a eficácia de uma máscara de argila (Máscara de La Roche-Posay Effaclar Sebo-Controlling) na redução da oleosidade e acne da pele, e sua segurança para uso relatando que o estudo revelou melhorias significativas nos resultados relacionados à acne, conteúdo de sebo, uniformidade da pele, teor de água no estrato córneo e perda de água transepidérmica após a aplicação da máscara de argila, a área do poro e a área da porfirina não apresentaram alterações significativas, a avaliação da tolerância mostrou redução da secura e irritação, com autoavaliação indicando alta aceitabilidade do produto e eficácia percebida do controle do óleo;

Sousa et al (2021) na Incorporação do rejeito do desdobramento de rochas ornamentais em argila bentonita para utilização cosmética, investigou a incorporação de tais resíduos com bentonita de cálcio para desenvolver uma argila industrial adequada para cosmetologia, revelando uma gama diversificada de elementos benéficos, além disso, a granulometria fina da amostra os tornou ideais para aplicações cosméticas, análises microbiológicas demonstram a ausência de populações microbianas prejudiciais, garantindo a segurança do produto, ao reaproveitar materiais residuais, esta pesquisa ofereceu informações valiosas sobre práticas sustentáveis em cosméticos e ciência ambiental, ressaltando a importância da otimização de recursos na indústria moderna.

## CAPÍTULO 2

### 2.2. ACEROLA

A acerola é uma fruta tropical também denominada de cereja das índias ou barbados, pertencente a família Malpighiaceae, com 30 espécies de arbustos nativos espalhados na Índia Ocidental, na América Central e Norte da Americana do Sul, se propagando para o Brasil devido a sua boa adaptação de solo e clima. O Brasil tornou-se o maior produtor, consumidor e exportador mundial de acerola, com cultivos espalhados por quase todas as regiões. Na região Nordeste, as condições climáticas de semiárido tropical permitem a colheita de acerola várias vezes ao ano. O Vale do São Francisco localizado na região Nordeste é o maior produtor de acerola, simbolizando mais de 25% da produção nacional e existem também pomares distribuídos nos estados de Pernambuco, Ceará, Bahia, Paraíba e Piauí. (Ferreira, et al., 2021; Mezadri et al.,)

#### 2.2.1. Características da acerola

É uma fruta de cor vermelha alaranjada no estágio maduro, com geometria arredondada ou oval, pequena e com peso médio de 3 a 16 g, de casca fina, com polpa carnosa, suculenta e refrescante, com endocarpo no centro da fruta constituído de três caroços triangulares, de sabor adocicado, azedo ou frutado. A produção de frutos chega a 3 a 4 vezes por ano e cada árvore produz 20 a 30 kg de acerolas, com crescimento isolado ou em cachos onde surgem as flores com dois ou mais frutos (Delva e schneider, 2013; Ferreira, et al., 2021; Júnior, et al., 2017; Mezadri et al., 2008; Souza, et al., 2016; Ritzinger e Ritzinger, 2011; Van le e Man Le, 2012). A **Figura 3** ilustra o fruto da aceroleira e a sua polpa. Segundo Ritzinger e Ritzinger (2011). Vários produtos processados e comercializados parti do fruto da acerola estão sendo desenvolvidos, como sucos e polpas congeladas, outros em menor escala como geleias, licores, xaropes, conservas e vinhos e outros inovadores como xampus, cremes e gomas de mascar.

**Figura 3:** Ilustração do fruto de acerola.



## CAPÍTULO 2

### 2.2.2. Compostos da acerola

É uma fruta de grande importância econômica principalmente pelos nutrientes e vitaminas, como o seu alto teor de vitamina C variando de 3 a 46 g kg<sup>-1</sup> de polpa, com teor dessa vitamina 80 vezes maior quando comparado com a laranja e o limão e outros compostos como antocianinas, flavonóides, carotenóides e fenólicos, além de quantidades de tiamina, riboflavina, niacina, proteínas e sais minerais, principalmente ferro, cálcio e fósforo. Tanto a vitamina C como os compostos fenólicos são poderosos antioxidantes. O consumo diário de apenas três frutas satisfaz a dose necessária de vitamina C, se tornando um alimento funcional entre os consumidores que preferem obter essa vitamina de forma natural. Vários estudos demonstraram que compostos bioativos como o ácido ascórbico, carotenoides e polifenóis protegem o corpo do estresse oxidativo, diminuindo incidências de doenças como alguns tipos de câncer e cardiovasculares. (Ferreira, et al., 2021; Mezaadri et al., 2008; Prakash et al., 2016; Van le e Man le, 2012).

### 2.2.3. Vitamina C

A vitamina C, ácido ascórbico (AA) ou ácido L-ascorbico é uma vitamina termolábil que apresenta uma estrutura química do grupo das vitaminas hidrossolúveis. A maioria delas não se armazena no corpo, sendo eliminada através da urina sob forma inalterada e quantidades pequenas são eliminadas nas fezes, pelo suor e por via respiratória, na forma de CO<sub>2</sub>. A sua administração diária é necessária, já que é mais fácil que suas reservas se esgotem. É uma substância de cor branca, estável na sua forma seca. No entanto, se oxida com facilidade em solução e ainda mais facilmente quando exposta ao calor. (Cavalari e Sanches, 2018)

#### 2.2.3.1. Constituição da vitamina C

O ácido ascórbico é encontrado na natureza de duas formas, reduzida ou oxidada, as duas são igualmente ativas, porém a oxidada está muito menos disseminada nas substâncias naturais. O nome químico, ácido ascórbico, simboliza as duas propriedades da substância. A primeira é um ácido, mas que não pertence à classe dos ácidos carboxílicos, a segunda, palavra ascórbico, reflete o seu valor biológico na proteção contra a doença escorbuto. Todas as moléculas que possuam precisamente seis átomos de carbono, seis

## CAPÍTULO 2

átomos de oxigênio e oito átomos de hidrogênio, constituem uma molécula de vitamina C ( $C_6H_8O_6$ ). Mas, é fundamental que os átomos estejam aparelhados num certo arranjo molecular, incluindo os átomos de carbono específicos. Toda a molécula que tenha esta composição e possua esta deliberada quiralidade é uma molécula vitaminada. O ácido ascórbico é composto por um ciclo de lactona, levando uma função enediol e duas funções álcool. Existem duas formas, levogira (L) e dextrogira (D), mas apenas a forma levogira ou ácido L-ascórbico é ativa. A parte funcionalmente importante é a colocação enediol que por oxidação, cria o ácido dehidroascórbico (DHAA). (Cavalari e Sanches, 2018; Manela-Azulay et al, 2003).

### 2.2.3.2. *Teor de ácido ascorbico*

Diversos métodos para a quantificação de vitamina C foram criados, entre eles, estão os titulométricos, eletroquímicos, luminescentes, fluorimétricos, cromatográficos e espectrofotométricos. Os mais usados são os físico-químicos, que engloba as análises titulométricas e as espectrofotométricas, esses são métodos mais simples, rápidos e não necessitam de reagentes ou equipamentos sofisticados e são os mais empregados na análise de teor de ácido ascórbico. O método titulométrico consiste em análises quantitativas que como base a medida da quantidade consumida de um reagente, de concentração conhecida, durante uma reação química, esse método é bastante comum e usa diversos agentes oxidantes para análise de vitamina C, tendo como base forte poder redutor da vitamina. (Hoehne e Marmitt, 2019; Islam et al, 2016).

### 2.2.3.3. *Atuação da vitamina C no corpo humano*

A vitamina C está atualmente, sendo estudada extensamente em relação ao seu papel como um antioxidante robusto altamente eficaz que incita o sistema imunológico do corpo humano, atua na função normal dos neutrófilos, elimina as espécies oxidativas, regenera a vitamina E, modula as vias de sinalização, aciona os fatores de transcrição pró-inflamatórios, regula os mediadores inflamatórios e aumenta a motilidade dos neutrófilos para o local da infecção. Todas essas funções imunológicas são necessárias para a prevenção da infecção, graças à sua capacidade de doar elétrons, protegendo assim biomoléculas importantes, como as proteínas, os lipídios, os carboidratos e os ácidos nucleicos de danos

## CAPÍTULO 2

por oxidantes gerados durante o metabolismo celular normal e pela exposição a toxinas (Selvamary, Brundha e Girija, 2020, Uddin et al, 2021).

É um micronutriente indispensável, solúvel em água que desempenha importantes funções em vários processos fisiológicos no corpo humano, sua forma oral está associada a uma diminuição de risco para certos tipos de câncer, doenças cardiovasculares, cataratas, cicatrização de feridas, defesa do organismo contra infecções, integridade das paredes dos vasos sanguíneos, absorção do ferro, redução do nível de triglicerídeos e de colesterol e na proteção de várias doenças crônicas. O ácido ascórbico é de grande importância no funcionamento das células, da qual é particularmente evidente na atuação de enzimas essenciais na sua biossíntese, ajudando as células do organismo a crescerem e permanecerem saudáveis, principalmente as células dos ossos, dentes, gengivas e dos vasos sanguíneos. A concentração da vitamina C reduz durante o seu processamento doméstico e industrial, devido à ocorrência da degradação enzimática e não enzimática relacionado aos fatores de oxigênio, pressão, temperatura, luz, pH, concentração e açúcares. Para alimentos o pH se torna relevante na deterioração do mesmo para o crescimento de microrganismos, retenção de aroma e sabor de produtos processados a partir de frutas. Atualmente o ácido ascórbico tem sido usado em aditivos alimentares, medicamentos e cosméticos para melhorar a saúde e a estética humana. (Annwambuimunyaka et al., 2010; Cavallari e Sanches, 2018; Couto e Canniatti-Brazaca, 2010; Gorkom et al., 2019; Luoa et al., 2018).

O sistema imunológico é formado por órgãos, tecidos, células, proteínas e substâncias químicas especializadas que protegem o hospedeiro de uma variedade de patógenos e células cancerígenas. A vitamina C é um fator crucial em vários aspectos do sistema imunológico, particularmente na função das células imunológicas. A deficiência ou diminuição grave de vitamina C leva ao escorbuto. As concentrações de vitamina C costumam ser baixas em doenças agudas, como infarto do miocárdio, pancreatite aguda, sepse e doenças críticas em geral. Além disso, os humanos idosos requerem mais vitamina C na dieta para atingir a concentração plasmática desejada de ascorbato, com o envelhecimento ocorre a perda na capacidade das células de absorver vitamina C. O escorbuto é o enfraquecimento da estrutura do colágeno, resultando em maléfica cicatrização de feridas e imunidade baixa, as infecções podem impactar nos níveis de vitamina C devido ao aumento da inflamação. A ingestão de vitamina C recomendada é até cem vezes maior do que outras vitaminas. A vitamina C é um cofator da lisil e prolil hidroxilase, necessárias para a estabilização da estrutura terciária do colágeno (Kashiouris et al, 2020; Selvamary, Brundha e Girija, 2020).

## CAPÍTULO 2

Novos estudos da atuação da vitamina C estão sendo feitos, entre os quais as pesquisas sobre o impacto da vitamina C em materiais de implantes, do qual investiga o efeito potencial da vitamina C como um inibidor de corrosão para implantes no corpo humano. O uso da vitamina C na COVID-19, pois a sua administração aumenta a taxa de sobrevivência de pacientes ao suavizar a ativação exagerada da resposta imune, a vitamina C aumenta as citocinas antivirais e a concepção de radicais livres, abrandando o rendimento viral e enfraquecendo as respostas inflamatórias excessivas e a hiperativação das células imunológicas. No tratamento de doença pulmonar obstrutiva crônica (DPOC) que é atualmente a terceira principal causa de morte em todo o mundo. Na melhora da endometriose, onde pesquisas emergentes indicam que o estresse oxidativo está implicado no início da dor associada à endometriose, as vitaminas C e E são conhecidas por suas propriedades antioxidantes (Abosaooda et al., 2021; Bayu e Wibisono, 2024; Lei et al., 2022; Minkyung e Hyeyoung, 2020).

### *2.2.3.4. Aplicação da vitamina C em cosméticos*

O setor industrial cosmético vem investindo em formulações contendo vitamina C. Devido a sua eficácia no combate aos radicais livres, além de possuir ação clareadora das manchas e atuar na proteção das proteínas estruturais da pele existentes em praticamente todos os tecidos do corpo humano através da atuação no antienvhecimento atuando no aumento da elasticidade da pele. Outro fator importante da atuação da vitamina C é a proteção dos danos da radiação, fornecendo uma fotoproteção preventiva por se tratar de um importante agente antioxidante. O seu uso tópico tem se tornado uma importante forma de tratamento, atuando como um protetor biológico, diminuindo expressivamente os danos causados na pele. Sendo assim, a vitamina C é amplamente utilizado como ativo em formulações cosméticas, já que se trata de uma substância que proporciona múltiplas funções o que apresenta ótimos resultados no tratamento das alterações cutâneas. Quando empregada de forma adequada, a vitamina C desempenha ações que previnem e tratam essas alterações através de três mecanismos principais: estimulação da produção de colágeno, ação despigmentante e atividade antioxidante. (Cavalari e Sanches, 2018; Lima, 2013; Vega-baudrit et al., 2023).

O ácido ascórbico apresenta grande capacidade de oxidação e por isso, a indústria cosmetológica tem investido também em seus derivados, para obter formulações com maior estabilidade química e penetração cutânea em níveis eficazes, a fim de que não ocorra

## CAPÍTULO 2

comprometimento das funções farmacodinâmicas. A principal desvantagem do ácido ascórbico é que essa vitamina não é sintetizada pelos seres humanos, devido à falta da enzima que faz o processo de catalisar a produção do ácido ascórbico, por isso, a necessidade de ingerir alimentos ricos dessa fonte de vitamina. Porém apesar da ingestão a quantidade que atinge a pele é bem baixa em comparação aos outros órgãos do corpo. O problema surge pelo fato que a vitamina C quando consumida não atinge a epiderme com facilidade devido à falta de vasos sanguíneos, tornando-se escassa nessa camada mais externa da pele, além de outros fatores que diminui a quantidade, como a idade e a exposição. Uma solução viável para contornar esse problema é o uso tópico de formulações, em forma de cremes e géis aplicados diretamente na pele. (Rincón-Fontán, et al., 2020).

A sua penetração na epiderme só ocorre quando o seu pH está abaixo de 4 e encontra-se como ácido áscorbico. A sua deficiência pode comprometer várias funções da pele, como a cicatrização de ferimentos e sangramento devido a perda de tecido conjuntivo. A sua alta concentração na epiderme reflete em importantes funções biológicas que são essenciais para a manutenção e saúde da pele. (Pullar; Carr e Vissers, 2017; Magela, 2021).

Alguns trabalhos fizeram o uso de acerola e vitamina C em cosméticos como:

Câmera e Tavares (2019) na análise da utilização da vitamina C em formulações cosméticas no combate aos radicais livres com intuito de analisar a finalidade e atuação da vitamina C nas alterações decorrentes dos radicais livres através da eficácia de diferentes formulações cosméticas, relatando que a vitamina C é amplamente utilizada como ativo em formulações cosméticas, já que se trata de uma substância que apresenta múltiplas funções, o que proporciona excelentes resultados no tratamento das alterações cutâneas provocadas pelo envelhecimento, pois são capazes de bloquear a ação dos radicais livres no organismo, protegendo a pele dos efeitos nocivos dos raios ultravioletas, quando utilizada de forma adequada, a vitamina C exerce ações que previnem e tratam essas alterações através de três mecanismos principais: estimulação da produção de colágeno, ação despigmentante e atividade antioxidante;

Galvão et al. (2019) no extrato de acerola em formulações cosmética, obteve o extrato glicólico de *Malpighia emarginata*, desenvolvendo uma formulação cosmética com esse extrato e qualificando os polifenóis totais, a vitamina C e as betalainas presentes no extrato e na formulação, relatando que a fruta acerola tem grande potencial antioxidante, principalmente quando comparada a outras frutas, o creme-gel manteve as características

## CAPÍTULO 2

esperads do extrato glicólico, demonstrando o quanto essa formulação pode ser promissora na área cosmética

Oliveira et al. (2018) nos efeitos do ácido ascórbico no combate ao envelhecimento cutâneo, do qual o estudo consistiu em elencar os efeitos benéficos gerados à pele, com o emprego do ácido ascórbico incorporado em formulações de uso tópico, enfatizando que o uso do ácido ascórbico vem se intensificando nas formulações de uso tópico com finalidades estéticas, isso se deve a sua alta eficácia na ação antioxidante, capaz de inibir a ação dos efeitos nocivos dos radicais livres, atuando como um protetor biológico na síntese de colágeno e elastina, apresentando efeito redutor de manchas, assim, auxiliando no retardo do envelhecimento celular da pele, destacando-se a importância de vários fatores envolvidos na estabilização do ácido ascórbico, em que, é possível desenvolver sistemas que auxiliam na manutenção deste componente ativo se for adotado estratégias adequadas para o desenvolvimento de uma formulação segura, estável e eficaz.

### 2.3. COSMÉTICOS

A história dos cosméticos foi se desenvolvendo aos poucos, por meio da evolução tecnológica que foi se aprimorando de acordo com a evolução do homem e da formação profissional, a palavra cosmético foi usada pela primeira vez para descrever escravos romanos cuja função era banhar homens e mulheres com perfume. Na pré-história começa a narrativa dos cosméticos, a cerca de trinta mil anos, onde se destacavam as pinturas e tatuagens feitas pelos homens usando como material, terra, cascas de árvores, folhas esmagadas e orvalho. De acordo com relatos históricos foram os antigos egípcios os primeiros a utilizar os cosméticos em larga escala, há milhares de anos, eles já usavam como bálsamo protetor o óleo de castor, usavam vários extratos de vegetais como, mirra, tomilho, camomila, lavanda, lírio, rosa e babosa, tingiam as unhas com hena e delineavam os olhos e as sobrancelhas com bastante Kohl, descrito como um pó de cor escura feito de antimônio triturado, amêndoas queimadas, chumbo, cobre oxidado, cinza, malaquita ou qualquer combinação destes. As mulheres se banhavam em leite azedo, formado por ácido láctico, encontrado em muitas das soluções de peeling químico. Esses povos também usavam abrasivos contendo substâncias como óleo animal, cal e giz entre outros. Como ingredientes da maioria dos perfumes em rituais religiosos, usava argila vermelha misturada com água nos lábios e bochechas e usava no banho como sabão uma mistura perfumada à base de cinzas ou argila (Chaudhri e Jain, 2009; Costa, 2022; Liu, 2022, Milreu, 2012).

## CAPÍTULO 2

Na Indonésia, as mulheres usam grãos de café moídos como abrasivo. O café contém o antioxidante ácido cafeico, que aperta as fibras de colágeno e estimula a produção de novo colágeno. As mulheres indianas utilizavam pedra-pomes misturada com urina como esfoliante facial. A pedra-pomes é abrasiva, enquanto a urina contém uréia, que é hidrofílica e é usada hoje na preparação de alguns cosméticos. A urina de camelo era usada por mulheres dos povos do deserto do Oriente Médio para embelezar seus cabelos. Mulheres de todo o mundo há muito tempo experimentaram óleos, esfoliantes, hidratantes e ácidos para clarear e rejuvenescer a pele (Costa, 2022).

A história da cosmetologia foi evoluindo, e durante a dominação Grega na Europa, 400 A.C., os cosméticos tornaram-se mais do que uma ciência, estavam menos conectados aos religiosos e mais aos cientistas, que davam conselhos sobre dieta, exercícios físicos e higiene, assim como, sobre cosmético. Os cosméticos foram passando por vários estágios até chegar ao século XX onde houve o desenvolvimento de cosméticos com filtro solar para proteger a pele do sol, a maquiagem, a criação de cremes contra as celulites, os cosméticos multifuncionais, como o batom e como o hidratante contra o envelhecimento da pele e a valorização dos ingredientes naturais do qual entra dentro de categorias específicas dos cosméticos. O termo 'cosmético' teve origem da palavra grega 'Kosm tikos'. Em geral, os cosméticos são empregados para tratar diretamente as superfícies externas do corpo humano com intuito de exercer quatro funções necessárias: a de manter em boas condições a pele, mudar a aparência, proteger e eliminar o odor corporal. Uma categorização mais adequada para classificar os cosméticos são, o seu emprego para limpeza pessoal (xampus, desodorantes, sabonetes), o seu uso para cuidados com a pele e cabelos (creme dental, produtos de cuidados tópicos), a sua utilização para enfeites (cores dos lábios, perfumes), sua colocação como protetores (protetor solar e produtos antirrugas), sua aplicação como corretivos (tinturas de cabelo, máscaras faciais), seu uso na rotina de manutenção (hidratantes, cremes de barbear); e sua aplicação como ativos (anti-sépticos, creme dental com flúor) . (Costa, 2022; Liu, 2022, Milreu, 2012).

### 2.3.1. Definição de cosméticos

Os cosméticos são formulações adequadas a manutenção e o aperfeiçoamento da estética do corpo, constituídos de materiais sintéticos ou naturais, definidos como sendo substância química de uso tópico sobre a pele, o cabelo, lábios, dentes e unhas ou de

## CAPÍTULO 2

aplicação na cavidade oral com intuito de promover a higiene pessoal, a beleza, o perfume, correção de imperfeições, eliminação de odores, proteção e manter a aparência em boas condições; agindo indiretamente na saúde, na qualidade de vida e na autoestima dos consumidores proporcionando resultados satisfatórios, sem interferir nos processos normais do metabolismo celular (Costa et al., 2023; Daneluz, 2018; Matos, 2014).

São produtos com a finalidade de serem friccionados, derramados, pulverizados, introduzidos ou aplicados de outra maneira ao corpo humano. A ciência que estuda os cosméticos e todos os seus aspectos de formulação, tipos de peles, testes necessários para segurança do produto e consumidor, entre outros, é denominada de cosmetologia, da qual abrange diversas áreas de estudo, entre elas, farmácia, bioquímica, engenharia química, medicina, biomedicina e estética, essas áreas possui visões diferenciadas, contribuindo de diversas maneiras para a expansão e inovação da área cosmética. De acordo com dados de pesquisa o mercado brasileiro ocupa a quarta posição no uso mundial de cosméticos, os mesmos estudos apontam que o mercado brasileiro possui alta capacidade de inovações cosméticas principalmente relacionadas com a pele, entre os mais usados, destacam-se os cosméticos sustentáveis que fazem uso de matérias primas naturais. A qualidade dos cosméticos é uma exigência obrigatória para a sua comercialização, o órgão responsável na fiscalização do cumprimento das leis e normas para garanti-la a qualidade é a ANVISA (Agência de Vigilância Sanitária). (Costa et al., 2023; Daneluz, 2018; Matos, 2014; Rico, et al., 2024; Sarruf, et al., 2024; Viseras, et al., 2021).

### 2.3.2. Formulação cosmética de creme facial

Formulações cosméticas de creme são compostas por três partes necessárias de acordo com a função ou efeito do cosmético (Daneluz, 2018; Milreu, 2012).

- ✓ O veículo, também chamado de excipientes é o componente em maior quantidade na formulação, é definido como substâncias que tem como propósito de receber os outros componentes, tem a finalidade também de conduzir, beneficiar ou suavizar os efeitos dos princípios ativos e a capacidade de solubilização ou de dispersão, de acordo com a compatibilidade a que se destina e o tipo de pele. Os excipientes podem ser na forma de líquidos, géis, emulsões, pós e cremes base, e devem ser escolhidos e adequados a cada situação relacionada com o tipo da pele;

## CAPÍTULO 2

- ✓ Os aditivos são elementos acionados à formulação do cosmético com tipo de função específica dependendo do produto desenvolvido, são estes: os umectantes que são substâncias higroscópicas que tem a finalidade de diminuir a dessecação superficial pelo contato com o ar das fórmulas; o hidratante que são aditivos higroscópicos intracelulares que intervêm no processo de reposição de água da pele de maneira ativa; o emoliente que é responsável pelo espalhamento e lubrificação da pele e cabelo; os espessantes que são substâncias responsáveis em aumentar a viscosidade da formulação podendo ser orgânico e inorgânico; os tensoativos que são substâncias que possui em sua formulação grupos hidrofílicos e lipofílicos; os alcalinizantes, acidificantes e neutralizantes que são usados para corrigir o pH da formulação e os conservantes que são substâncias que adicionadas a formulação tem como finalidade de proteger de contaminações durante a estocagem;
- ✓ O princípio ativo é o principal responsável pela forma final do produto formulado da qual a sua atuação ocorre sobre as células. Existem várias substâncias que podem ser usadas como ativo em formulações que podem ser de origem mineral, vegetal ou animal, na forma natural ou sintética, que de acordo com seus atributos e composição define o objetivo da formulação que pode ser hidratante, cicatrizante, antisséptica, clareamento, refrescante, nutritiva, calmante, entre outras.

O cosmético desenvolvido como emulsão ou creme é definido como uma formulação semissólida consistente que contém substâncias medicamentosas ou ingredientes cosméticos dissolvidos ou suspensos nas suas fases aquosa ou oleosa, que incide de uma emulsão de sistema heterogêneo, formada por duas ou mais fases, sendo uma lipofílica e outra hidrofílica no qual é imiscível, da qual pode conter um ou mais ativos dissolvidos ou dispersos em meio apropriado, formando gotículas de diâmetro 0,5-100 nm, de acordo com sua viscosidade. As emulsões podem classificar-se como fluidas ou mais ou menos consistentes, existem dois tipos, óleo-água (O/A): em que a fase interna é constituída por substâncias lipofílicas imiscíveis com a fase externa, formada por sua vez, por água e substâncias polares e água-óleo (A/O): em que a fase interna é constituída por água e componentes polares e a fase externa é formada por compostos apolares. Sua aplicação é procedida geralmente na parte externa da pele ou membranas mucosa para fins terapêuticos através do uso tópico, é a emulsão mais usada em cosméticos, apresentando uma gama de vantagens: (ANVISA, 2010; Milreu, 2012; Oliveira, 2009).

## CAPÍTULO 2

- ✓ Grande afinidade para o revestimento cutâneo;
- ✓ Possibilidade de incorporar, simultaneamente na mesma preparação, substâncias de natureza hidrófila e lipófila, capazes de se integrarem no filme hidrolipídico do estrato córneo;
- ✓ Possibilidade de se obterem veículos de diferentes texturas, consistência e capacidade de penetração;
- ✓ Veículos com bases emulsionadas que apresentam também propriedades emolientes e hidratantes;
- ✓ Atuação como agentes de limpeza bastante eficazes.

Os ativos usados na formulação devem passar por um processo de esterilização ou descontaminação, e os de matéria orgânica devem passar por testes microbiológicos, além de apresentar registro na ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), cadastro da empresa e do químico responsável. (ANVISA, 2010; Matos, 2014; Oliveira, 2009; Santos et al., 2022).

Alguns trabalhos com desenvolvimento de cremes faciais são citados na literatura como:

Oliveira (2023) na Elaboração e caracterização físico-química de um creme facial com o extrato glicólico de *Mulateiro Calycophyllum Spruceanum Rubiaceae*, comparou o extrato glicólico comercial submetido a testes de estabilidade e avaliação dos parâmetros físico-químicos e organolépticos com o extrato glicólico foi feito com álcool de cereais e glicerina numa proporção de 70:30, em uma proveta de 100 mL e homogeneizado com um bastão de vidro, filtrado com uma camada fina de algodão, colocado em um frasco âmbar e armazenado em geladeira, afirmou que o uso do extrato glicólico em formulações cosméticas vem ganhando visibilidade devido a sua alta concentração que contém muitos nutrientes e benefícios da matéria prima e por isso é muito utilizado em cosméticos, descreveu que os cremes elaborados da formulação laboratorial e formulação comercial não apresentaram mudanças de fases ou floculações, o resultado comparativo do produto final

## CAPÍTULO 2

entre as formulações não demonstrou diferenças significativas, com exceção da coloração do creme após finalização dos testes realizados.

Lima et al. (2018) em creme a base de ácido ascórbico para o tratamento do melasma, desenvolveu um creme denominado de Vitamelan em combinação com o ácido ascórbico, a base Lanette para o tratamento do melasma, devido à sua propriedade aniônica e hidratante, do qual promoveu uma maior ação antioxidante, acelerando o processo de tratamento, sendo utilizado no período noturno de uso diário, devido à fotossensibilidade do ácido ascórbico e da Base Lanette para que o tratamento seja eficiente e constante, relatou que em virtude do melasma ser uma patologia que exige um tratamento prolongado e ininterrupto, muitos pacientes pararam o tratamento devido ao custo muito alto dos cremes atuantes no mercado, o intuito com a criação do Vitamelan, é proporcionar um recurso terapêutico altamente eficiente e barato, para que a melhora do paciente seja alcançada.

### 2.3.3. Análise de estabilidade

A maioria das formulações cosméticas é constituída por sistemas instáveis dispersos em emulsões com fases imiscíveis. Essa instabilidade com tempo pode resultar em separação de fases dos componentes. Por isso a avaliação da estabilidade é indispensável para garantir à segurança, a qualidade, a eficiência, a definição do prazo de validade e as correções necessárias no desenvolvimento dos cosméticos, com intuito de garantir a saúde dos consumidores. Vários parâmetros são utilizados no controle da estabilidade dos produtos, os quais devem ser definidos pelo formulador e de acordo com as características e componentes da formulação, como: as características organolépticas que determina os padrões de aceitação do produto (cor, odor, textura, tato e sabor, quando aplicável), formulação físico-química do sistema usada para indicar problema de instabilidade e submissão do produto ao estresse e a sua resposta com a finalidade de rejeitar ou proceder com as formulações, entre os quais se destacam:

- ✓ O pH do qual tem que ser próximo do pH cutâneo, para mulheres é de aproximadamente 5,5 e, em homens é próximo de 5 (Melo e Campos, 2016);
- ✓ A viscosidade do qual é um parâmetro usado pra determinar a fluidez apropriada de um produto indicando a sua estabilidade, é a força necessária para causar o fluxo das camadas, ocorrendo à distribuição do fluido, do qual podem ser classificados

## CAPÍTULO 2

como Newtonianos e não Newtonianos Os métodos mais empregados nessa análise são os viscosímetros capilares, de orifícios e rotacionais do qual fornecem resultados de fácil interpretação. (Melo, Domingues e Lima, 2018; Rosário et al., 2021);

- ✓ O teste de centrifugação que é usado para simular um aumento na força de gravidade através da sua atuação na amostra, aumentando o movimento das partículas no seu interior, provocando estresse e adiantando possíveis inconstâncias, da qual são observadas na forma de precipitação, separação de fases, formação de caking, coalescência entre outras. A amostra é centrifugada em temperatura, tempo e velocidade padronizados. (Guia de estabilidade de produtos (ANVISA, 2004; Melo, Domingues e Lima 2018).

A avaliação da estabilidade dos cosméticos é procedida de forma integrada, ou seja, todos os dados necessários não são fornecidos, é indispensável considerar não somente as análises de estabilidade mencionadas, mas também introduzir avaliações microbiológicas. (Guia de estabilidade de produtos cosméticos, 2004; Melo, Domingues e Lima 2018; Rico, et al., 2024).

Alguns trabalhos fizeram análise de estabilidade como:

Daneluz et al. (2018) na Influência de Diferentes Concentrações de um Material de argila natural como princípio ativo em formulações cosméticas, da qual as formulações foram avaliadas em função das características organolépticas (cor, odor, aspecto e textura), pH, viscosidade, espalhabilidade e teste de centrifugação, constatou que as características organolépticas dos géis contendo argila foram compatíveis com sistemas desse tipo, os valores de pH ficaram dentro da faixa aceitável, a formulação apresentou elevada espalhabilidade e se mostrou estável. A maior variação foi observada na viscosidade, que cresceu com o aumento da concentração de argila devido à interação entre as partículas da dispersão. Portanto, foi comprovado que a concentração de argila, apesar de alterar alguns dos parâmetros avaliados, não influencia na formulação cosmética desenvolvida;

Lange, Heberlé e Milão (2009) na avaliação da estabilidade e atividade antioxidante de uma emulsão base não-iônica contendo resveratrol, onde o perfil de estabilidade foi analisado pela observação das características organolépticas, determinação do pH e espalhabilidade, e atividade antioxidante através do teste com o radical livre 2,2-difenil-1-

## CAPÍTULO 2

picrilhidrazila (DPPH); demonstrando em relação à análise preliminar da estabilidade da formulação contendo BHT (antioxidante) e da contendo resveratrol, através da centrifugação das formulações, ambas apresentaram-se estáveis, não sendo necessária a reformulação para a continuidade do estudo. Na avaliação da espalhabilidade de ambas as formulações, nas diversas condições de armazenamento, no decorrer dos 60 dias, a BHT apresentou maiores valores de espalhabilidade. Cabe ressaltar que a espalhabilidade foi originalmente superior, o que já era esperado, já que a ER apresentava maior teor de sólidos na sua formulação, devido à incorporação do extrato seco contendo resveratrol.

Friedrich et al. (2007) na avaliação da Estabilidade Físico-Química de Creme não Iônico inscrito no formulário nacional, da qual as amostras foram analisadas com respeito às propriedades organolépticas, variação de pH, viscosidade, espalhabilidade e distribuição do tamanho de partículas, durante 12 semanas, ressaltou que a base analisada apresentou boa estabilidade física, frente aos testes de envelhecimento acelerado mediante o protocolo estabelecido, o creme não iônico presente no formulário Nacional caracterizou-se como um veículo com potencial para incorporação de fármacos, apesar da viscosidade ter sido alterada comparando-se os valores iniciais e finais e, estas alterações provocarem mudanças significativas nos valores de espalhabilidade, a mesma continuou apresentando boa estabilidade.

### 2.3.4. Análise microbiológica

A contaminação microbiana em produtos cosméticos e nos seus componentes pode alterar as propriedades físicas e afetar os compostos da formulação, afetando as características dos produtos, produzindo endotoxinas e metabolitos que causam irritação e reação alérgica na pele, podendo levar a patógenos que causam risco à saúde. O contágio pode ocorrer por uma série de bactérias patogênicas como, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Streptococcus Micrococcus*, entre outras e também por fungos. Geralmente para proteger o cosmético de contaminação microbiana durante o preparo da formulação e dos ativos é usado conservante, realizado teste microbiológico no produto final e na matéria prima de desafio do sistema conservante e contagem microbiana.

São relatados alguns trabalhos de análise microbiológica em cosméticos:

Gomes, Santos e Cardoso (2021) na qualidade microbiológica de cosméticos industrializados: estudo experimental com bases faciais líquidas realizou análises

## CAPÍTULO 2

microbiológicas de bases faciais cosméticas líquidas e industrializadas através do meio de semeadura em superfície dos meios de cultura, relatando que em sua maioria, as amostras atenderam à legislação brasileira em relação ao controle de qualidade microbiológico, embora em 18,2% das amostras analisadas tenham apresentado contagem de colônias de microrganismos mesófilos aeróbios acima do limite máximo permitido pela ANVISA e o percentual de amostras contaminadas com fungos foi considerado elevado em 10 amostras (90,9%), mesmo com a contagem de colônias de bolores e leveduras encontrando-se abaixo do limite máximo considerado aceitável pela ANVISA;

Sousa et al. (2021) na avaliação da qualidade microbiológica de produtos cosméticos novos e em uso realizou pesquisa microbiológica para a identificação de microrganismos através da Detecção e Identificação de Bactérias de Importância Médica Módulo V da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, verificou-se que duas amostras novas e três usadas apresentaram-se fora dos parâmetros estabelecidos pela RDC nº 481/1999, da ANVISA, devido à confirmação da presença de *Staphylococcus aureus* e *Pseudomonas aeruginosa*.

Akon et al. (2015) na demonstração da atividade antibacteriana in vitro dos itens cosméticos populares usados pela localidade de Dhaka submeteu as amostras a análises microbiológicas através de testes de cultura e bioquímicos convencionais, relatando de modo geral, a presença de uma grande população microbiana em produtos cosméticos não aceitável do ponto de vista do nível de contaminação microbiológica. A característica antibacteriana desses itens, por outro lado, pode ter um impacto geral na saúde pública.

De acordo com Fogarrolli (2024) os conservantes são substâncias naturais ou sintéticas, usadas em grande parte dos cosméticos e dos ativos, com a finalidade de inibir o crescimento microbiológico durante fabricação e armazenagem do produto, fazendo com que sua validade aumente, com intuito de proteger o produto final de possíveis contaminações de bactérias, fungos e leveduras. O conservante ideal é aquele que apresenta baixa toxicidade, baixo custo, proteção e usado em baixas concentrações, além de ser seguro, pouco irritante e pouco sensibilizante. Um predicado determinante dos conservantes é sua habilidade de se dissolver, é imprescindível que sejam solúveis em água e insolúveis em óleo. Isso porque os microrganismos se desenvolvem na fase aquosa e na interface entre água e óleo. Assim, para uma funcionalidade ideal, os conservantes devem ser inseridos à fase aquosa. Além disso, é essencial que sejam incolores e inodoros, impedindo assim a adição de cor ou aroma ao produto. Também é importante que não reajam com outros

## CAPÍTULO 2

ingredientes, evitando a formação de cores ou odores indesejados. Os principais conservantes autorizados pela ANVISA são: Parabenos e seus sais, triclosan, fenoxietanol, bronopol, formaldeído, metilcloroisotiazoli, DMDM-hidantoina, imidazolidinil ureia, sorbato de potássio, 3-iodo-2-propinil-butilcarbamato e poliaminopropil biguanida.

O sorbato de potássio é um produto químico usado como conservante e aditivo de alimentos, sua estrutura é decorrente da combinação de hidróxido de potássio e ácido sórbico, tem aparência de um pó cristalino branco e é comum em alimentos por ser altamente solúvel e compatível com diferentes níveis de pH, possui baixa toxicidade e são rapidamente metabolizado, é usado em uma variedade de itens para prevenir o crescimento de fungos e mofo nos alimentos. (Budecka e Kunicka-Styczyńska, 2014; Guia de estabilidade de produtos cosméticos, 2004; Melo, Domingues e Lima 2018; Noor et al., 2015; Petrucci, Cardoso e Pereira, 2011).

Alguns trabalhos da literatura fizeram o uso de conservante em suco de acerola:

Souza (2013) na influência de conservantes químicos na determinação da atividade antioxidante total em suco tropical de acerola fez uso do suco com adição de 0,004 g de metabissulfito de sódio/100 mL (SMS), suco com adição de 0,08 g de sorbato de potássio /100 mL de (SSP), suco adicionado de 0,05 g de benzoato de sódio /100 mL (SBS), suco com 0,002 g de metabissulfito de sódio e 0,04 g/100 mL de sorbato de potássio/100 mL S(MS+SP)), suco com adição de 0,002 g /100 mL de metabissulfito de sódio e 0,025 g /100 mL de benzoato de sódio S(MS+BS), demonstrando que os conservantes alimentares, adicionados nos sucos tropical de acerola, não contribuíram para elevar atividade antioxidante total desses alimentos, no entanto, foram eficientes para manutenção da esterilidade comercial dos sucos avaliados.

Patri et al. (2009) na estabilidade dos componentes funcionais de geleia de yacon, goiaba e acerola, sem adição de açúcares, sendo constituída por 17,5% de polpa de yacon, 28% de polpa de goiaba, 24,5% de polpa de acerola, 20% de lactitol, 10% de polidextrose, 0,07% de sorbato de potássio, 0,03% de aspartame + 0,015% de acesulfame-K, 1,0% de pectina de baixo teor de metoxilação (BTM) e 0,09% de fosfato tricálcico, mostrou que a estabilidade microbiológica do produto ao longo da estocagem ressaltou sua viabilidade tecnológica de produção e comercialização

## CAPÍTULO 2

### 2.3.5. Análise de Reologia

A Reologia é a ciência que estuda o fluxo e a deformação da matéria, analisando as respostas de um material provocadas pela aplicação de uma tensão ou uma deformação, do qual o material pode estar tanto no estado líquido como no estado gasoso ou sólido. O estudo reológico das suspensões está relacionada a viscosidade aparente e da tensão de escoamento do qual envolve ensaios de medidas da tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento reportado como curva de fluxo (Cardoso, 2007; Ferreira et al., 2005).

A reologia dos fluidos é classificados como newtonianos do qual apresenta uma relação linear entre a taxa de cisalhamento e a tensão de cisalhamento e não-newtonianos do qual não apresentam uma relação não linear, ou seja, os valores da viscosidade mudarão com a variação nos valores da taxa de cisalhamento. Esses valores de viscosidade são avaliados como viscosidade aparente, podendo aumentar ou diminuir, de acordo com as propriedades de cada fluido. Os fluidos não- newtoniano são divididos em diferentes grupos, sendo classificados como dependentes ou não do tempo, e viscoelásticos (Ferreira et al., 2005; Costa, 2017).

Os fluidos dependentes do tempo são denominados de materiais tixotrópicos e reopécticos, relacionados ao aumento e diminuição na tensão de cisalhamento e viscosidade aparente decorrente do tempo e da taxa de cisalhamento fixo. Ambos os casos podem ser irreversíveis, reversíveis ou parcialmente reversíveis. O termo tixotropia está relacionado ao decréscimo da viscosidade tempo-dependente, devido ao cisalhamento e consequentemente da recuperação da viscosidade quando o cisalhamento é interrompido (Bontorim, 2009).

Os fluidos não dependentes do tempo com tensão de cisalhamento inicial são classificados como fluidos pseudoplásticos que ocorrem quando a viscosidade aparente diminui com o aumento da tensão de cisalhamento, ao cessar o fluido volta a ter o valor de viscosidade inicial, nesses fluidos a taxa de cisalhamento versus a tensão de cisalhamento forma uma linha convexa, e os fluidos dilatantes ocorrem quando a viscosidade aparente aumenta com aumento da tensão de cisalhamento. Esse tipo de fluido só é encontrado em líquidos que contém uma alta proporção de partículas rígidas insolúveis em suspensão (Bontorim, 2009; Costa, 2017).

De acordo com Costa (2017) os fluidos viscoelásticos quando sofrerem alguma perturbação, eles retornam ao seu lugar, à volta para essa posição não sucede de maneiras satisfatória, já que não é um material elástico perfeito, relatando que todo material apresenta um tempo de relaxação característico. Nos fluidos viscoelásticos, o parâmetro que mede esta

## CAPÍTULO 2

característica é o número de Deborah. Esse número corresponde à razão de um tempo característico de relaxamento do material sobre um tempo característico de processo de deformação relevante. Na região de viscoelasticidade linear, para deformações pequenas ou impostas de maneira lenta, os arranjos moleculares nunca estarão longe do equilíbrio e por isso a resposta mecânica será um reflexo molecular para que seja atingido novamente o equilíbrio. Dois parâmetros são importantíssimos para avaliar a viscoelasticidade de um fluido. São eles o módulo viscoso e o módulo elástico. O módulo Elástico ( $G'$ ) é a medida elástica do material, do qual ocorre o armazenamento de energia. O módulo viscoso ( $G''$ ) determina a capacidade do fluido em perder energia em forma de calor.

De acordo com Menezes et al. (2009) na literatura relacionada ao escoamento de fluidos existem uma variedade de modelos matemáticos que podem ser utilizadas para descrever o seu comportamento em específico. Dentre esses modelos, os mais usados são: o modelo de Bingham ou plástico ideal, o modelo de Ostwald ou modelo de potência e o modelo de Herschlell-Bulkely ou de potência com limite de escoamento.

O reômetro é o equipamento que mede a relação entre a tensão e deformação ou taxa de deformação para diferentes fluidos, do qual é possível determinar diversos outros parâmetros do material. Existem diversos tipos de geometrias utilizadas nesses reômetros, são elas: cilindros concêntricos, cone e placa e discos paralelos. Sua escolha dependerá da faixa de viscosidade e taxa de cisalhamento que se deseja obter as medidas do experimento, assim como do tipo de fluido (Costa, 2017).

As razões pelas quais estudam o comportamento reológico de materiais são: contribuir para o conhecimento da estrutura, controle de processo e aceitação do produto. Na formulação de emulsões cosméticas, as análises das propriedades reológicas tem importância no procedimento de fabricação, transporte, armazenamento e uso pelos consumidores dos quais tem perspectivas nas propriedades de textura, consistência, espalhabilidade e oleosidade, das quais interferem na preferências de compra pelo consumidor. As características reológicas de emulsões estão estreitamente relacionadas com seu enchimento e retiradas do material de acondicionamento, com a espalhabilidade e a aderência destas sobre a pele (Milan et al., 2007; Grem et al., 2006).

Alguns trabalhos fizeram análises de reologia em cosméticos:

Abuçafy (2013) no Desenvolvimento e caracterização de formulação cosmética contendo nanopartículas de dióxido de titânio para proteção solar, usou um reômetro tipo Cone e Placa a 130 Hz e 17sec, com temperaturas de 25°C, relacionada com a temperatura

## CAPÍTULO 2

ambiente, e de 32°C, relacionada com a temperatura da superfície da pele, onde a reologia demonstrou que as formulações apresentam comportamento de recuperação da consistência e organização do material inicial após seu desarranjo durante o cisalhamento.

Bontorim (2009) no estudo de estabilidade de emulsão cosmética utilizando reologia e técnicas convencionais de análise; usou um reômetro Thermo Haake RheoStress, com sensor do tipo cone-placa, com análises realizadas em temperatura controlada a 23°C, através de um banho termo circulante, obtendo curvas de fluxo no modo de controle da taxa de cisalhamento (0 a 100 s<sup>-1</sup>) e de controle de tensão de cisalhamento (0,1 a 100 Pa), onde a reologia mostrou diferença significativa ( $p < 0,05$ ) a partir de 7 dias para o parâmetro de tan delta, 21 dias para os parâmetros de tixotropia e limite de escoamento, 28 dias para índice de consistência e índice de comportamento de fluxo, e 14 dias para limite de escoamento calculado pelo modelo reológico de Herschel Bulkley.

Corrêa et al (2005) na avaliação do comportamento reológico de diferentes géis hidrofílicos, determinou a reologia em um reômetro tipo cone e placa acoplado, com análises nas temperaturas de 25 e 40 °C, onde observou que o índice de fluxo e os reogramas obtidos mostraram que todos os géis estudados apresentaram comportamento pseudoplástico e tixotropia, observou-se ainda que o tipo de polímero, assim como a concentração deste na formulação, influenciou bastante a característica Tixotrópica do produto final, sendo o gel com carbopol o que apresentou maior tixotropia e o gel de pemulen o que apresentou menor tixotropia.

### 2.3.6. Pele o principal órgão de aplicação de cosmético

A pele é um órgão complexo e vulnerável do corpo humano com características peculiar da qual promove a interação com o ambiente ao redor, desempenhando várias funções vitais, formando uma barreira de defesa contra a perda de água, contaminação microbiana, radiação ultravioleta e compostos nocivos. A pele é formada por três camadas distintas: epiderme, derme e subcutâneo. A epiderme representa a camada superficial da pele, formada por quatro estratos diferentes, sendo o estrato córneo a camada mais externa, devido a sua matriz extracelular lipídica, composta por ácidos graxos e colesterol. A derme compreende folículos e glândulas e regula a temperatura corporal. A subcutânea é formada por um conjunto de tecidos conjuntivos e gordura. (Makgobole, Mpofana e Ajão, 2023; Oliveira et al., 2023).

## CAPÍTULO 2

O conhecimento da tipologia da pele é necessário na escolha do cosmético adequado, na realização de procedimentos estéticos e médico, pois o produto e o método inadequado podem causar danos e reações cutâneas na pele. Vários critérios são usados para classificar o tipo de pele: (Oliveira et al., 2023).

- ✓ **Teor de umidade do estrato córneo:** a hidratação ideal é em torno de 10%, apresentando uma pele iluminada, macia, resistente, flexível e lisa, abaixo dessa porcentagem a pele exibe inflexibilidade, descamação e desidratação;
- ✓ **Filme hidrolipítico:** é definido como uma mistura de suor e sebo que está relacionado à oleosidade da pele que tem um filme hidrolipítico mais hipofílico devido a maior produção de sebo, fatores como tamanho e número de poros, oleosidade diária e manutenção da composição é que determina se a pele é oleosa ou seca;
- ✓ **Reação da pele ao sol:** estão relacionadas à sensibilidade ao sol, da capacidade de bronzeamento e da frequência do eritema solar, características essas que gera o fototipo;
- ✓ **Cor da pele:** é a combinação de melanina mais hemoglobina, geneticamente está relacionada com distribuição de melanina na epiderme e fatores externos causa alteração também como a exposição ao sol e hormonais que aumenta a quantidade de melanina;
- ✓ **Sensibilidade:** Está relacionada a sensações desagradáveis, como ardor, dor, queimação, formigamento, seguido ou não de eritema;
- ✓ **Sinais de envelhecimento da pele:** Aparecimento de rugas, pigmentação da pele, falta de elasticidade e texturas desiguais.

Vários métodos auxiliam na determinação do tipo de pele, como instrumentos de biogenharia não invasivos, métodos visuais e táteis e outros métodos que engloba escalas, gráficos e questionários. Instrumentos de biogenharia não invasivos são baseados em princípios biofísicos e técnicas de imagem da pele, esses princípios possibilitam medidas

## CAPÍTULO 2

objetivas dos parâmetros da pele e a reprodução de fenômenos biológicos. Vários equipamentos foram desenvolvidos para avaliar os indicadores biológicos da pele, como: *Corneômetro* (Courage + Khazaka electronic GmbH) que mede o teor de água do estrato córneo; *API-100 aram ruvis*, que mede o teor de hidratação, poros, elasticidade, brilho, acne, entre outros, *Sebumetero* (Courage + Khazaka electronic GmbH) que determina o teor de lipídio; *DermaSpectrometer* (Cortex Technology) analisa a cor da pele, *Skin-Glossymeter* (Courage + Khazaka GL 200) medição indireta do brilho que pode está associado ao conteúdo de oleosidade da pele e *skin-pH-meter* que mede o pH da pele. As técnicas de imagem analisa a morfologia da pele superficial ou em profundidade, fornecendo informações para diagnóstico através do uso de fotografia clínica, dermatoscopia, microscopia de superfície, microscopia confocal, ultrassonografia ou ressonância magnética. Os procedimentos visuais avalia a textura, aparência, possíveis anormalidades, como rugas, vermelhidão, acne, manchas e descamação e os métodos táteis avalia a temperatura, espessura, elasticidade e firmeza da pele. São procedimentos subjetivos dependente do avaliador, esses métodos unidos classificam a pele em suas formas clássicas de acordo com a **Tabela 3**. (Oliveira, et al., 2023).

**Tabela 3:** Métodos classificatórios da pele.

| Classificação da pele | Métodos                                                                 |                                                                    |
|-----------------------|-------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
|                       | Visual                                                                  | Táteis                                                             |
| Normal                | Uniforme, luminosa, sem brilho, textura suave e sem poros aparente;     | Fresca, lisa, espessura normal, hidratada, firme e sem brilho;     |
| Seca                  | Clara, maçante, escamosa, sem poros visíveis e áreas avermelhadas;      | Fria, fina, áspera, pouca flexibilidade e estrias de desidratação; |
| Oleosa                | Brilhante, irregular, poros grandes, acnes e irritações;                | Oleosa, lisa, seborreica e espessa;                                |
| Sensível              | Dermatite seborreica, edemas, bolhas, descamação, vermelhidão e secura; | Quente e áspera;                                                   |
| Envelhecida           | Pálida, rugas, maçante, textura irregular, manchas e poros dilatados;   | Fria, fina, seca, áspera e inelástica.                             |

**Fonte:** Oliveira, et al., 2023.

Alguns parâmetros que são medidos na pele pelos diferentes tipos de sondas são definidos abaixo:

- ✓ A **hidratação** da pele tem a função plastificante, elástica e flexível, decorrente do equilíbrio entre a água provida e as perdas por evaporação. Os ativos empregados para hidratação inserem elementos hidrofílicos nas camadas mais externas da pele

## CAPÍTULO 2

ou promovem a concepção de um filme oclusivo sobre a camada córnea impedindo desta maneira a evaporação da água (Wanczinski, Barros e Ferracioli, 2007);

- ✓ A **elasticidade** está relacionada com as fibras elásticas que são responsáveis pela elasticidade e resistência da pele e representam 2 a 3% do peso seco da pele. Falhas na formação das fibrilas elásticas estão associadas à cutis laxa (Bohjanen, 2017);
- ✓ A **porosidade** representa parâmetros morfológicos importantes da pele, da qual é responsável pelo transporte da membrana. Membranas porosas, dependendo do tipo de força motriz aplicada, o transporte das espécies pode ser tanto convectivo como difusivo. (Dallan, 2005);
- ✓ O **brilho** da pele pode ser resultante do excesso de produção de óleo pelas glândulas sebáceas, favorecendo a um aspecto brilhante, oleoso e com poros dilatados, detendo ao desenvolvimento de acne e cravos, devido ao acúmulo de óleo e sujeira nos poros. (Beautyage, 2023);
- ✓ A **oleosidade** ou teor **lipídio** são de grande importância para a função da barreira cutânea, a matriz lipídica da pele é responsável pelo transporte de diferentes substâncias através do estrato córneo. Os três principais lipídios no estrato córneo são ceramidas, ácidos graxos livres e colesterol. Os lipídios da pele são responsáveis em manter a barreira cutânea através da criação de uma barreira físico-química, transmitindo sinais da epiderme e alterando a composição da flora microbiana da pele. Para manter a pele saudável é necessário manter um perfil lipídico específico para estruturar uma barreira. (Yang et al., 2021);
- ✓ O **pH** é um fator de grande importância que desempenha um papel singular em vários processos metabólicos, moleculares e reguladores de células, cada sistema biológico possui um sistema tampão amplamente não reconhecido para manter o equilíbrio ácido-base para um pH específico que é de grande importância para a função de barreira física, química e microbiológica da pele. Uma variedade de valores de pH da pele estão sendo relatados na literatura (Santos, 2022).

## CAPÍTULO 2

### 2.4. ANÁLISE SENSORIAL

A análise sensorial é definida pela Associação Brasileira de Norma Técnicas (ABNT) como uma disciplina da ciência que tem como objetivo controlar a qualidade, a textura, o sabor, o aroma, a preferência do produto através da função das respostas dos indivíduos a várias reações fisiológicas de estímulos através da visão, olfato, paladar, tato e audição resultando nas propriedades internas do produto. Os sentimentos são importantes para avaliar as propriedades sensoriais do produto. A cor é o primeiro contato do avaliador com o produto, é a parte visual que se destaca a aparência associada às reações pessoais de aceitação, indiferença ou rejeição relacionada à forma natural ou comercial, abrangendo três características o tom, intensidade e o brilho. Odor é a propriedade sensorial que usa o órgão olfato para aspirar substâncias voláteis. As características marcantes dessa propriedade é a intensidade, a persistência e a saturação. O gosto é uma das propriedades relacionada com paladar usando a cavidade bucal, é identificada através das papilas gustativas, ou seja, através do gosto doce, amargo, salgado e ácidos. A textura é percebida pelo tato, é o conjunto de todas as propriedades reológicas e estruturais do produto, perceptíveis pelos receptores mecânicos táteis, visuais e auditivos. O som está associado à audição, sendo associada principalmente a textura do produto. Os testes sensoriais são aplicados para responder aos objetivos traçados na análise sensorial. Os testes são divididos de acordo com **Tabela 4** abaixo: (Esteves, 2014; Teixeira, 2009).

## CAPÍTULO 2

**Tabela 4:** testes usados na análise sensorial.

| Testes                   | Descrição                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
|--------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Determinação de Limiares | Determina a intensidade de um estímulo reconhecível pelos provadores.                                                                                                                                                                                                                           |
| Comparação par           | Usado para determinar se existem diferenças entre duas amostras. Existem dois tipos desse teste, por diferenciação simples e o por diferenciação direcional.                                                                                                                                    |
| Triangular               | Analisa a diferenças entre duas amostras sempre que os produtos provoquem estímulos pouco intensos e simples.                                                                                                                                                                                   |
| Duo-Trio                 | É semelhante aos testes de comparação par e triangular, usado para a comparação entre duas amostras, é um teste sensorial simples e bastante fácil de aprender.                                                                                                                                 |
| Classificação Ordinal    | Compara mais do que duas amostras, de diferentes produtos relativamente à determinada característica ou atributo.                                                                                                                                                                               |
| Análise descritiva       | Testes de análise descritiva que consideram, simultaneamente, várias características sensoriais.                                                                                                                                                                                                |
| Escalas categorizadas    | As amostras e as escalas, para a classificação da intensidade da sensação provocada pelo(s) atributo(s) em estudo, são fornecidas simultaneamente aos provadores.                                                                                                                               |
| Afetivo                  | São usados para o controlo de qualidade e tempo-de-vida-útil, a conservação, a melhoria, a otimização, o desenvolvimento de novos produtos, a avaliação do potencial comercial, o suporte de afirmações publicitárias ou descoberta das necessidades dos desejos dos consumidores aos produtos. |

**Fonte:** Esteves, 2014.

Existem os testes que são objetivos que estão relacionados às características do produto, se dividindo em testes discriminatórios e descritivos, sendo executados por consumidores treinados; e os subjetivos designados de teste afetivo aplicados em consumidores não treinados, do qual são classificados em duas categorias: testes de preferência, do qual o consumidor opta por dois ou mais produtos entre si, onde ocorre a seleção de uma amostra em relação à outra; e os testes de aceitabilidade que determina o grau com que os julgadores gostam ou desgostam de um produto, a expressão do grau de gostar ou da experiência positiva relacionada a mercadoria, são provas sensoriais usadas para classificar ou valorizar, aceitar ou preferir produtos avaliados por julgadores selecionados entre os voluntários de acordo objetivo do teste. A escala hedônica que é usada no teste afetivo é semelhante ao teste descritivo, são empregadas para avaliar o nível de gostar, preferência ou aceitação pela amostra, tradicionalmente é uma escala que

## CAPÍTULO 2

compreende nove pontos de níveis de agrado e/ou desagrado como o exemplo citado na **Figura 4** abaixo: (Anzaldúa-Morales, 2006; Esteves, 2014).

**Figura 4:** Escala hedônica.

|                          |                        |
|--------------------------|------------------------|
| <input type="checkbox"/> | Gosto extremamente     |
| <input type="checkbox"/> | Gosto muito            |
| <input type="checkbox"/> | Gosto moderadamente    |
| <input type="checkbox"/> | Gosto ligeiramente     |
| <input type="checkbox"/> | Indiferente            |
| <input type="checkbox"/> | Desgosto ligeiramente  |
| <input type="checkbox"/> | Desgosto moderadamente |
| <input type="checkbox"/> | Desgosto muito         |
| <input type="checkbox"/> | Desgosto extremamente  |

**Fonte:** Esteves, 2014.

### 2.4.1. Seleção de voluntários

Precisamos de dois tipos julgadores para a procedência do teste sensorial, os treinados usados nos testes analíticos e os não treinados para os testes afetivos, como já foi mencionado. Para cumprir a tarefa de avaliar a qualidade do (s) produto (s), os voluntários recrutados devem conter algumas características específicas de acordo com o material a ser testado e o mercado consumidor. Nesse grupo de pessoas recrutadas não é recomendado que os voluntários tenham afinidade ou antipatia com amostra a ser analisada, porque estes podem influenciar positivamente ou negativamente na avaliação do produto. Os recrutados recebem amostras codificadas e a avaliam de acordo com seus sentimentos, conforme a descrição do produto de estudo, avaliando de forma geral, o produto como um todo, ou apenas atributos específicos de cor, aroma, textura entre outros. Abaixo segue os critérios de inclusão que os julgadores devem possuir: (Hui, 2007).

- ✓ Estar entre 18 e 50 anos, desde que as pessoas pertencentes às faixas etárias não esteja no público alvo de estudo;
- ✓ Possuir paladar geneticamente normal (capacidade de reconhecer gostos básicos) quando aplicável;
- ✓ Possuir boa saúde, sem infecções e alergias;

## CAPÍTULO 2

- ✓ Possuir habilidade de concentração;
- ✓ Possuir boa sensibilidade;
- ✓ Ter curiosidade intelectual;
- ✓ Ter boa memória sensorial;
- ✓ Demonstrar interesse em participar dos testes.

### SÍNTESE DA REVISÃO DA LITERATURA

A revisão da literatura foi dividida em tópicos: argilas, acerola, cosméticos e análise sensorial, onde foram abordados os conceitos, definições, características, propriedades, aplicações entre outros, como descrito abaixo:

As argilas são materiais terrosos, compostas por partículas finas e por produtos orgânicos como quartzo, feldspatos, carbonatos, sulfatos, calcita, hematita e matéria orgânica, denominados de argilominerais. Sua formação advém das condições geológicas de tempo, temperatura, profundidade, intemperismo na interface rocha e atmosfera, do fundo do mar ou lago e uma pequena quantidade surge do resfriamento magmático. Os argilominerais são classificados de acordo com a sua composição cristalina e química, dividindo em grupos de silicatos de estrutura laminar e estrutura fibrosa. Os silicatos de estrutura laminar são separados em duas classes: os da camada 1:1 que engloba o grupo da caulinita, das serpentinas e dos argilominerais ferríferos; os da camada 2:1 onde se encontra os grupos do talco-pirofilita, micas, esmectitas, vermiculitas, cloritas, sepiolitas e montmorilonita (bentonita) e por último uma pequena quantidade de argilominerais pertencem ao grupo fibroso 2:1 que está relacionado às paligorskita (atapulgitas).

Atualmente é crescente a preferência dos consumidores por materiais naturais no desenvolvimento de produtos cosméticos, o uso de argilas em cosméticos apresenta várias vantagens devido a sua abundância na natureza, baixo preço, descarte que não afeta o meio ambiente e baixo risco de toxicidade, e em relação a sua composição mineralógica e das suas propriedades físicas e químicas, como: alta área superficial, características reológicas e excelente capacidade de troca iônica. Os minerais de argila que são frequentemente usados

## CAPÍTULO 2

incluem caulim, esmectita, talco e paligorsquita, atuando com seus benefícios na limpeza, na absorção de impurezas, tonificação da epiderme e hidratação, através do aperfeiçoamento da pele e cabelos, reposição de minerais, ativação da circulação sanguínea, atuação indireta na saúde, na qualidade de vida e autoestima dos consumidores. As argilas podem atuar como ativos ou aditivos dentro da cosmetologia e sua comercialização e uso como matéria-prima nos produtos é identificado em relação a sua cor que serve como referência para o comprador. A cor das argilas é determinada de acordo com as suas características físico-químicas, da composição de minerais presentes na sua formação, da sua estrutura cristalina, da oxidação dos seus cátions, da sua carga e da posição dos seus íons.

O caulim é um dos argilominerais de massa rochosa mais abundante na natureza que ocorre naturalmente, dependendo das condições geológicas e intemperismo. É um minério composto por silicato de alumínio hidratado, denominado de caulinita, onde pode ocorrer também a presença de outros minerais como feldspato, mica, quartzo, carbonáceos, ilita, montmorilonita, ilmenita, anatase, hematita, bauxita, zircão, rutilo, cianita, silimanita, grafite, atapulgita e haloisita. Além destes mineiros existe a presença de outros, como ferro, que confere impureza ao caulim, o ferro existe como óxidos, hidróxidos, oxi-hidróxidos, sulfetos e carbonatos, juntamente com quartzo, ele esta presente como mineral auxiliar denominado de ferro livre. O caulim possui coloração branca ou quase branca, é quimicamente inerte em uma ampla faixa de pH, tem baixa carga superficial, possui boas propriedades de enchimento, baixa viscosidade, incombustível, imputrescível, neutro, imune ao ataque de microrganismos, possui mudanças bruscas de temperatura, possui baixas condutividade de calor e eletricidade, baixo custo e teor de sólidos alto.

As características e as propriedades do caulim (branca) o torna adequado para uso em formulações cosméticas, entre as quais destacam a sua cor, a sua granulometria fina, macia e não abrasiva, sua estrutura laminar e a sua natureza hidrofílica. A sua aplicação em produtos cosméticos pode ser na forma de pó compacto para o rosto, máscaras faciais, produtos para clareamento de melasmas, produtos com função anti-inflamatória, antimicrobiana e antirrugas e máscaras faciais destinadas ação adstringente, ação revigorante, limpeza e esfoliação, retirando a sujeira fixada à pele e absorvendo os elementos gordurosos.

A bentonita é um argilomineral sedimentar formado pela mudança química nas cinzas vulcânicas envelhecidas, compreendendo o conjunto formado pelo grupo da esmectita composta de montmorilonita, além de quartzo, cristobalita, feldspatos e zeólitas. É um aluminossilicato, com tamanho de partículas pequeno, formando placas ou lâminas. Para as

## CAPÍTULO 2

bentonitas, a região lamelar é importante, pois, a mesma depender dos cátions localizados nessa região, havendo ou não a expansão na estrutura cristalina, determinando se a bentonita será sódica ou cálcica, e a diferença no poder de hidratação entre as mesmas. A bentonita (Na) é conhecida pela sua capacidade de absorver água, expandindo seu volume, proporcionando separação das lamelas, gerando uma menor força de captação entre as camadas do argilomineral. A bentonita (Ca) em contraste é vista pela baixa capacidade de absorção de água, inchamento e incapacidade de permanecer em suspensão na água, a expansão entre as lamelas não acontece. A coloração da bentonita é bastante modificável, abrangendo as cores de bege-marrom, verde-amarelado ou verde-azulado, acinzentado e branco. É um minério com diversas propriedades, entre elas, alta capacidade de troca catiônica, tamanho de partículas pequeno, não toxicidade, absorvente de substâncias orgânicas e inorgânicas, baixa permeabilidade, versatilidade de biocompatibilidade, aplicação como adsorvente e baixa penetração, as suas propriedades reológicas mais importantes são, a sua viscosidade e sua tixotropia.

As características que tornam a bentonita (verde) atraente para o uso em formulações cosméticas estão diretamente ligadas a sua composição mineralógica e química, das quais são: a variedade de cores, a carga elétrica negativa da cela unitária neutralizável por cátions trocáveis, o elevado poder de sorção, grande área específica, granulometria fina dos cristais, o pH, a capacidade de troca de cátions elevada, camadas expansíveis, índice de inchamento, propriedades coloidais e o seu uso como agentes reológicos. As argilas verdes oferece atividade adstringente e purificadora, pois regula o interstício celular facial. É comumente usada em peles oleosas, com acne com ação desintoxicante e cicatrizante, promovendo a maciez, na estética corporal, é empregada para combater a flacidez e a celulite, tornando seu emprego em produtos como maquiagem, formulações para barbear, shampoos, esmaltes e removedores, cremes branqueadores da pele, base para cremes depilatórios, batons, máscaras faciais entre outros.

A acerola (*Malpighia emarginata* DC.) é uma fruta tropical também denominada de cereja das índias ou barbados, pertencente a família *Malpighiaceae*, com 30 espécies de arbustos nativos espalhados na Índia Ocidental, na América Central e Norte da Americana do Sul, se propagando para o Brasil devido a sua boa adaptação de solo e clima. Caracterizada pela sua cor vermelha alaranjada, de formato pequeno arredondado ou oval, de casca fina, com polpa carnosa, com endocarpo no centro da fruta constituído de três caroços triangulares, de sabor adocicado, azedo ou frutado. É uma fruta rica em vitamina C

## CAPÍTULO 2

que varia de 3 a 46 g kg<sup>-1</sup> de polpa, o teor dessa vitamina é 80 vezes maior quando comparado com a laranja e o limão.

A vitamina C, ácido ascórbico (AA) ou ácido L-ascorbico é uma vitamina termolábil que apresenta uma estrutura química do grupo das vitaminas hidrossolúveis, encontrada na natureza de duas formas, reduzida ou oxidada, as duas são igualmente ativas, porém a oxidada está muito menos disseminada nas substâncias naturais. O ácido ascórbico é de grande importância no funcionamento das células, da qual é particularmente evidente na atuação de enzimas essenciais na sua biossíntese, ajudando as células do organismo a crescerem e permanecerem saudáveis, principalmente as células dos ossos, dentes, gengivas e dos vasos sanguíneos. Atualmente esta vitamina vem sendo estudada em relação ao seu papel como antioxidante para o corpo, sendo um micronutriente indispensável, solúvel em água que desempenha importantes funções em vários processos fisiológicos no corpo humano. Ultimamente o ácido ascórbico tem sido usado em aditivos alimentares, medicamentos e cosméticos para melhorar a estética e a saúde das pessoas.

O setor industrial cosmético vem investindo em formulações contendo vitamina C, devido a sua eficácia no combate aos radicais livres, além de possuir ação clareadora das manchas e atuar na proteção das proteínas estruturais da pele existentes em praticamente todos os tecidos do corpo humano através da atuação no antienvhecimento atuando no aumento da elasticidade da pele. Outro fator importante da atuação da vitamina C é a proteção dos danos da radiação, fornecendo uma fotoproteção preventiva por se tratar de um importante agente antioxidante. O seu uso tópico tem se tornado uma importante forma de tratamento, atuando como um protetor biológico, diminuindo expressivamente os danos causados na pele. Sendo assim, a vitamina C é amplamente utilizado como ativo em formulações cosméticas, já que se trata de uma substância que proporciona múltiplas funções o que apresenta ótimos resultados no tratamento das alterações cutâneas. Quando empregada de forma adequada, a vitamina C desempenha ações que previnem e tratam essas alterações através de três mecanismos principais: estimulação da produção de colágeno, ação despigmentante e atividade antioxidante.

A principal desvantagem do ácido ascórbico é que essa vitamina não é sintetizada pelos seres humanos, devido à falta da enzima que faz o processo de catalisar a produção do ácido ascórbico, por isso, a necessidade de ingerir alimentos ricos dessa fonte de vitamina. Porém apesar da ingestão a quantidade que atinge a pele é bem baixa em comparação aos outros órgãos do corpo. O problema surge pelo fato que a vitamina C quando consumida não atinge a epiderme com facilidade devido à falta de vasos sanguíneos, tornando-se escassa

## CAPÍTULO 2

nessa camada mais externa da pele, além de outros fatores que diminui a quantidade, como a idade e a exposição. Uma solução viável para contornar esse problema é o uso tópico de formulações, em forma de cremes e géis aplicados diretamente na pele.

Os cosméticos são formulações adequadas a manutenção e o aperfeiçoamento da estética do corpo, constituídos de materiais sintéticos ou naturais, definidos como sendo substância química de uso tópico sobre a pele, o cabelo, lábios, dentes e unhas ou de aplicação na cavidade oral com intuito de promover a higiene pessoal, a beleza, o perfume, correção de imperfeições, eliminação de odores, proteção e manter a aparência em boas condições; agindo indiretamente na saúde, na qualidade de vida e na autoestima dos consumidores proporcionando resultados satisfatórios, sem interferir nos processos normais do metabolismo celular. São produtos com a finalidade de serem friccionados, derramados, pulverizados, introduzidos ou aplicados de outra maneira ao corpo. A ciência que estuda os cosméticos e todos os seus aspectos de formulação, tipos de peles, testes necessários para segurança do produto e consumidor, entre outros, é denominada de cosmetologia.

O cosmético desenvolvido como emulsão ou creme é definido como uma formulação semissólida consistente que contém substâncias medicamentosas ou ingredientes cosméticos dissolvidos ou suspensos nas suas fases aquosa ou oleosa, que incide de uma emulsão de sistema heterogêneo, formada por duas ou mais fases, sendo uma lipofílica e outra hidrofílica no qual é imiscível, da qual pode conter um ou mais ativos dissolvidos ou dispersos em meio apropriado. As emulsões podem classificar-se como fluidas ou mais ou menos consistentes, existem dois tipos, óleo-água (O/A): em que a fase interna é constituída por substâncias lipofílicas imiscíveis com a fase externa, formada por sua vez, por água e substâncias polares e água-óleo (A/O): em que a fase interna é constituída por água e componentes polares e a fase externa é formada por compostos apolares. Sua aplicação é procedida geralmente na parte externa da pele ou membranas mucosa para fins terapêuticos através do uso tópico. A formulação em creme é composta por três partes necessárias de acordo com a função ou efeito do cosmético: O veículo, também chamado de excipientes é o componente em maior quantidade na formulação, é definido como substâncias que tem como propósito de receber os outros componentes, tem a finalidade também de conduzir, beneficiar ou suavizar os efeitos dos princípios ativos relacionada com o tipo da pele, os aditivos são elementos acionados à formulação do cosmético com tipo de função específica dependendo do produto desenvolvido e o princípio ativo que é responsável pela forma final do produto formulado da qual a sua atuação ocorre sobre as células.

## CAPÍTULO 2

A maioria das formulações cosméticas é constituída por sistemas instáveis dispersos em emulsões com fases imiscíveis. Essa instabilidade com tempo pode resultar em separação de fases dos componentes. Por isso a avaliação da estabilidade é indispensável para garantir à segurança, a qualidade, a eficiência, a definição do prazo de validade e as correções necessárias no desenvolvimento dos cosméticos, com intuito de garantir a saúde dos consumidores. Vários parâmetros são utilizados no controle da estabilidade dos produtos, os quais devem ser definidos pelo formulador e de acordo com as características e componentes da formulação, como: as características organolépticas que determina os padrões de aceitação do produto (cor, odor, textura, tato e sabor, quando aplicável), formulação físico-química do sistema usada para indicar problema de instabilidade e submissão do produto ao estresse e a sua resposta com a finalidade de rejeitar ou proceder com as formulações. A avaliação da estabilidade dos cosméticos é procedida de forma integrada, é indispensável considerar não somente as análises de estabilidade, mas também introduzir avaliações microbiológicas.

A contaminação microbiana em produtos cosméticos e nos seus componentes pode alterar as propriedades físicas e afetar os compostos da formulação, afetando as características dos produtos, produzindo endoxinas e metabolitos que causam irritação e reação alérgica na pele, podendo levar a patógenos que causam risco a saúde. O contágio pode ocorrer por uma série de bactérias patogênicas e também por fungos. Geralmente para proteger o cosmético de contaminação microbiana durante o preparo da formulação e dos ativos é usado conservante, realizado teste microbiológico no produto final e na matéria prima de desafio do sistema e contagem microbiana.

O conhecimento da tipologia da pele é necessário na escolha do cosmético adequado, na realização de procedimentos estéticos e médico, pois o produto e o método inadequado podem causar danos e reações cutâneas na pele. A pele é um órgão complexo e vulnerável do corpo humano com características peculiar da qual promove a interação com o ambiente ao redor, desempenhando várias funções vitais, formando uma barreira de defesa contra a perda de água, contaminação microbiana, radiação ultravioleta e compostos nocivos. A pele é formada por três camadas distintas: epiderme, derme e subcutâneo. A epiderme representa a camada superficial da pele, formada por quatro estratos diferentes, sendo o estrato córneo a camada mais externa, devido a sua matriz extracelular lipídica, composta por ácidos graxos e colesterol. A derme compreende folículos e glândulas e regula a temperatura corporal. A subcutânea é formada por um conjunto de tecidos conjuntivos e gordura. Vários métodos auxiliam na determinação do tipo de pele, como instrumentos de

## CAPÍTULO 2

biogenharia não invasivos, métodos visuais e táteis e outros métodos que engloba escalas, gráficos e questionários. Instrumentos de biogenharia não invasivos são baseados em princípios biofísicos e técnicas de imagem da pele, esses princípios possibilitam medidas objetivas dos parâmetros da pele e a reprodução de fenômenos biológicos.

A análise sensorial tem como objetivo controlar a qualidade, a textura, o sabor, o aroma, a preferência do produto através da função das respostas dos indivíduos a várias reações fisiológicas de estímulos através da visão, olfato, paladar, tato e audição resultando nas propriedades internas do produto. Os sentimentos são importantes para avaliar as propriedades sensoriais do produto. A cor é o primeiro contato do avaliador com o produto, é a parte visual que se destaca a aparência associada às reações pessoais de aceitação, indiferença ou rejeição relacionada à forma natural ou comercial, abrangendo três características o tom, intensidade e o brilho. Odor é a propriedade sensorial que usa o órgão olfato para aspirar substâncias voláteis. As características marcantes dessa propriedade é a intensidade, a persistência e a saturação. O gosto é uma das propriedades relacionada com paladar usando a cavidade bucal, é identificada através das papilas gustativas, ou seja, através do gosto doce, amargo, salgado e ácidos. A textura é percebida pelo tato, é o conjunto de todas as propriedades reológicas e estruturais do produto, perceptíveis pelos receptores mecânicos táteis, visuais e auditivos.

Existem os testes sensoriais que se dividem em testes discriminatórios e descritivos, sendo executados por consumidores treinados; e os subjetivos designados de teste afetivo aplicados em consumidores não treinados, do qual são classificados em duas categorias: testes de preferência, do qual o consumidor opta por dois ou mais produtos entre si, e os testes de aceitabilidade que determina o grau com que os julgadores gostam ou desgostam de um produto. A escala hedônica que é usada no teste afetivo são empregadas para avaliar o nível de gostar, preferência ou aceitação pela amostra, tradicionalmente é uma escala que compreende nove pontos de níveis de agrado e/ou desagrado. Dois tipos julgadores para a procedência do teste sensorial são necessários, os treinados usados nos testes analíticos e os não treinados para os testes afetivos, como já foi mencionado. Para cumprir a tarefa de avaliar a qualidade do (s) produto (s), os voluntários recrutados devem conter algumas características específicas de acordo com o material a ser testado e o mercado consumidor.

## CAPÍTULO 3

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

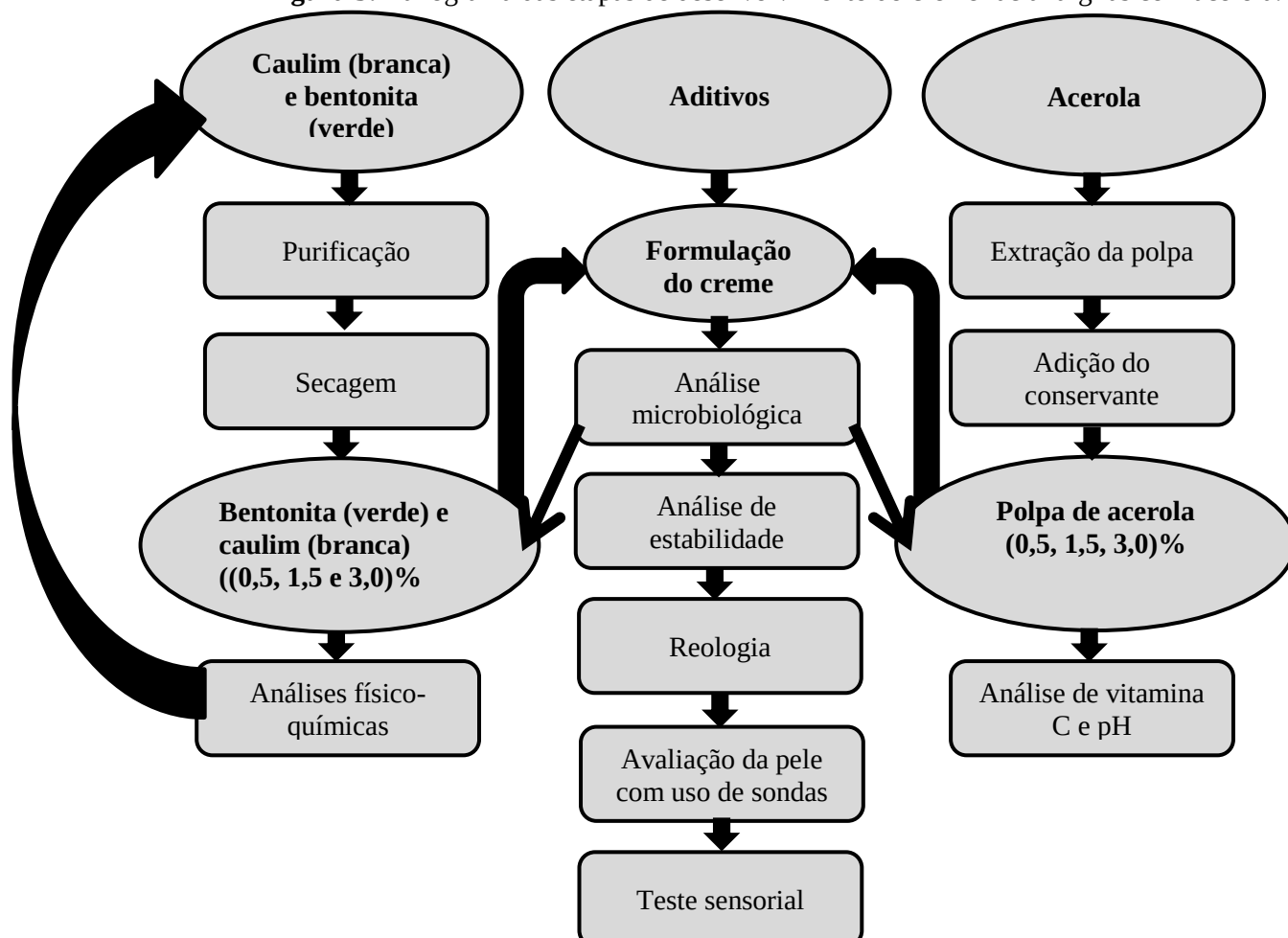
#### 3.1. MATERIAIS USADOS NA REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS

- ✓ Argilas caulim (branca) fornecida pela Caulisa e bentonita (verde) fornecida Bentonit União Nordeste, armazenadas no Laboratório de Materiais Cerâmicos do Departamento de Engenharia dos Materiais (LMC/CT/UFPB);
- ✓ Acerolas adquiridas no mercado Central de João Pessoa.

#### 3.2. METODOLOGIA

Foi desenvolvido um creme facial contendo como ativos diferentes porcentagens de argilas caulim (branca), bentonita (verde) e polpa de acerola. A metodologia é de acordo com **Figura 5** do fluxograma abaixo:

**Figura 5:** fluxograma das etapas de desenvolvimento do creme facial argilas com acerola.



## CAPÍTULO 3

### 3.2.1. Purificação das argilas caulim (branca) e bentonita (verde)

Todos os procedimentos realizados com as argilas foram realizados no laboratório de Purificação e Aspersão de Materiais Argilosos (LAPAMA/CT/UFPB) com exceção FRX e TG que foram realizados na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

As argilas caulim (branca) e bentonita (verde) foram purificadas de acordo com os procedimentos da **Tabela 5** (Guimarães, 2021), a purificação foi usada para a remoção de possíveis contaminantes presentes na argila e diminuição das partículas.

**Tabela 5:** Etapas de purificação das argilas caulim e bentonita.

| Processos                                                   | Procedimentos de purificação de caulim (branca) e bentonita (verde)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
|-------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Agitação (Agitador Mecânico modelo MA 147 da marca Marconi) | Para o procedimento de agitação foi realizado uma solução com 3% de Caulim (branca) e Bentonita (verde) para volume de 500 ml de água destilada, em seguida submetidos ao processo de agitação por 20 min com velocidade de aproximadamente 1800 rpm, depois as soluções de caulim (branca) e bentonita (verde) ficaram em repouso por 24 horas, esta parte teve o intuito de dispersar as argilas para etapas seguintes. |
| Lavadora ultrassônica (marca Eco-Sonics)                    | Após o repouso foi feito novamente uma breve agitação por 5 min, pois as misturas apresentavam divisão de fases, em seguida as soluções foram levadas para a lavadora ultrassônica por 20 min, com a finalidade de reduzir os tamanhos dos aglomerados das argilas.                                                                                                                                                       |
| Centrifugação (Centrífuga de Bancada da marca SP LABOR)     | As soluções de caulim (branca) e bentonita (verde) foram centrifugada a uma rotação de 700 rpm no intervalo de 1 min, com tempos de aceleração e desaceleração de 20 e 30 s, respectivamente, com a finalidade de eliminar as impurezas mais pesadas que ficaram retidas no fundo dos recipientes da centrífuga. Por último as suspensões foram armazenadas, completando um volume de 40 L.                               |

### 3.2.2. Secagem via *spray dryer* das argilas

Para a obtenção das argilas em pó o *spray dryer* (LM SD 5.0, da LabMaq ) foi usado na etapa de secagem da solução de 40 L e também na obtenção de partículas menores de caulim (branca) e bentonita (verde). O equipamento está representado na **Figura 6**, às

## CAPÍTULO 3

condições usadas no processo de secagem das soluções de argilas foram: vazão do soprador  $2,8 \text{ m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ , vazão da bomba  $5 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1}$ , temperatura de entrada  $155 \text{ }^\circ\text{C}$  e temperatura de saída  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**Figura 6:** Equipamento *Spray Dryer* e argilas caulim (branca) e bentonita (verde) purificadas.



### 3.2.3. Caracterizações Físico-químicas das argilas

As análises físico-químicas de pH, teor de umidade, densidades, porosidade, ângulo de repouso, granulometria, TG, DTA e FRX foram realizadas em triplicata com intuito de conhecer as propriedades das matérias primas de reidratação, degradação estabilidade entre outras, para prever e facilitar a sua integração junto aos aditivos para a formulação do cosmético.

#### 3.2.3.1. Potencial hidrogeniônico (pH)

O pH das amostras foi determinado de acordo com metodologia de Zenebon, Pascuet e Tiglea (2008), através do uso de um pHmetro da marca *Analyser*, modelo pH 300, previamente calibrado com soluções padrões de pH 4,0 e 7,0. Foi feita uma solução com 20

## CAPÍTULO 3

mL de água destilada mais 5 g das amostras de caulim e bentonita, seguindo com a verificação do pH.

### 3.2.3.2. Teor de umidade (%)

Foram pesadas, aproximadamente 1 g das amostras de argilas em recipientes de alumínio, em seguida as mesmas foram colocadas em uma estufa da marca *Solab*, modelo SL 102/480 a 105 °C, durante 24 horas e depois resfriadas em dessecador até a temperatura ambiente conforme o trabalho de Zenebon, Pascuet e Tiglea (2008). O teor de umidade foi determinado de acordo com a **Equação 1**:

$$\% \text{água} = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100 \quad (1)$$

Onde,

$M_i$  - massa inicial (g);

$M_f$  - massa final (g).

### 3.2.3.3. Densidades ( $\text{g.mL}^{-1}$ )

✓ Livre e compactada

Utilizou-se um funil acoplado a uma proveta graduada em mL sobre uma balança analítica, as amostras foram inseridas livremente no funil até a obtenção de 20 g das argilas. Verificou-se o volume aparente obtido e determinou-se a densidade livre. Em seguida 20 g das argilas foram submetidas a uma sequência de batidas contínuas até a compactação total e um volume constante, calculando a densidade de compactada de acordo com o procedimento Jinapong, Suphantharika e Jamnong (2008). As densidade foram determinadas de acordo com a **Equação 2**:

$$\rho' = \frac{m}{V_a} \quad (2)$$

$\rho'$  - Densidade;

$m$  - Massa da amostra (g);

$V_a$  - Volume aparente (mL).

## CAPÍTULO 3

### ✓ Partículas

O método picnômetro foi realizado através da metodologia de Fernandes, Borges e Botrel (2013), a técnica consiste em, inicialmente, pesar o picnômetro vazio, seguida, posteriormente, da pesagem do mesmo com uma 1 g das amostras, logo após, foi feito o preenchimento com um volume de tolueno, o qual foi pesado em balança analítica, por último, foi feita a medição apenas com o tolueno. A densidade partícula foi determinada de acordo a **Equação 3**:

$$\rho'' = \frac{P_2 - P_1}{(P_4 - P_1) - (P_3 - P_2)} \quad (3)$$

$\rho''$  - densidade de partículas;

$P_1$  - peso do picnômetro;

$P_2$  - peso do picnômetro + amostra;

$P_3$  - Peso do picnômetro + amostra + tolueno;

$P_4$  - peso do picnômetro + tolueno.

#### 3.2.3.4. Porosidade (%)

A porosidade ( $\varepsilon$ ) das amostras de caulim (branca) e bentonita (verde) foram determinadas usando a relação entre a densidade tapped e a densidade partícula de acordo com a literatura de Jinapong, Suphantharika e Jamnong (2008), calculada conforme a **Equação 4**:

$$\varepsilon = \frac{\rho_{partícula} - \rho_{tapped}}{\rho_{partícula}} \times 100 \quad (4)$$

#### 3.2.3.5. Ângulo de repouso

Para a determinação do ângulo de repouso usou-se como referência o trabalho de Nunes et al. (2014), as argilas foram inseridas em funil acoplado ao um suporte, caindo

## CAPÍTULO 3

livremente à velocidade constante, formando um amontoado sobre uma placa de vidro lisa, após a estabilização das amostras foram feita a medição do ângulo usando um transferidor.

### 3.2.3.6. *Granulometria*

Foi realizada através da difração de laser aplicando a técnica de dispersão de partículas associado ao processo de medida óptica, onde sucedeu a integração entre a difração do laser e a distribuição de tamanho das partículas. As argilas foram dispersas através de oscilação mecânica no equipamento CILAS 1090 Líquido, operando em modo úmido, com dispersão ultrassônica de 30 w com duração de um período de 60 s. Após a dispersão, o dispersor ultrassônico foi desligado e foi realizada a notação de dados através do *software* do próprio equipamento durante 60 s .

### 3.2.3.7. *Análise Termogravimétrica (TG) e Análise Térmica Diferencial (DTA)*

As amostras de caulim (branca) e bentonita (verde) na forma bruta e purificada foram analisadas por meio do equipamento DTG-60H da *Shimadzu*, que permitiu realizar a análise Termogravimétrica (TG) e Térmica Diferencial (DTA) de forma simultânea. Para o procedimento, 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.

### 3.2.3.8. *Fluorescência de Raios X (FRX)*

As amostra de caulim (branca) e bentonita (verde) no estado bruto foram examinadas através do Espectrômetro Fluorescência de Raios X por dispersão de energia EDX-720, da *Shimadzu*, por meio do método qualitativo-quantitativo, sob vácuo. As amostras de caulim (branca) e bentonita (verde) purificadas foram analisadas através do instrumento S2 Ranger da marca Bruker por meio de pastilha de ácido bórico, sob vácuo.

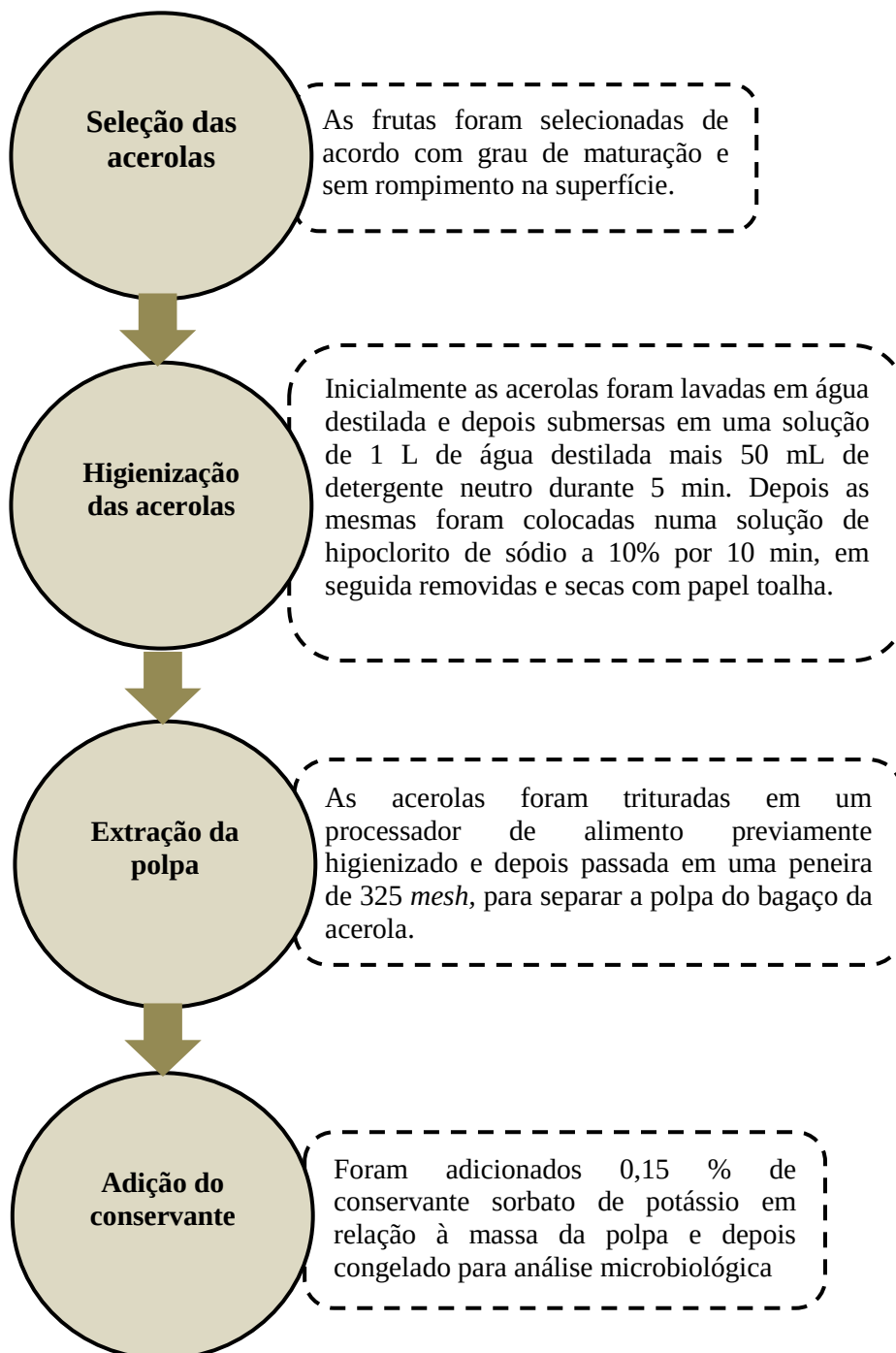
## 3.2.4. **Extração e análises físico-químicas da polpa de acerola**

Todos os procedimentos foram realizados no laboratório de Purificação e Aspersão de Materiais Argilosos (LAPAMA/CT/UFPB).

### CAPÍTULO 3

O procedimento de extração da polpa de acerola foi realizado de acordo com as etapas do fluxograma da **Figura 7**. A **Figura 8** mostra as etapas finais de preparação da polpa.

**Figura 7:** Fluxograma da extração da polpa de acerola.



## CAPÍTULO 3

**Figura 8:** Etapas finais de obtenção da polpa de acerola.



### 3.2.4.1. *Potencial hidrogeniônico (pH)*

Na polpa de acerola a leitura foi feita com conservante, logo após o seu preparo, usando aproximadamente 20 mL da amostra. O pHmetro utilizado e as soluções padrões de calibração foram as mesmas descrita no item de pH para as argilas (Zenebon, Pascuet e Tiglea, 2008).

### 3.2.4.2. *Teor de vitamina C*

As análises foram feita através do método de titulometria, usando os reagentes de ácido oxálico 2%, solução padrão de ácido ascórbico e solução de 2,6-diclorofenol indofenol corante. De acordo com as três etapas (Zenebon, Pascuet e Tiglea, 2008):

- ✓ Solução padrão de ácido ascórbico

Foram inicialmente pesado 100 mg de ácido L-ascórbico e diluído com 100 mL de ácido oxálico a 2%. Em seguida, foi feita uma diluição de 10 mL da solução preparada com 100 mL do ácido oxálico a 2%. Obtendo uma relação de 1 mL dessa solução equivalente a 0,1 mg de ácido ascórbico.

- ✓ Solução de 2,6-diclorofenol indofenol corante

### CAPÍTULO 3

Foi feita a dissolução de 50 mg de sal sódico de 2,6-diclorofenol indofenol em aproximadamente 150 mL de água destilada quente, contendo 42 mg de bicarbonato de sódio, a solução foi resfriada e em seguida o volume foi completado com 200 mL de água destilada. A solução foi armazenada em geladeira e padronizada antes do uso.

#### ✓ Padronização do corante

Foram adicionado 5 mL de ácido oxálico a 2% em 5 mL de solução padrão de ácido ascórbico, e logo em seguida realizou-se a titulação que foi feita com bureta preenchida com a solução do indofenol corante, procedeu-se com a titulação até o ponto de viragem da cor rosa claro que permaneceu por 15 segundos. O fator do corante foi obtido através da **Equação 5**.

$$F = \frac{\text{mg de ácido ascórbico}}{\text{volume gasto na titulação}} \quad (5)$$

$F$  - fator do corante (mg.mL<sup>-1</sup>);

*mg de ácido ascórbico* - massa de ácido ascórbico padronizada (0,5 mg);

*Volume gasto na titulação* - volume gasto na titulação (mL).

#### ✓ Determinação do teor de ácido ascórbico na polpa de acerola

Foi feita uma diluição de 20 mL da polpa de acerola com 100 mL da solução de ácido oxálico a 2%, uma alíquota de 2 mL foi titulada com indofenol corante padronizado até um ponto de viragem de cor rosa claro. O cálculo do teor de vitamina C foi resolvido de acordo com a **Equação 6**.

$$C \left( \text{mg} \frac{AA}{100 \text{ mL}} \text{ de solução} \right) = \frac{VxFx100}{A} \quad (6)$$

$C$  - concentração de vitamina C em mg de ácido ascórbico/100 ml de solução;

$V$  - volume gasto na titulação (mL);

$F$  - fator do corante (m.gmL<sup>-1</sup>);

$A$  - volume da amostra de solução tomada para titulação (mL).

## CAPÍTULO 3

### 2.3.5. Formulação do creme facial contendo argilas e acerola

A análise de estabilidade foi procedida no Laboratório de Tecnologia Cosmética (LTC/CT/UFPB). A análise microbiológica foi realizada no laboratório de microbiologia (CTDR/UFPB). O ensaio de reologia foi realizado no laboratório de Purificação e Aspersão de Materiais Argilosos (LAPAMA/CT/UFPB). Os diferentes percentuais dos ativos foram determinados seguindo como referencia o trabalho de Guimarães (2021). A formulação do creme facial está descrita na **Tabela 6**, os percentuais dos aditivos foram determinados por testes preliminares.

**Tabela 6:** Formulação de creme facial contendo como ativo caulim (branca), bentonita (verde) e suco de acerola.

| Matérias-primas                 | Função                      | Quantidade       |
|---------------------------------|-----------------------------|------------------|
| ADITIVOS                        |                             | padrão/100%      |
| Água purificada                 | Solvente                    | q.s.p            |
| Goma Xantana                    | Estabilizante e Espessante  | 0,15             |
| Codosil CMN (Ciclometicone)     | Surfactante                 | 3,5              |
| Silicato de Alumínio e Magnésio | Aglutinante e Estabilizante | 3,0              |
| Lanette N                       | Emulsificante               | 8,0              |
| Álcool cetosteárfico etoxilado  | Emulsificante               | 2,0              |
| Miristrato de isopropila        | Lubrificante e Emoliente    | 0,5              |
| Glicerina                       | Umectante                   | 4,0              |
| Metil parabeno                  | Conservante                 | 0,01             |
| Propil parabeno                 | Conservante                 | 0,01             |
| EDTA Dissódico                  | Agente Quelante             | 0,15             |
| BHT (Butil hidro tolueno)       | Antioxidante                | 0,01             |
| <b>ATIVOS</b>                   |                             |                  |
| Polpa de acerola                | Ativo                       | (0,5; 1,5 e 3,0) |
| Caulim (argila branca)          | Ativo                       | (0,5; 1,5 e 3,0) |
| Bentonita (argila verde)        | Ativo                       | (0,5; 1,5 e 3,0) |

#### 2.3.5.1. Etapas da preparação do creme facial contendo argilas e acerola como ativos

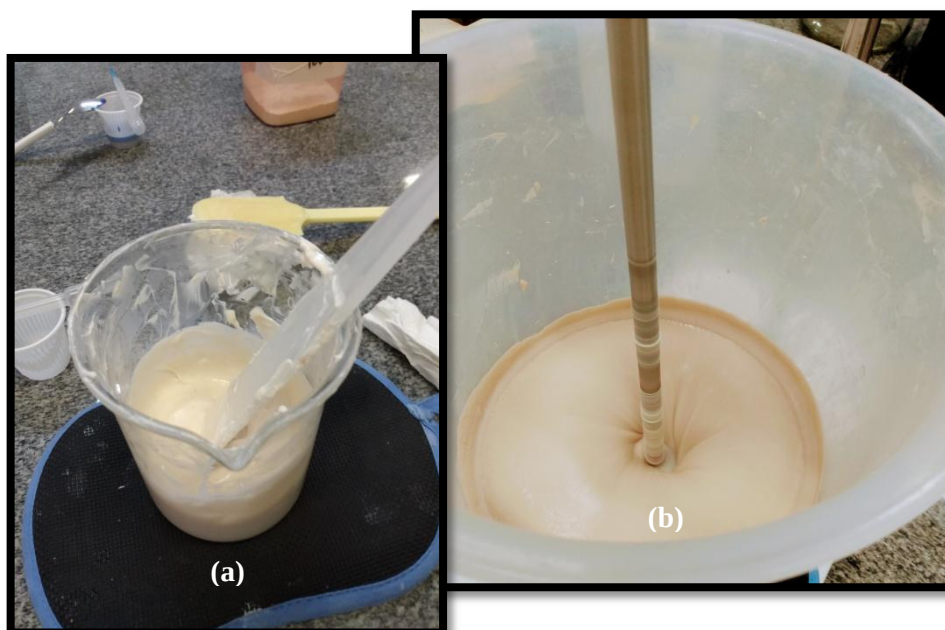
- ✓ **Primeira Fase** - Foi feito o aquecimento dos emulsificantes na temperatura de 80 °C até total dissolução;
- ✓ **Segunda Fase** - A água foi aquecida até a temperatura de 80 °C e acrescentado o agente quelante, o antioxidante e o espessante;

### CAPÍTULO 3

- ✓ **Terceira fase** - Misturou os emulsificantes com a segunda fase sobre agitação constante até formação total da emulsão (creme branco);
- ✓ **Quarta fase** - Foram acrescentados os emolientes, os conservantes, o estabilizante usando um misturador para a total homogeneização da formulação conforme a **Figura 9 (a)**, parte indispensável e necessária para dá forma base do creme com propriedades necessárias e exigidas pelas normas da ANVISA.
- ✓ **Quinta fase** - Foram adicionados os ativos (caulim (branca), bentonita (verde) e polpa de acerola) em diferentes concentrações até a total homogeneização de acordo com a **Figura 9 (b)**, os ativos são os elementos que atuam com funções específicas para trazer os benefícios desejados para produto creme.
- ✓ **Sexta fase** - A emulsão foi resfriada e o pH foi verificado e corrigido com hidróxido de sódio para ficar em torno de 5,0 próximo ao pH da pele.

A **Figura 9** mostra as etapas do desenvolvimento da formulação cosmética facial com e sem ativos.

**Figura 9:** Formulação do creme facial: (a) sem os ativos e (b) com as argilas e a polpa de acerola.



## CAPÍTULO 3

### 2.3.5.2. Análise microbiológica

Para a determinação da análise microbiológica dos ativos e do creme facial com 0,5% de ativos o procedimento foi baseado na contagem padrão de mesófilos aeróbios e na determinação de bolores e leveduras (Guia de Microbiologia, 2015). Os materiais usados na análise foram esterilizados na autoclave em uma temperatura de 121 °C por 1 hora e depois foram resfriados até a temperatura ambiente. Logo após, deu-se início ao teste microbiológico conforme descrito na **Tabela 7**. A **Figura 10** ilustra as etapas usadas nos testes microbiológicos.

**Tabela 7:** Teste microbiológico das argilas.

| Teste Microbiológico                  |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
|---------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Contagem padrão de mesofilos aeróbios | Foram realizadas diluições da amostra em tubos contendo água peptonada a 0,1%, em uma proporção de até 10 <sup>-5</sup> . Em seguida 1 g das amostras de argilas, do creme facial e 1 mL de polpa de acerola foram inoculadas em placas de petri com meio de cultura <i>Plate Count Agar</i> (PCA). Após a inoculação, as placas foram invertidas e incubadas a 35°C em estufa por 48 horas e os resultados expressos em (UFC/g).           |
| Bolores e Leveduras                   | Para a determinação de bolores e leveduras foram feitas diluições da amostra de maneira similar a contagem de mesofilos aeróbios. Depois 1 g das amostras de argilas, do creme facial e 1 mL de polpa de acerola foram inoculadas em placas de petri com meio de cultura <i>Potato Dextrose Agar</i> (PDA). Após a inoculação, as placas foram incubadas a temperatura ambiente (25°C) por 3 a 5 dias e os resultados expressos em (UFC/g). |

A determinação da unidade formadora de colônia (UFC) foi calculada de acordo com a **Equação 7**:

$$UFC = \frac{\text{Número de colônias na placa} \times \text{fator de diluição}}{\text{fator de correção do inóculo}} = \frac{UF}{g \text{ ou mL}} \quad (7)$$

## CAPÍTULO 3

**Figura 10:** Análise microbiológica aplicada à matéria-prima e ao produto final.



### 2.3.5.3. Análise de estabilidade

A formulação foi preparada com 0,5% de caulim (branca), bentonita (verde) e polpa de acerola e dividida na mesma proporção em quatro recipientes de vidro conforme a **Figura 11**.

**Figura 11:** Formulações do creme facial submetida ao teste de estabilidade.



As formulações da **Figura 11** foram submetidas ao teste de estabilidade acelerada durante 28 dias em diferentes condições de: temperatura ambiente, luz solar, estufa (50°C) e geladeira conforme os critérios da ANVISA (ANVISA, 2004). Em cada condição foram analisadas as propriedades organolépticas e as análises físico-químicas conforme a **Tabela 8** (ANVISA, 2012).

## CAPÍTULO 3

**Tabela 8:** Propriedades organolépticas e análises físico-químicas.

| Propriedades organolépticas                                                                                                                                                                       | Temperatura ambiente/Luz solar/Estufa/geladeira |        |         |        |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|--------|---------|--------|
|                                                                                                                                                                                                   | Inicial (T0)                                    | 7º Dia | 14º Dia | 28ºDia |
| Aspecto                                                                                                                                                                                           |                                                 |        |         |        |
| Cor                                                                                                                                                                                               |                                                 |        |         |        |
| Odor                                                                                                                                                                                              |                                                 |        |         |        |
| <b>Análises físico-químicas</b>                                                                                                                                                                   |                                                 |        |         |        |
| pH                                                                                                                                                                                                |                                                 |        |         |        |
| Centrifugação (análise de fase)                                                                                                                                                                   |                                                 | -      | -       | -      |
| Viscosidade (cp)                                                                                                                                                                                  |                                                 |        |         |        |
| Spindle                                                                                                                                                                                           |                                                 |        |         |        |
| Rotação (rpm)                                                                                                                                                                                     |                                                 |        |         |        |
| 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).                                                                                     |                                                 |        |         |        |

A submissão do creme a centrifugação foi realizado apenas no primeiro dia com velocidade de 2600 rpm por 30 min para verificar a ocorrência de separação de fases em centrífuga de Bancada da marca SP LABOR. A análise de viscosidade foi realizada no decorrer de 7, 14 e 28 dias em viscosímetro rotativo digital NDJ – 5S, os componentes *spindle* e rotação se referem aos parâmetros da medição, todos os procedimentos foram de acordo com trabalho de Guimarães, 2021. A **Figura 12** mostra a análise de viscosidade do creme facial. A análise de pH foi determinado usando pHmetro portátil, diretamente na amostra.

**Figura 12:** Análise de viscosidade do creme facial.



### 2.3.5.4. Análise de Reologia

## CAPÍTULO 3

De acordo com trabalho de Guimarães, 2021 os ensaios de reologia do creme contendo argilas e acerola foram efetuados usando o reômetro AR2000 EX da TA Instruments, através do sensor cone-placa C60, com as medidas da amostra executadas em sistema rotacional e oscilatório, mantidas a uma temperatura de 25°C. Uma pequena quantidade suficiente de amostra foi adicionado sobre uma placa 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<sup>-1</sup> 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 foram de 120 segundos para curva ascendente e 120 segundos para a curva descendente, com leituras realizadas a cada 4 segundos.

Foi aplicado o modelo de potência com limite de escoamento ou modelo de Herschel-Bulkely representado pela **Equação 8**.

$$\tau = \tau_0 + K(\dot{\gamma})^n \quad (8)$$

Onde,

$\tau$  = tensão de cisalhamento (Pa);

$\tau_0$  = tensão de cisalhamento inicial (Pa);

$K$  = coeficiente de consistência;

$\dot{\gamma}$  = taxa de cisalhamento (s<sup>-1</sup>);

$n$  = índice de comportamento do fluido (adimensional).

### 2.3.5.5. Análise sensorial

#### ✓ Recrutamento de voluntários

O projeto foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CEP), localizado no Centro de Ciências Médicas (CCM), na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), com Certificado de Apresentação de Apreciação Ética (CAAE) de número 679798.9.0000.5188. Foram recrutados 11 voluntários maiores de 18 com disponibilidade de ir ao laboratório quatro vezes a cada hora no primeiro dia, a seleção foi feita mediante o preenchimento de

### CAPÍTULO 3

formulário de análise sensorial na plataforma *google chrome* como está apresentado no **APÊNDICE A**. Antes da aplicação do produto, os voluntários assinaram o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE), como está mostrado no **ANEXO A**, norteado pela Resolução nº 466, de 12 de dezembro de 2012, do Conselho Nacional de Saúde (CNS), que incide num documento que autoriza a participação do (a) voluntário (a) na pesquisa, informando os objetivos, finalidades, possíveis riscos e/ou incômodos que por acaso apareçam durante a realização do teste.

#### ✓ Aplicação do produto

Inicialmente, foi realizado um teste alérgico com o creme facial contendo argilas e polpa de acerola. Foi aplicada uma pequena quantidade do produto na região do dorso das mãos e esperado em torno de meia hora para avaliar as possíveis irritações e incômodos na pele, caso ocorresse irritação o participante não poderia participar do estudo.

Foram entregues aos participantes amostras do produto sem ativos e com diferentes quantidades de caulim (branca), bentonita (verde) e polpa de acerola distribuída igualmente em cada formulação (0,5%; 1,5% e 3,0%), os participantes receberam o produto sem conhecimento das concentrações. As distribuições das amostras e aplicação ocorreram da seguinte maneira:

Dois participantes receberam a formulação 0 (sem ativos), três participantes receberam a formulação 1 (0,5%), três participantes receberam a formulação 2 (1,5%) e três participante receberam a formulação 3 (3,0 %). Antes da aplicação do produto foi feita uma análise da pele, o lado do rosto que apresentou mais oleosidade, menos elasticidade, menos hidratação, entre outros fatores, foi o lado o qual o produto foi aplicado, a cada 1 hora o voluntário voltava ao laboratório e eram realizadas novas análises da pele do lado com e sem produto até completar 4 horas de teste, com intuito de avaliar e observar o efeito do produto e comparar o desempenho das diferentes concentrações, com a formulação sem ativos, com lado da pele sem creme e entre as concentrações no período de quatro horas.

#### ✓ Teste de aceitação e atitude de compra

Os participantes receberam o teste de aceitação (**ANEXO B**) para avaliar os atributos do produto durante o tempo de uso. Para esse teste foi aplicada a escala hedônica

## CAPÍTULO 3

estruturada de 9 pontos do qual foram julgados os atributos de espalhabilidade, aceitação geral, oleosidade, aparência, maciez, entre outros, variando da extremidade gostei muitíssimo (nota igual a 9) e desgostei muitíssimo (nota igual a 1), com nota mediana nem gostei, nem desgostei igual a 5. Para o teste de atitude e compra (**ANEXO B**) foi usada a escala hedônica estrutura de 5 pontos, variando da nota 5 compraria e nota 1 não compraria (Esteves, 2014).

A partir das respostas do teste de aceitação e atitude de compra foi analisado o índice de aceitabilidade (IA) considerando 100% a maior nota obtida na avaliação global do produto e adotando como critério para a classificação satisfatória o índice de aceitação igual ou superior a 70%. O índice de aceitabilidade foi determinado de acordo com a **Equação 9**:

$$IA = \frac{A \times 100}{B} \quad (9)$$

Onde,

A - Nota média obtida

B - Nota máxima dada ao produto.

Na **Figura 13** estão representadas as amostras que foram entregue e usadas nos voluntários.

**Figura 13:** Amostras do creme facial.

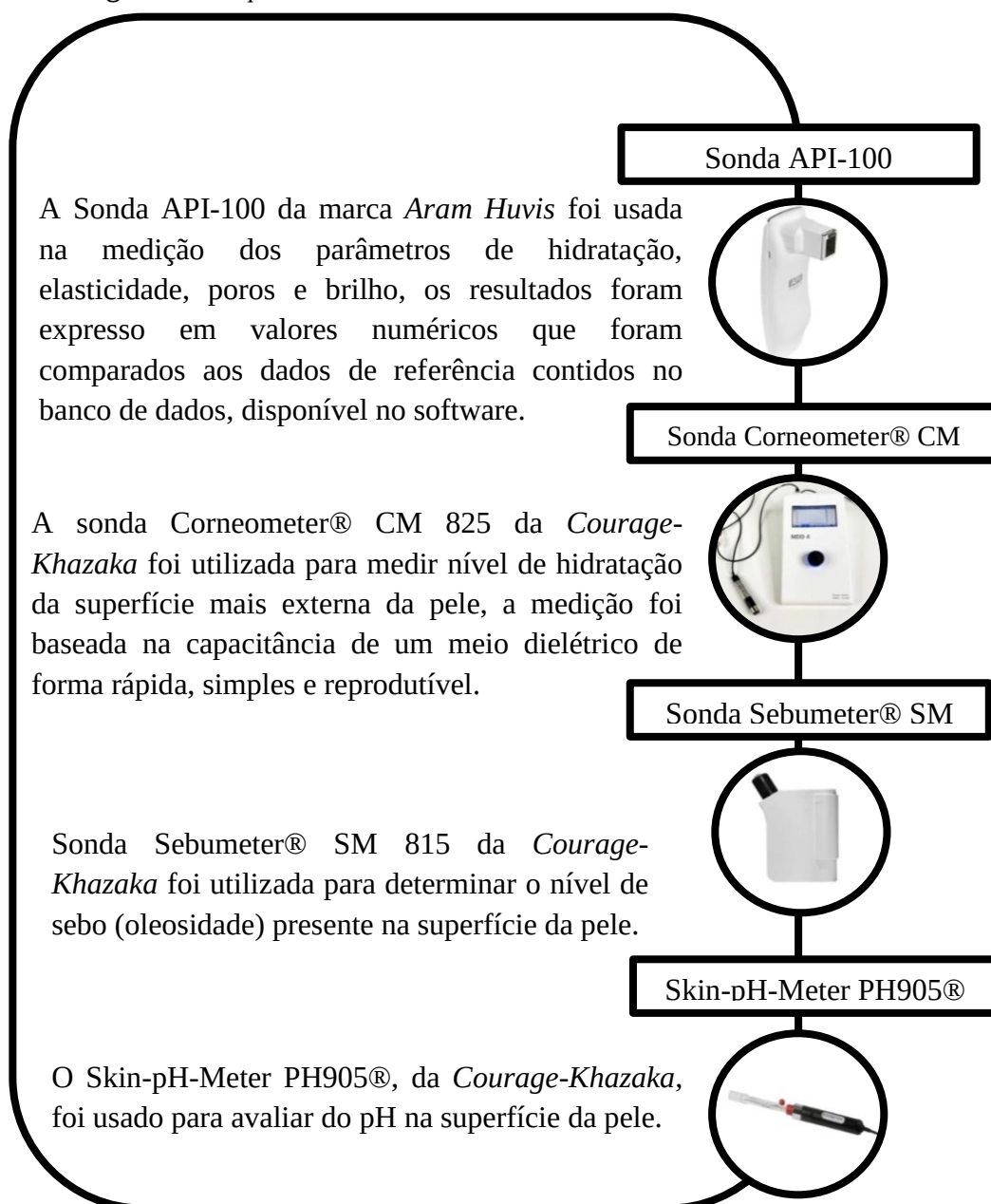


### 2.3.5.6. Avaliação da pele dos voluntários através do uso de sondas

Foram utilizadas sondas para avaliar a pele dos voluntários em relação ao nível de hidratação no estrato córneo, hidratação, elasticidade, pH, oleosidade (sebumeter), brilho (glossmeter) e poros com o intuito de analisar o efeito dos ativos (caulim (branca), bentonita (verde) e polpa de acerola) em relação aos itens citados. A **Figura 14** esquematiza a funcionalidade e ilustra as sondas usadas na avaliação dos parâmetros citados acima.

## CAPÍTULO 3

**Figura 14:** Esquema ilustrado das sondas usadas no teste sensorial.



✓ Regiões da face analisada pelas diferentes sondas

No decorrer das às análises da superfície da pele dos participantes, o sensor foi direcionado no lado esquerdo ou direito de acordo com os parâmetros que foram avaliados e do programa executado durante os testes. A região da face avaliada durante os ensaios estão representa na **Figura 15**.

## CAPÍTULO 3

**Figura 15:** Pontos do rosto onde ocorreram as medições dos parâmetros.



A representação da **Figura 15** mostra o ponto de atuação das sondas de acordo os parâmetros analisados:

.

**Região vermelha:** Foram avaliados os níveis de hidratação, elasticidade, poros e brilho da pele através da sonda API-100; o nível de oleosidade da pele usando a sonda Sebumeter® SM815 e o pH da pela sonda Skin-pH-Meter PH905®

### 3.3.6. Análise Estatística

Para a análise dos dados obtidos na pesquisa 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 ( $p \leq 0,05$ ) nos teste realizados nos participantes da pesqui

## CAPÍTULO 4

### 4. RESULTADOS

#### 4.1. CARATERIZAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS

As análises físico-químicas são importantes no conhecimento prévio das propriedades dos materiais para facilitar a sua inserção no desenvolvimento da formulação cosmética.

##### 4.1.1. Caraterizações físico-químicas das argilas

Os resultados médios e os desvios padrões das caracterizações físico-químicas das argilas caulim e bentonita estão demonstrados na **Tabela 9**:

**Tabela 9:** Ensaios físico-químicos de argilas caulim (branca) e bentonita (verde).

| Ensaios                                    | Caulim       | Bentonita    |
|--------------------------------------------|--------------|--------------|
| Potencial hidrogeniônico (pH)              | 7,09 ± 0,09  | 8,11 ± 0,05  |
| Teor de umidade (%)                        | 1,26 ± 0,55  | 4,53 ± 0,98  |
| Densidade Livre (g.mL <sup>-1</sup> )      | 0,26 ± 0,02  | 0,48 ± 0,05  |
| Densidade Compactada (g.mL <sup>-1</sup> ) | 0,50 ± 0,00  | 0,78 ± 0,05  |
| Densidade Partícula (g.mL <sup>-1</sup> )  | 1,57±0,32    | 1,15 ± 0,22  |
| Porosidade (%)                             | 66,89±6,67   | 29,68 ± 6,60 |
| Ângulo de repouso (°)                      | 58,52 ± 1,76 | 56,99 ± 2,20 |

##### 4.1.1.1. pH

Para Chaves et al. (2004); Almeida, Franco, Tavares (2015); Zenebon, Pascuet e Tiglea (2008), o pH é uma medida que pode ser feita para determinar as suas características, é um indicativo que mostra muito mais do que medidas de acidez ou basicidade. O valor do pH dos argilominerais determina a disponibilidade dos minerais contidos ou adicionados. Os minerais promovem a troca de íons que acontecem na estrutura cristalina das argilas, influenciando abertamente nas características físico-químicas, alterando a plasticidade delas.

Segundo a ANVISA (2004) o pH é a medida que influência a estabilidade, eficácia e segurança do produto ao ser inserido em formulação cosmética, afetando no resultado final do cosmético, que tem que ter pH próximo ao cutâneo, em torno de 5.

## CAPÍTULO 4

As argilas apresentaram resultados acima do pH da pele como mostrado na **Tabela 9**, porém o resultado de pH das argilas não influenciou o pH do cosmético, devido a baixa concentração que foi adicionado na formulação.

### 4.1.1.2. *Teor de umidade*

Segundo Tontul e Topuz (2017) produtos com teor de umidade inferior a 5% são classificados como microbiologicamente mais seguros.

De acordo com Santana (2005) e Silva et al. (2017), o teor de umidade determina a estabilidade, a qualidade e constituição do material que são características de interesse que influência o desenvolvimento de outros produtos e também pode modificar as propriedades reológicas. O envelhecimento e a qualidade da ativação dependem da umidade presente no argilomineral. É expresso pela quantidade de água que está distribuída ao longo do produto.

Verifica-se que o caulim (branca) e a bentonita (verde) na **Tabela 9** possui baixo teor de umidade. As duas argilas foram seguras em relação a essa propriedade ao ser inserida no creme facial.

### 4.1.1.3. *Densidades*

De acordo com Campos (2012); Lima (2013); Santana (2005); Zenebon, Pascuet e Tiglea (2008), A densidade é uma propriedade física de grande importância na qualidade e distribuição do tamanho das partículas, na determinação indireta da porosidade e morfologia das amostras e está diretamente relacionado à facilidade de reconstituição e fluidez. A densidade livre é definida como a razão da massa do material dividida pelo seu volume total, composto por partículas e espaços vazios. A densidade compactada procede quando material é contido a compactação forçada através de batidas até obtenção de um volume constante e preenchimentos dos espaços vazios. A densidade de partícula apresenta resultados precisos, e sua obtenção é através do uso de picnômetro, o qual apresenta resultados sucintos, são equipamentos graduados que permite a pesagem de volume de líquidos a uma determinada temperatura, usa-se geralmente água como referência para medição da densidade, onde é feita uma relação dos pesos e volumes para obtenção do resultado.

Caparino et al (2012) discutiu que a densidade está relacionada a porosidade, quanto menor a densidade, maior a porosidade e maior o tamanho das partículas. Quanto

## CAPÍTULO 4

maior a densidade menor o número de vazios entre as partículas o que resulta em um produto com mais estabilidade e consequentemente mais seguro.

Verifica-se na **Tabela 9** que a bentonita (verde) tem maiores valores de densidade livre e compactada, portanto mais estabilidade e fluidez ao ser inserido no cosmético do que o caulim (branca).

### 4.1.1.4. Porosidade

De acordo com Cessa et al. (2009) e Santana et al. (2012), a porosidade de material argiloso é útil na reidratação, degradação e compreensão dos parâmetros físico-químicos que estão relacionados com a área superficial específica das partículas sólidas, dispersão e no efeito nas propriedades mecânicas, quando aplicado no desenvolvimento de formulações de outros produtos.

Segundo Franco et al. (2016) e Islam et al. (2017) quanto menor a porosidade, maior a densidade e menor a degradação, pois apresenta menor número de vazios entre as partículas, implicando numa menor quantidade de oxigênio, resultando em um material com melhores propriedades de reidratação e estabilidade.

Observa-se na **Tabela 9** que a bentonita (verde) possui menor valor de porosidade que está correlacionado com os maiores valores da sua densidade, portanto a bentonita (verde) apresentou melhores propriedades de dispersão e menor degradação do que o caulim (branca).

### 4.1.1.5. Ângulo de escoamento

De acordo com Al-Hashemi e Al-Amoudi (2018); Campos (2012); Medeiros et al. (2001), Medeiros, Lannes (2010) e Nunes et al. (2014), o ângulo de escoamento é influenciado pelo teor de umidade, pelo tamanho, forma e orientação das partículas e serve para conhecer as propriedades de dispersão do material antes de desenvolver outro produto, pois que apresentam menor ângulo de repouso apresentam partículas mais esféricas, grandes e com maior dispersão.

Segundo Gomes, Figueirêdo e Queiroz (2002) o ângulo de repouso é afetado quando o pó tende absorver rapidamente umidade do ambiente provocando maior

## CAPÍTULO 4

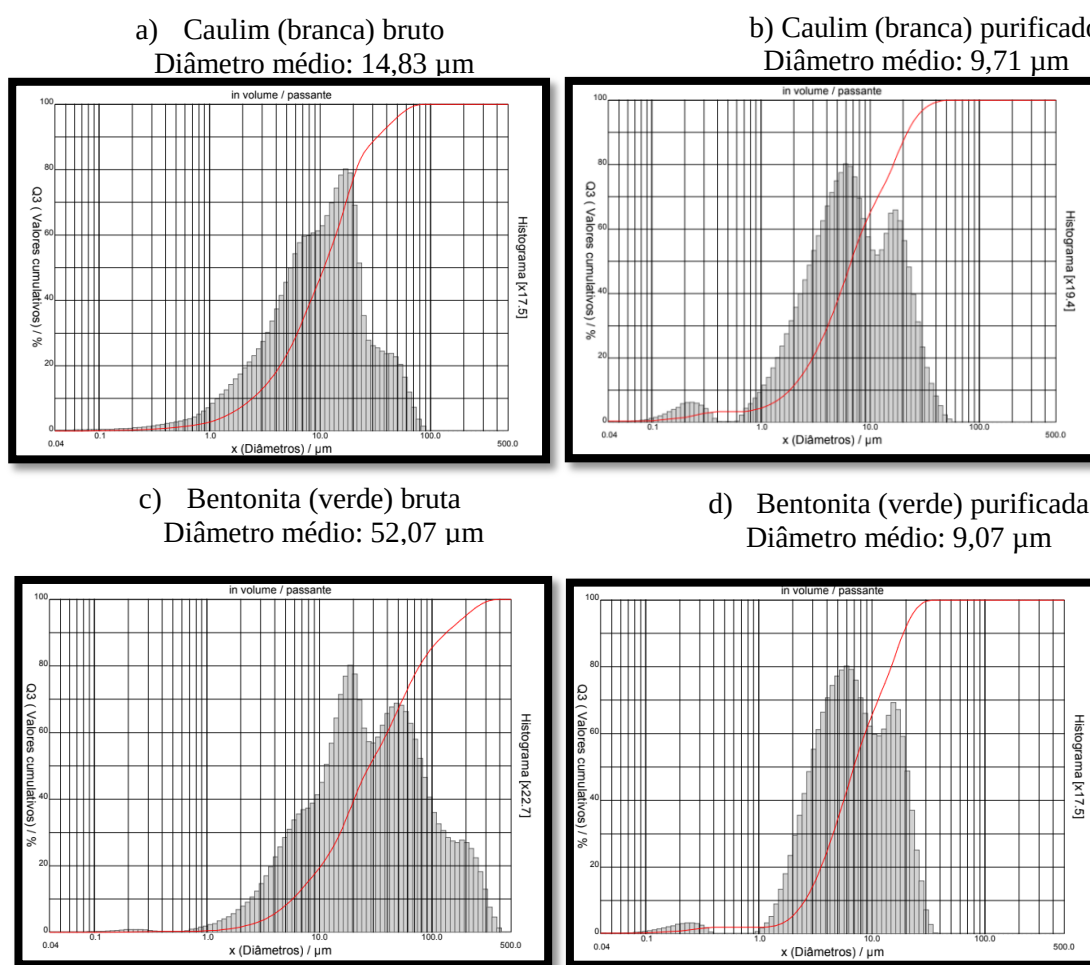
degradação das suas partículas o que reflete em um material com menores valores de densidade e aumentando o ângulo de repouso, influenciando na reidratação do material.

A bentonita (verde) apresentou menor valor de ângulo, maiores valores de densidade e menor porosidade condicente com literatura, reafirmando que a bentonita (verde) é mais fácil de dispensar dentro do cosmético do que caulim (branca).

### 4.1.1.6. Granulometria

A **O Gráfico 1** representa a análise de granulometria para caulim (branca) e bentonita (verde) no estado bruto e processado.

**Gráfico 1:** Distribuição da granulometria do caulim (branca) e da bentonita (verde) no estado bruto e purificado.



Segundo Braga (2007), Tontul e Topuz (2017), quando as partículas são menores, a área da sua superfície exposta às condições ambientais se tornam maiores, fazendo com que

## CAPÍTULO 4

aumente a degradação do material. Em geral, pós secos com tamanho de partícula pequeno possui propriedades de manuseio e reconstituição inferiores. Segundo Daneluze (2018) a definição da granulometria de uma matéria prima é muito importante para o desenvolvimento de formulações, pois os tamanhos das suas partículas definem seu uso. Produtos com granulometria mais fina tendem a ser mais suaves e adesivos, enquanto os com partículas maiores são utilizados para ação esfoliante.

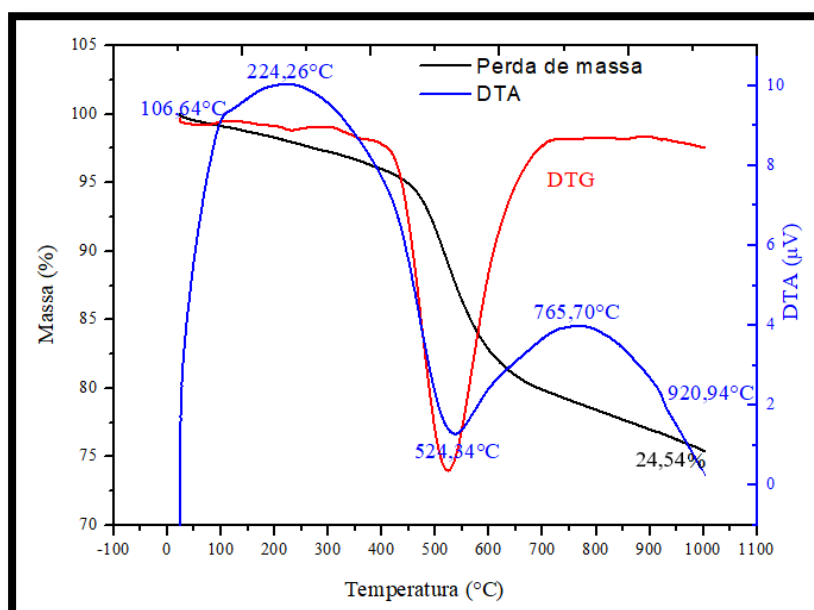
Verifica-se no **Gráfico 1** que após a secagem a bentonita (verde) e o caulim (branca) tiveram distribuição das partículas próximas, as duas argilas tem granulometria bem pequena depois da purificação sendo enquadrada como melhor material de adesão.

De acordo com a **Gráfico 1** o caulim (branca) e a bentonita (verde) bruta e purificada apresentaram comportamento polimodal com três ou mais picos distintos. Verifica-se que o caulim (branca) teve uma diminuição de 34,52% da granulometria após processo de secagem e a bentonita (verde) teve uma diminuição de 82,58%, após a secagem, verifica que a etapa de secagem teve maior efeito na redução das partículas da bentonita (verde) e teve efeito pequeno nas partículas de caulim (branca).

### 4.1.1.7. *Análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (DTA)*

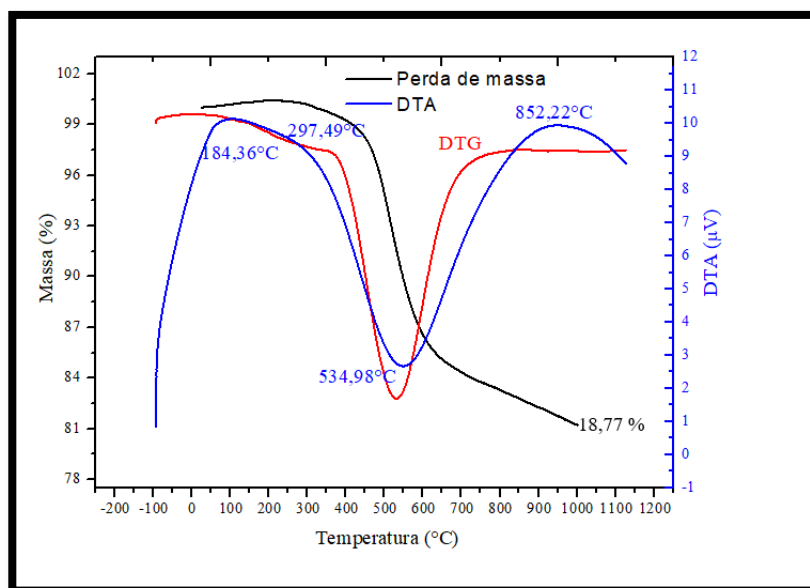
No **Gráfico 2 e 3** encontram-se as análises de TG e DTA para o caulim (branca) no estado bruto e purificado.

**Gráfico 2:** TG e DTA do caulim (branca) bruto.



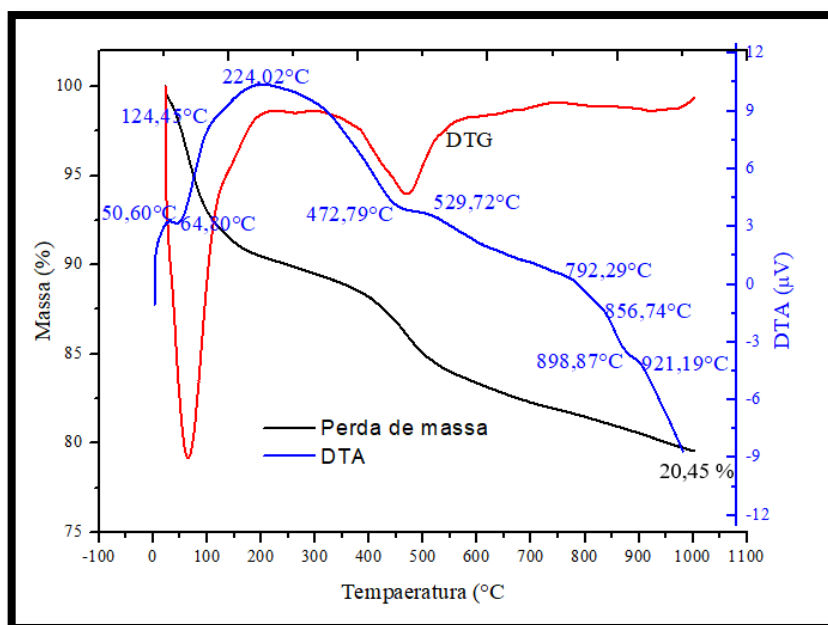
## CAPÍTULO 4

**Gráfico 3:** TG e DTA do caulim (branca) Purificado.



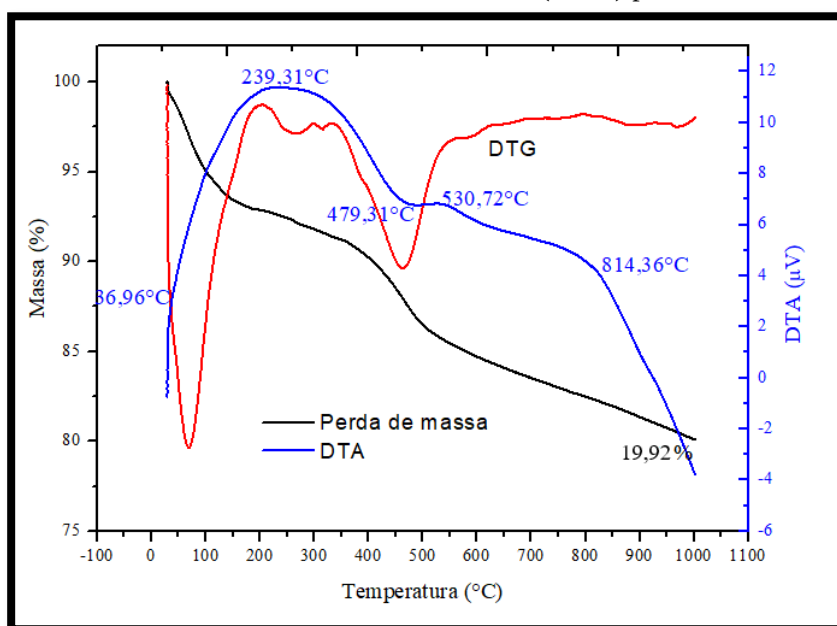
No **Gráfico 4 e 5** estão apresentados as análises de TG e DTA para bentonita (verde) bruta e purificada.

**Gráfico 4:** TG e DTA da bentonita (verde) bruta.



## CAPÍTULO 4

**Gráfico 5:** TG e DTA da bentonita (verde) purificada.



Para Machado (2008); Rodrigues, Marchetto (2024); Silveira, Silva e Galhiane, (2020), a análise termogravimétrica demonstra através de picos as perdas de massa, seja na forma de água ou na forma de material orgânico do material argiloso. Avaliando dessa forma as características do material antes de ser introduzido na constituição de outros produtos. Termogravimetria é um método onde a variação de massa de um material é medido em relação a uma temperatura controlada, onde ocorre a representação gráfica usualmente em percentual de massa em relação as mudanças na temperatura da amostra e sua derivada, as curvas da derivada aperfeiçoam a resolução, tornando a comparação a outros gráficos mais fácil.

Machado (2008); Rodrigo e Mrchetto (2024), DTA é uma técnica na qual acontece a medida da temperatura em analogia a diferença de temperatura a uma programação controlada de uma substância e um material de referência. Esse processo pode ser tomado com base a análise de um programa de aquecimento. A amostra e o material de referência são submetidos à mesma programação de aquecimento monitorada pelos sensores de temperatura, termopares. A referência pode ser alumina em pó ou uma cápsula vazia. a curva de DTA tem a temperatura ou tempo no eixo x, e a micro voltagem no eixo y, a sua finalidade é detectar a temperatura inicial de eventos endotérmicos e exotérmicos, reversível ou irreversível, transição de primeira ou segunda ordem, todas essas informações torna esse método valioso na detrminação do seu diagrama e no seu uso para desenvolver outros materiais, existem várias aplicações, entre quais estão o grau de cristalinidade, cátaleses, nucleação, entre outros.

## CAPÍTULO 4

Os resultados nos **Gráficos 2 e 3** das curvas de TG e DTA entre as amostras de caulim (branca) bruto e purificado mostraram comportamento similares. É possível analisar nos **Gráficos 2 e 3** picos endotérmicos localizados a 524,34°C para a amostra de caulim (branca) bruto e 534,98°C para a amostra caulim (branca) purificado, relacionados a desidroxilação. A curva termogravimétrica da argila caulim (branca) mostra que houve perda total de massa em 24,54% para a amostra do caulim (branca) bruto e 18,77% para o caulim (branca) purificado. As perdas particulares referentes a desidroxilação correspondem a aproximadamente 14%, indicando se tratarem de materiais com alta pureza.

Os **gráficos 4 e 5** de TG e DTA apresentam comportamentos parecidos para a bentonita (verde) bruta e purificada, abaixo de 100°C perda de água livre de 9% e 7,5% respectivamente indicadas por eventos endotérmicos, picos exotérmicos entre 100°C e 350°C indicando eliminação de matéria orgânica, entre 400°C e 550°C os picos endotérmicos indicam a desidroxilação, e por volta de 820°C a 900°C temos a destruição do retículo cristalino. A curva termogravimétrica da argila bentonita (verde) mostra que houve perda total de massa em 20,45% para a amostra da bentonita (verde) bruta e 19,92% para a bentonita (verde) purificada.

A análise de DTA determinou a diferença de temperatura das amostras de argilas em relação a uma referencial inerte do qual revelou eventos térmicos de reações endotérmicas relacionados a remoção do grupo hidroxila para as duas argilas brutas e purificadas e perda de água para a argila bentonita (verde) bruta e purificada e reações exotérmicas relacionado a perda da matéria orgânica para a bentonita (verde) purificada e bruta e a destruição do seu retículo cristalino. Verifica-se pela TG que a bentonita bruta e purificada apresentou em comum com caulim (branca) bruto e purificado a remoção dos grupos hidroxila ocorrido em temperaturas próximas.

### 4.1.1.8. Florescência de raios X (FRX)

Na **Tabela 10** encontram-se os resultados de FRX para o caulim (branca) bruto e purificado e na **Tabela 11**, os resultados referentes à bentonita (verde) bruta e purificada.

## CAPÍTULO 4

**Tabela 10:** Percentual de Oxido de caulim (branca).

| Caulim bruto                   |       | Caulim purificado              |       |
|--------------------------------|-------|--------------------------------|-------|
| Óxidos                         | (%)   | Óxidos                         | (%)   |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 39,65 | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 40,96 |
| SiO <sub>2</sub>               | 36,29 | SiO <sub>2</sub>               | 36,13 |
| K <sub>2</sub> O               | 0,25  | MgO                            | 1,60  |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0,14  | K <sub>2</sub> O               | 0,23  |
| Outros óxidos                  | 0,11  | Outros óxidos                  | 0,13  |
| Perda ao fogo (%)              | 23,54 | Perda ao fogo (%)              | 20,77 |

**Tabela 11:** Percentual de Oxido bentonita (verde)

| Bentonita bruta                |       | Bentonita purificada           |       |
|--------------------------------|-------|--------------------------------|-------|
| Óxidos                         | (%)   | Óxidos                         | (%)   |
| SiO <sub>2</sub>               | 48,46 | SiO <sub>2</sub>               | 47,07 |
| AlO <sub>2</sub>               | 26,56 | AlO <sub>2</sub>               | 25,87 |
| MgO                            | 6,11  | MgO                            | 6,05  |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 5,90  | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 5,54  |
| CaO                            | 0,80  | CaO                            | 0,84  |
| K <sub>2</sub> O               | 0,79  | K <sub>2</sub> O               | 0,82  |
| TiO <sub>2</sub>               | 0,79  | TiO <sub>2</sub>               | 0,78  |
| Outros óxidos                  | 0,01  | Outros óxidos                  | 0,16  |
| Perda ao fogo (%)              | 10,45 | Perda ao fogo (%)              | 12,92 |

Na **Tabela 10 e 11** do caulim (branca) e bentonita (verde) bruta e purificada se observa a predominância dos óxidos de alumínio e silício. Observa-se na **Tabela 10** um aumento de 3,20% do óxido de alumínio e redução de 0,44% do óxido de silício do processo bruto para o purificado. Na **Tabela 11** verifica-se uma redução do óxido de silício de 2,86% e de 2,60% do processo bruto para o purificado, os demais óxidos tiveram pequenas porcentagens nas **Tabelas 10 e 11**.

Para Leng (2008); Santos et al. (2013); Silveira, Silva e Galhiane (2020) a análise de fluorescência de Raios-X, é usada na caracterização de materiais argilosos para indicar na forma de óxidos a composição química do material, determinando e conhecendo a sua composição que define os benefícios desse material para seu uso em desenvolvimento de outros. Baseando na medição da intensidade dos Raios -X específicos emitidos pelos elementos que fazem parte do material em análise, através da irradiação de elétrons, prótons, Raios-X ou gama, excitado por partículas produzidas por ondas eletromagnéticas. A técnica de FRX é bem usada na comunidade científica, por sua facilidade em caracterizar elementos químicos de forma rápida, sem destruir a matriz, com baixo custo e nenhum preparo da amostra, com diversas aplicações na área da química, medicina, geologia, biologia, arqueologia, entre outras.

## CAPÍTULO 4

Os óxidos presentes nas argilas são compostos químicos formados pela composição do oxigênio com outros elementos, a presença e a quantidade de diferentes óxidos, é determinante para as suas propriedades e aplicações, entre elas a sua utilização na estética, a presença de óxido de ferro como foi visto nas **Tabelas 10 e 11** influencia significativamente na cor final das argilas, as suas propriedades terapêuticas na cosmetologia é determinada pela sua cor. Rico et al. (2024), Toyoki e Oliveira (2015), Truppel, Marafon e Valente (2020) relataram que o caulim (argila branca) é cicatrizante, hidratante, tem importante função no estímulo da produção de colágeno e elastina, tem ótimos efeitos em suavizar rugas e linhas de expressão, e a bentonita (argila verde) é muito indicada para regulação da oleosidade e acne, principalmente na estética facial, além de atuar como características absorventes, emolientes, antissépticas, bactericidas, analgésicas, cicatrizante, purificante, redução dos poros e hidratante.

A predominância dos óxidos de alumínio e silício nas amostras das argilas caulim (branca) e bentonita (verde) e outros elementos também foram encontradas no trabalho de Kumar e Lingfa (2020) em Argila de bentonita de sódio e caulim: estudo comparativo de FT-IR, FRX e DRX demonstraram que as principais quantidades de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  estão presentes em ambas as argilas caulim e bentonita.

### 4.1.2. Caracterizações físico-químicas da polpa de acerola

Os resultados das caracterizações físico-químicas da polpa de acerola estão representados por médias e desvios padrões na **Tabela 12**.

**Tabela 12:** Ensaios físico-químicos de polpa de acerola.

| Ensaios               | Polpa de acerola |
|-----------------------|------------------|
| pH                    | 3,15±0,02        |
| Vitamina C (mg/100 g) | 3025,60±0,00     |

Analizamos na **Tabela 12** que o pH da acerola é ácido, o qual pode ter influenciado o pH final da formulação que foi ácido, pH este que também é determinado pelo pH dos aditivos, necessitando de ajuste no final.

Verifica-se **Tabela 12** alto teor de vitamina C na polpa da acerola, em torno de 3025,60 mg/100 g. A acerola possui alto teor de vitamina C variando de 3 a 46 g  $\text{kg}^{-1}$  de polpa, com teor dessa vitamina 80 vezes maior quando comparado com a laranja e o limão (Ferreira et al., 2021). Segundo Regina et al. (2020) a vitamina C é um potente antioxidante

## CAPÍTULO 4

que reage fortemente com os diversos radicais livres. Sua aplicação em produtos cosméticos possibilita níveis que não seriam possíveis alcançar com a ingestão de frutas ou suplementação oral. De acordo com Mangela e Martins (2021) à medida que os indivíduos envelhecem, a pele perde uma de suas grandes propriedades, a elasticidade, associado a isto, também ocorre perda de colágeno e reduz a hidratação, tornando-se seca por menor capacidade funcional das glândulas sudoríparas e sebáceas. Os antioxidantes tópicos empregados nos cosméticos são absorvidos pela pele e liberados para o tecido na forma ativa, mostrando bastante eficácia contra o envelhecimento celular.

O suco concentrado de acerola apresentou teor de vitamina C de 3025,60 mg/100g. De acordo com os padrões de identidade e qualidade para a polpa de acerola, o valor mínimo de teor de ácido ascórbico é de 800 mg/100g. (Brasil, 2016). Portanto o resultado ficou dentro dos padrões estabelecido pela legislação.

Delva e Schneider (2013) na produção, manejo pós-colheita, nutrição e atividade biológica de acerola, indicaram que o conteúdo de vitamina C da acerola pode variar de 695 a 4827 mg/100g de fruta. Freitas et al. (2006) na produção, composição, aspectos nutricionais e produtos de acerola, observaram uma grande variação do conteúdo de vitamina C, de 779 a 3094,43 mg/100g de polpa

### 4.2. ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

#### 4.2.1. Argila caulim (branca) e bentonita (verde) e polpa de acerola

##### 4.2.1.1. *Caulim (branca) e bentonita (verde)*

As argilas caulim (branca) e bentonita (verde) não apresentaram crescimento de colônias de bactéria e fungos, esse resultado já era esperado, pois as mesmas foram submetidas ao processo de secagem a uma temperatura de 155 °C e apresentaram caracterizações físico-químicas de umidade com boa estabilidade, inibindo o crescimento microbiano, mostrando um material seguro para ser introduzido como ativo no cosmético facial. Verifica-se que outros trabalhos como descrito abaixo realizaram teste microbiológico em argilas para sua utilização em produtos cosméticos, enfatizando a importância e segurança que esta análise trás para as matérias primas usadas nas formulações:

## CAPÍTULO 4

O resultado ficou de acordo com o trabalho de Nakosi e Thembane (2024) nas características físicas, químicas e biológicas das argilas de Durban (África do Sul) para aplicações em cosméticos submeteram as amostras de argilas às culturas microbianas de espécies Gram-positivas, Gram-negativas e fúngicas indicando que as argilas não exibiram quaisquer atividades antimicrobianas. O resultado não ficou de acordo com trabalho de Favero et al. (2016) na Caracterização física e química e método para a descontaminação de argilas para aplicação em cosméticos, realizou ensaio microbiológico apresentando resultado em não conformidade com a contagem de bactérias. Verifica nesse artigo que a argila apresentou contaminação, do qual poderá apresentar risco ao produto e consequente ao consumidor, mostrando o tipo de resultado não desejado.

### 4.2.1.2. *Polpa de acerola*

A polpa de acerola apresentou resultados de PCA e PDA livre de contaminantes, não apresentando crescimento de colônias de bactérias e fungos no meio de cultivo, tornando-o seguro para ser usado como ativo na formulação, esse resultado positivo pode está associado às etapas de higienização durante o preparo da polpa e principalmente do conservante sorbato de potássio que tem efeito microbiano, inibindo o crescimento de microrganismo, tornando um material seguro como as argilas para ser introduzido na formulação cosmética. Segundo Ahmed et al. (2013) e Rebonatto et al. (2018) o sorbato de potássio é um conservante químico baseado em ácido orgânico que evita o crescimento de bolores e leveduras e também atuam contra vários tipos de bactérias, sendo muito utilizado nas indústrias, seu crescente uso no setor industrial se deve à simplicidade, rapidez, eficiência, baixo custo e a capacidade de garantir a qualidade da vida de prateleira e tornando os materiais seguros e sem contaminação.

### 4.2.2. **Creme facial argilas com acerola**

Os resultados obtidos no ensaio da amostra de creme argilas com acerola com 0,5% de ativos não mostrou crescimento de colônia de fungos e apresentou  $1,0 \times 10^2$  UFC/g para o crescimento bacteriano. Para Costa et al. (2023) e a ANVISA (2019) a contaminação dos produtos cosméticos causa alterações nas características sensoriais, físicas e químicas, degradação de componentes da formulação e alteração na aparência do produto, tornando-os impróprios para o uso e levando ao risco de infecção do consumidor, dependendo do tipo de

## CAPÍTULO 4

microrganismo presente e da via de administração. Assim, produtos de uso oral e tópico (cápsulas, comprimidos, suspensões, cremes, adesivos, etc.) que não têm como requerimento serem estéreis devem estar sujeitos ao controle de contaminação microbiana. Segundo Firmino et al (2011) a fonte de contaminação microbiológica de produtos são diversas e todo o processo, matéria-prima e material de embalagem envolvidos na produção podem representar um risco de contaminação. No entanto, a atenção especial deve ser conferida ao sistema de purificação da água e aos processos que envolvam sua utilização. As matérias primas empregada na formulação cosmética quase nunca são estéreis, a presença de microrganismos é permitida desde que dentro de limites específicos. De acordo com a Resolução 481 de 23 de setembro de 1999 (Ministério da saúde..., 1999) para controle microbiológico de produtos de higiene pessoal, cosmético e perfume, o critério de aceitação para contagem de bactérias e fungos é no máximo  $5 \times 10^3$  UFC/g ou mL. Segundo a resolução o resultado é considerado satisfatório, pois a amostra apresentou carga microbiana inferior ao limite expresso pela especificação, ou seja, é um produto seguro para ser testado, pois a taxa de contaminação é segura, porém mostra que de fato o produto não é estéril, mas não trás alterações nas características físicas e químicas do produto e não afeta a saúde do avaliador.

### 4.3. ANÁLISE DE ESTABILIDADE

As análises de instabilidade foram realizadas apenas para única formulação com 0,5% de ativos.

#### 4.3.1. Centrifugação

O resultado mostrou que não houve separação de fases, que a amostra se manteve homogeneia quando submetida ao estresse físico rotacional, ou seja, um produto estável dentro das conformidades exigidas para ser testado na pele. De acordo com Rosário et al. (2021) a separação de fases pode ocorrer por instabilidade da formulação e incompatibilidade ou quantidade insuficiente dos reagentes ou até mesmo da evaporação da água. Para Firmino et al. (2011) o teste de centrifugação permite a analisar a estabilidade física de cremes, caso essa estabilidade não seja boa, ocorrerá a separação dos componentes.

## CAPÍTULO 4

Segundo a ANVISA (2004) a emulsão deve apresentar-se estável e qualquer sinal de instabilidade indica a necessidade de reformulação.

### 4.3.2. Propriedades organolépticas

De acordo com a **Tabela 13** as propriedades organolépticas de cor, odor e aspecto do creme facial permaneceram inalterados nas diferentes condições durante os 28 dias, apresentando aspecto normal, sem alterações. Mostrando que o produto manteve-se estável e de acordo com os padrões de exigência da ANVISA (2004) para a testagem na pele e aceitação do produto. Segundo Rosário et al. (2021) as propriedades organolépticas de um cosmético são importantes porque podem ajudar a detectar instabilidades nas formulações, determinando os parâmetros de aceitação do produto pelo consumidor, atuando na segurança das possíveis mudanças que possam ocorrer para que não seja detectadas e perceptíveis pelos sentidos e altere qualquer perda de benefício ou segurança do produto.

O trabalho ficou de acordo com os resultados de Baby et al. (2008) na estabilidade e estudo de penetração cutânea *in vitro* da rotina veiculada em uma emulsão cosmética através de um modelo de bio membrana alternativo do qual estudaram a estabilidade acelerada da sua emulsão em diferentes condições de armazenamento e temperaturas, apresentando resultado quimicamente estável. Friedrich et al. (2007) na avaliação da Estabilidade Físico-Química de Creme não Iônico inscrito no formulário nacional analisaram as propriedades organolépticas das suas amostras em diferentes dias e condições, não encontrando alterações durante 30 dias. Rosário et al. (2021) no estudo de estabilidade de emulsão cosmética com potencial de creme hidratante para o tratamento da xerose cutânea utilizando o óleo de babaçu (*Orbignya phalerata martius*) avaliou a estabilidade das suas formulações durante 90 dias em diferentes temperaturas e condições, apresentando resultados adequados e dentro dos padrões.

## CAPÍTULO 4

**Tabela 13:** Propriedades organolépticas do creme facial.

| Propriedades organolépticas  |         |              |        |         |         |
|------------------------------|---------|--------------|--------|---------|---------|
|                              |         | Inicial (T0) | 7º dia | 14º dia | 28º dia |
| Temperatura ambiente (25 °C) | Aspecto | N            | N      | N       | N       |
|                              | Cor     | N            | N      | N       | N       |
|                              | Odor    | N            | N      | N       | N       |
| Luz solar (35 °C)            | Aspecto | N            | N      | N       | N       |
|                              | Cor     | N            | N      | N       | N       |
|                              | Odor    | N            | N      | N       | N       |
| Estufa (50 °C)               | Aspecto | N            | N      | N       | N       |
|                              | Cor     | N            | N      | N       | N       |
|                              | Odor    | N            | N      | N       | N       |
| Geladeira                    | Aspecto | N            | N      | N       | N       |
|                              | Cor     | N            | N      | N       | N       |
|                              | Odor    | N            | N      | N       | N       |

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).

### 4.3.3. Caraterizações físico-químicas

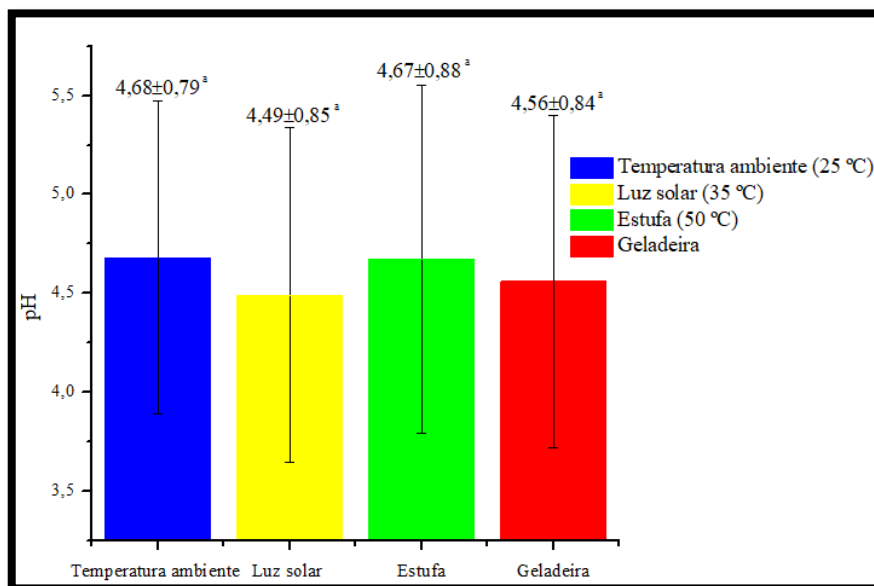
#### 4.3.3.1. Potencial hidrogeniônico (pH)

O **Gráfico 6** a seguir mostra as médias e os desvios padrões dos resultados de pH em diferentes condições de temperatura do qual foi verificado durante 7, 14 e 28 dias.

O **Gráfico 6** mostram que os valores de pH deram levemente ácido o que torna restrito o crescimento microbiano e de acordo com pH recomendado para creme que segundo Galembeck e Csordas (2011) cremes e loções para aplicação na pele devem ter pH próximo de 4,5, para os autores é uma das propriedades mais importantes de um cosmético, do qual deve ser o mais próximo possível do pH natural da região onde será aplicado. As diferentes condições não foram significativas ( $p > 0,05$ ). O pH do creme facial se manteve estável durante toda o estudo de estabilidade e sem grandes variações.

## CAPÍTULO 4

**Gráfico 6:** Média  $\pm$  desvio padrão dos valores obtidos de pH ao longo de 28 dias.



Médias seguidas por mesma letra na mesma linha, não diferem estatisticamente entre si ( $p > 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

### 4.3.3.2. Viscosidade

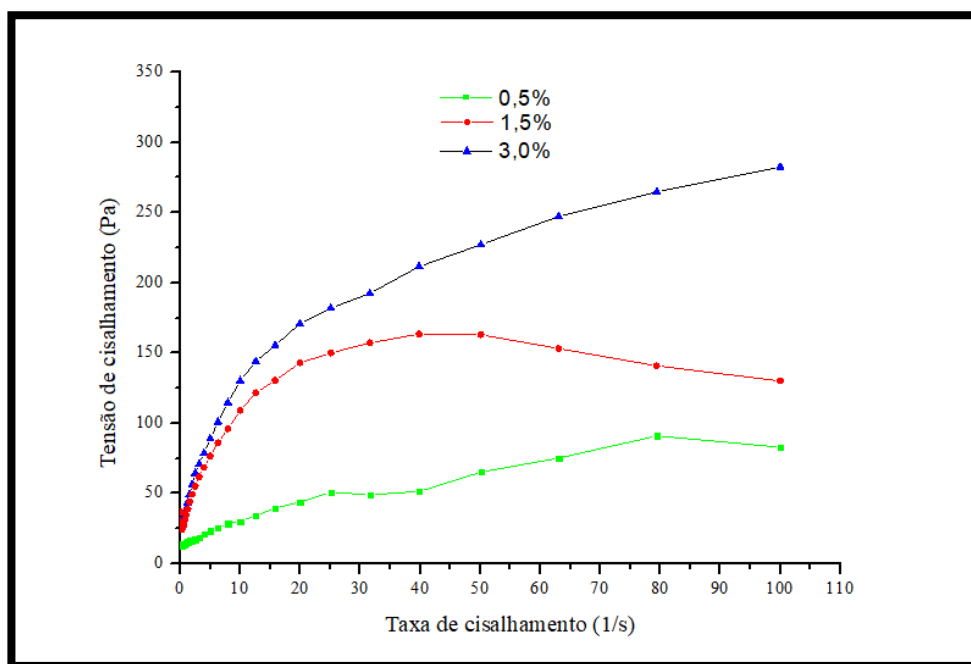
O resultado de viscosidade para amostra de creme facial argilas com acerola foi de 1980 cp com *spindle* (rotor) de 3 e rotação de 6 rpm, durante os 28 dias para diferentes condições o valor da viscosidade foi constante, não apresentando variações, mostrando que a amostra ficou estável, apresentando viscosidade adequada para emulsão creme que de acordo com ANVISA (2004) os limites de aceitação da viscosidade devem ser definidos pelo formulador considerando-se a percepção visual e sensorial decorridas de alterações e levar em conta a possibilidade do consumidor também reconhecê-las. Para Silva (2022) a viscosidade ajuda determinar se um produto tem a fluidez adequada e indica a presença ou ausência de estabilidade, determinando o comportamento em longo prazo do produto, quanto maior a viscosidade mais difícil a espalhabilidade e mais viscoso a amostra.

## 4.4. ANÁLISE DE REOLOGIA

O **Gráfico 7** representa a taxa de cisalhamento versus a tensão de cisalhamento do creme argila com acerola nas diferentes concentrações.

## CAPÍTULO 4

**Gráfico 7:** Taxa de cisalhamento versus tensão de cisalhamento.



O **Gráfico 7** representa a curva de fluxo típico da emulsão estudada, observa-se que não ocorreu linearidade dos valores da taxa de deformação em relação a tensão de cisalhamento, típico do comportamento do fluxo não-Newtoniano para as três concentrações. Podemos observar que a concentração com 3% de ativos teve uma curva com maior aumento da taxa de cisalhamento em relação a tensão de cisalhamento.

De acordo com Bontorim (2009) a importância das análises de reologia foi baseada na capacidade de avaliar a estabilidade físico-química da emulsão provendo dados pertinentes à estrutura do produto e de acompanhar as modificações decorrentes dos processos de desestabilização. Mudanças nas propriedades reológicas de cremes representam importantes alertas precoces de iminente falha do produto.

De acordo com Menezes et al. (2009) todo fluido que não exibe uma proporcionalidade entre a tensão cisalhante e o gradiente de velocidade (taxa de cisalhamento), à temperatura e pressão constantes em regime laminar, é denominado não newtoniano. A viscosidade desse fluido, portanto, não é única e varia com a magnitude da tensão cisalhante aplicada denominada de viscosidade aparente.

Menezes et al. (2009) descreveram alguns modelos reológicos, do qual o comportamento do fluido estudado aproxima-se do modelo de potência com limite de escoamento ou modelo de Herschel-Bulkely representado pela **Equação 10**.

$$\tau_{ou} \gamma = \tau_0 ou \gamma_0 + K(\gamma ou x)^n \quad (10)$$

## CAPÍTULO 4

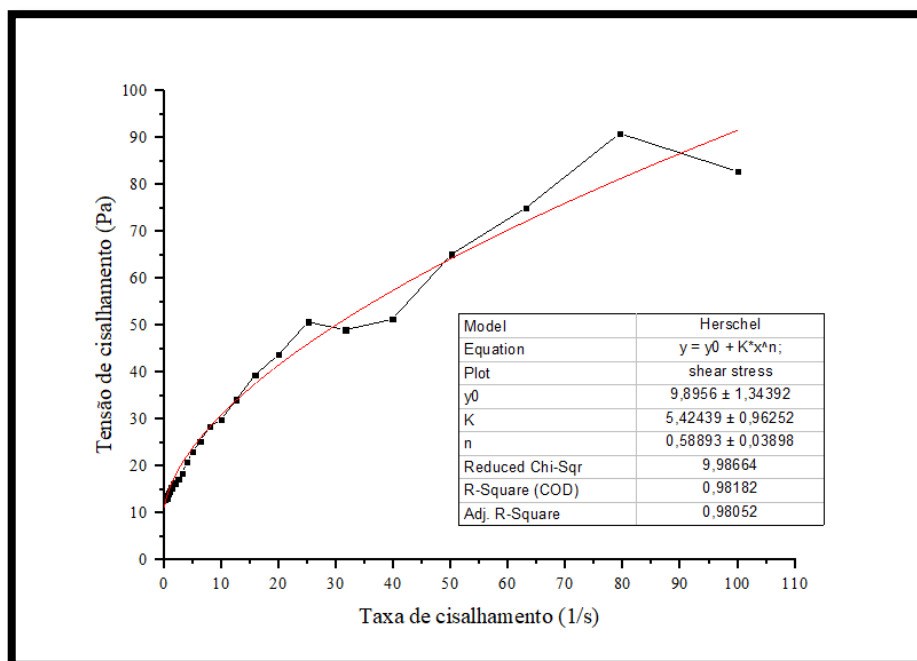
Onde:  $\tau$  ou  $y$  = tensão de cisalhamento (Pa);  $\tau_0$  ou  $y_0$  = tensão de cisalhamento inicial (Pa);  $K$  = coeficiente de consistência (Pa.sn);  $\dot{\gamma}$  ou  $x$  = taxa de cisalhamento ( $s^{-1}$ );  $n$  = índice de comportamento do fluido (adimensional).

- ✓ Aplicação do modelo de Potência com limite de escoamento de acordo com **Equação 10**

Foi aplicado o modelo de Potência com limite de escoamento para as três concentrações com intuito de determinar as constantes  $K$ ,  $n$  e  $\tau_0$  e o valor de  $R$  que representa o ajuste ao modelo.

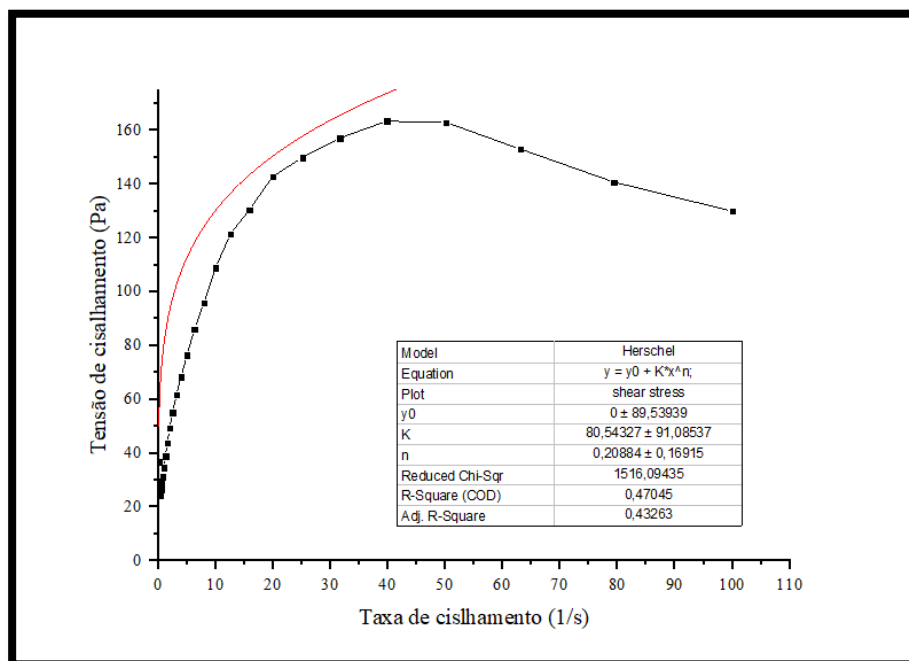
Os **Gráficos 8, 9 e 10** representam o ajuste ao modelo de potência com limite de escoamento:

**Gráfico 8:** Ajuste ao modelo com limite de escoamento para concentração 0,5%.

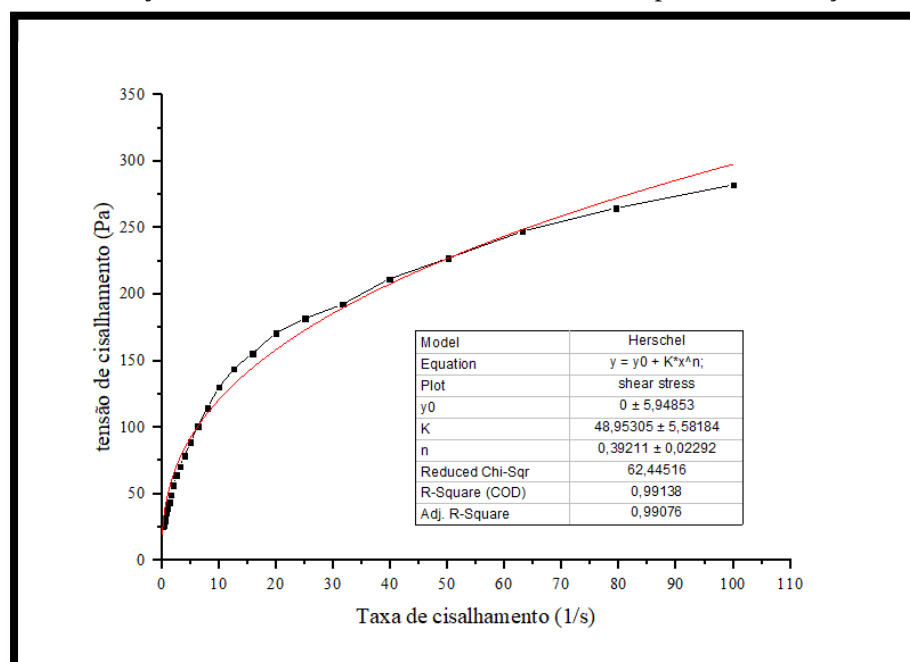


## CAPÍTULO 4

**Gráfico 9:** Ajuste ao modelo com limite de escoamento para concentração 1,5%.



**Gráfico 10:** Ajuste ao modelo com limite de escoamento para concentração 3,0%.



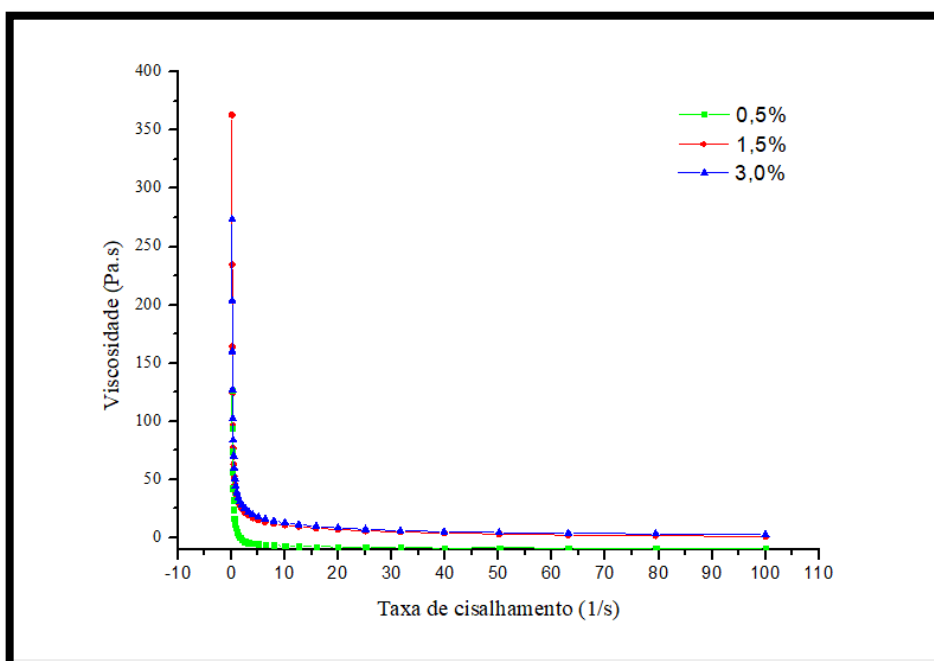
Podemos verificar que os **Gráficos 8, 9 e 10** da taxa de cisalhamento versus a tensão de cisalhamento das diferentes concentrações se ajustaram ao modelo de Herschel-Bulkely com coeficiente de correlação  $R^2$  próximo de 1, exceto para a concentração 1,5% do qual o coeficiente de correlação não foi próximo de 1. Sendo a concentração com 3% de ativos com melhor ajuste com  $R^2 = 0,99$ . Analisamos que o índice de comportamento do fluido ( $n$ ) para as três concentrações foram menores que 1,  $n < 1$ . De acordo com Menez et

## CAPÍTULO 4

al. (2009) quando o índice de comportamento  $n$  aproxima-se de 1 o fluido aproxima-se do modelo newtoniano e  $K$  coincide com a viscosidade. No entanto, quando os fluidos possuem valor de  $n$  menor que 1 são denominados pseudoplásticos e sua viscosidade reduz com o aumento da taxa de cisalhamento. Quando os valores de  $n$  são superiores a 1 os fluidos são chamados de dilatantes e suas viscosidades aumentam com a taxa de cisalhamento. Então podemos verificar que as três concentrações o fluido tem comportamento pseudoplásticos com coeficiente de consistência ( $K$ ) relacionado a viscosidade reduzido com o aumento da taxa de cisalhamento como pode ser visto no **Gráfico 11**. Para Costa (2017) Essa descrição  $n < 1$  apresenta como desvantagem o fato de não descrever o comportamento real dos fluidos nos limites das taxas de cisalhamento, pois quando temos taxas de cisalhamento muito altas, a viscosidade irá tender para o valor nulo (pseudoplástico). Verificamos que a tensão de cisalhamento inicial foi 0 Pa para as concentrações 1,5% e 3,0% e para a concentração 0,5% foi 9,89 Pa. Segundo Costa (2017) o modelo de Herschel-Bulckley descreve fluidos com tensão limite de escoamento. São fluidos estruturados, que tem estrutura muito forte abaixo da tensão limite de escoamento, com viscosidade muito elevada. Ao atingir a tensão limite de escoamento, a estrutura do fluido se quebra, causando uma queda brusca nos níveis de viscosidade.

O **Gráfico 11** representa a viscosidade aparente em relação a taxa de cisalhamento.

**Gráfico 11:** Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento.

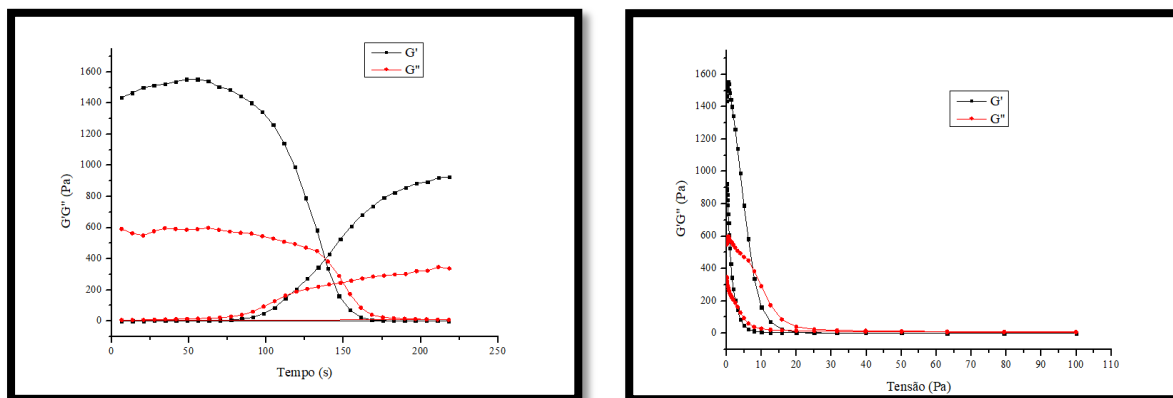


## CAPÍTULO 4

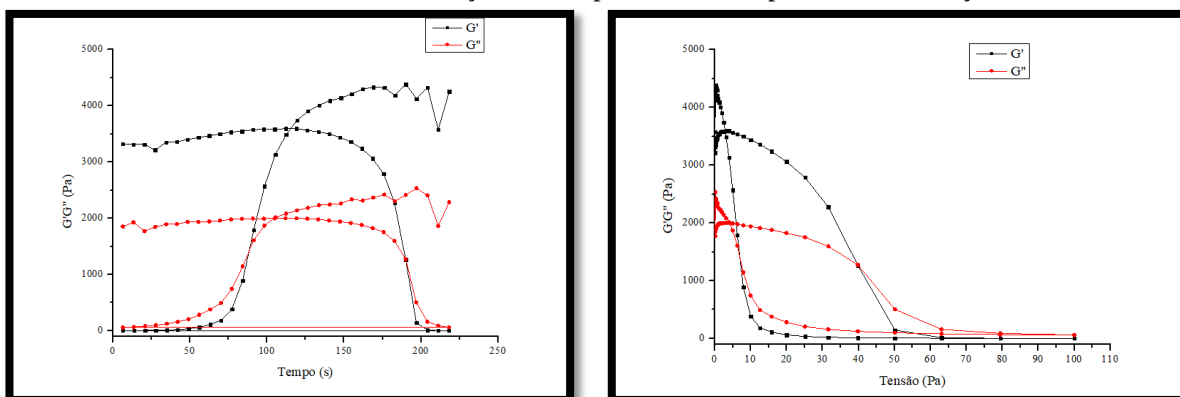
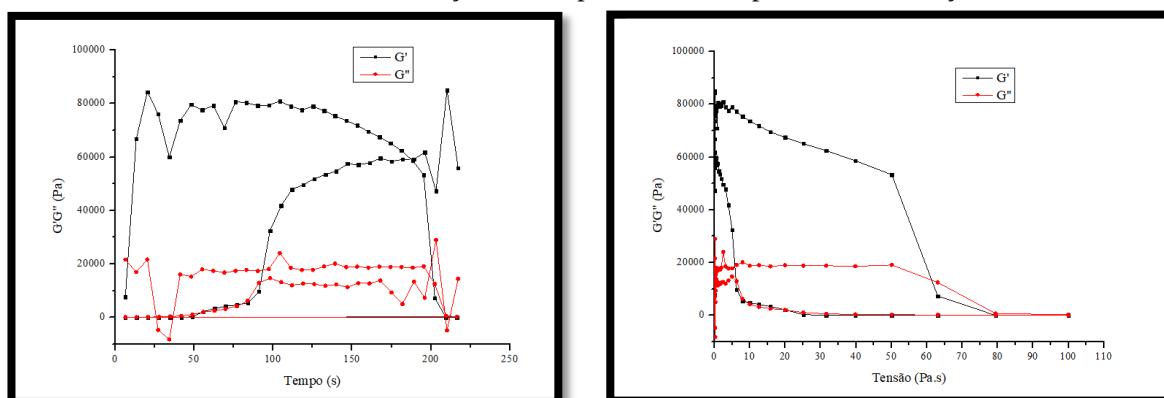
No **Gráfico 11** a viscosidade diminui com aumento da taxa de cisalhamento para as três concentrações fato este que foi comprovado na aplicação do modelo, verifica-se que a concentração 1,5% teve maior viscosidade, mostrando que os ativos não influenciaram na viscosidade do produto, as três curvas das diferentes concentrações tiveram comportamento pseudoplástico como foi mostrado anteriormente na aplicação do modelo. De acordo Milan et al (2007) o comportamento pseudoplástico é apropriado para produtos de aplicação tópica, nos quais, após cisalhamento, a resistência inicial para a emulsão fluir, diminui, refletindo a facilidade de aplicação. Segundo Milan et al (2007) e Moraes et al (2005) a diminuição da viscosidade com aumento da taxa de cisalhamento indica tixotropia aparente. Produtos tixotrópicos tornam-se mais fluidos quando submetidos a uma pressão externa, espalhando-se mais facilmente na região onde são aplicados, e recuperam a viscosidade inicial no momento em que se encerra a aplicação, impedindo que o produto escorra durante o procedimento.

Os **Gráficos 12, 13 e 14** estão relacionados aos parâmetros  $G'$  e  $G''$  em função do tempo e da tensão na frequência de 1 hertz para as diferentes concentrações.

**Gráfico 12:**  $G'$  e  $G''$  em função do tempo e da tensão para a concentração 0,5%.



## CAPÍTULO 4

**Gráfico 13:**  $G'$  e  $G''$  em função do tempo e da tensão para a concentração 1,5%.**Gráfico 14:**  $G'$  e  $G''$  em função do tempo e da tensão para a concentração 3,0%.

Observa-se nos gráficos que  $G'$  teve maiores valores que  $G''$  tanto em relação ao tempo como em relação a tensão, apresentando inicialmente comportamento elástico para as três concentrações, os valores de  $G'$  e  $G''$  vão diminuindo com aumento do tempo até se encontrarem próximo de zero e voltar aumentar com aumento do tempo para as três concentrações, as mesmas tiveram variações com picos para cima e para baixo, com exceção da concentração 0,5%. Na tensão os valores de  $G'$  e  $G''$  diminuí com aumento da tensão até se encontrarem próximo de zero e aumentarem com a diminuição da tensão, apresentando também variações com picos para cima e para baixo, com exceção da concentração 0,5%. As três concentrações apresentaram comportamento semelhante, sendo que a concentração com 3,0 % de ativos apresentou maiores valores de  $G'$  e  $G''$  em relação ao tempo e a tensão, analisa-se que nas diferentes concentrações os valores de  $G''$  sobressai  $G'$  quando encontram-se, apresentando módulo viscoso maior que o módulo elástico. Segundo Formariz et al (2005) e Costa (2017)  $G'$  e  $G''$  são parâmetros viscoelásticos,  $G'$  é módulo de armazenagem ou elástico que o material tem de armazenar energia e  $G''$  é o módulo de perda ou viscoso do qual determina a forma do fluido dissipar energia pela forma de calor, onde

## CAPÍTULO 4

ambos emitem informações sobre a aparência das amostras. De acordo com Costa (2017) o valor de  $G'$  maior que o valor de  $G''$ , infere-se que, inicialmente, há predomínio dos efeitos elásticos, logo após ocorre o cruzamento das curvas e o predomínio das forças viscosas sobre as forças elásticas. Este ponto de cruzamento ocorre em torno da tensão limite de escoamento, do qual seria a faixa de tensão onde ocorre a quebra da estrutura do fluido e ele começa a escoar. A predominância das forças viscosas é um comportamento esperado para o creme argilas com acerola, onde a dominância das forças elásticas caracteriza um produto com aspecto de gel, do qual não representa o produto em questão.

### 4.5. AVALIAÇÃO CINÉTICA NA PELE COM USO DE SONDAS

Foram avaliados os parâmetros de hidratação no estrato córneo por sonda corneometer; elasticidade, porosidade, brilho e hidratação por sonda API-100, sebo por sonda sebumeter e pH por sonda skin-pH-meter em relação ao efeito dos ativos argilas (caulim e bentonita) e polpa de acerola em diferentes concentrações com intuito de analisar os resultados destes ativos no tempo T0 inicial (pele sem creme) e T4(tempo final) (média das quatro análises realizada nos voluntários com intervalos de 1 h) dos parâmetros medidos na pele. Foram realizadas comparações entre as diferentes concentrações, em relação ao tempo T0 (sem formulação) e em relação ao controle (formulação sem ativos).

#### 4.5.1. Sonda Corneometer® CM 825 (*Courage-Khazaka*)

Segundo Heinrich et al. (2003) e Fluhr et al. (1999) o corneômetro ganhou aceitação mundial como um instrumento eficiente para medir o teor de água no estrato córneo sob uma grande variedade de condições experimentais. A aceitação deve-se à sua alta reprodutibilidade, fácil manuseio, tempo e economia de curta duração. Seu princípio se baseia na medida de capacitância, duas placas de metais são isoladas por um meio isolante, chamado dielétrico com um capacitor.

A classificação do tipo de pele é atribuída de acordo com manual do usuário do Corneometer CM-825 da Courage-Khazaha, onde ocorre a seguinte classificação:

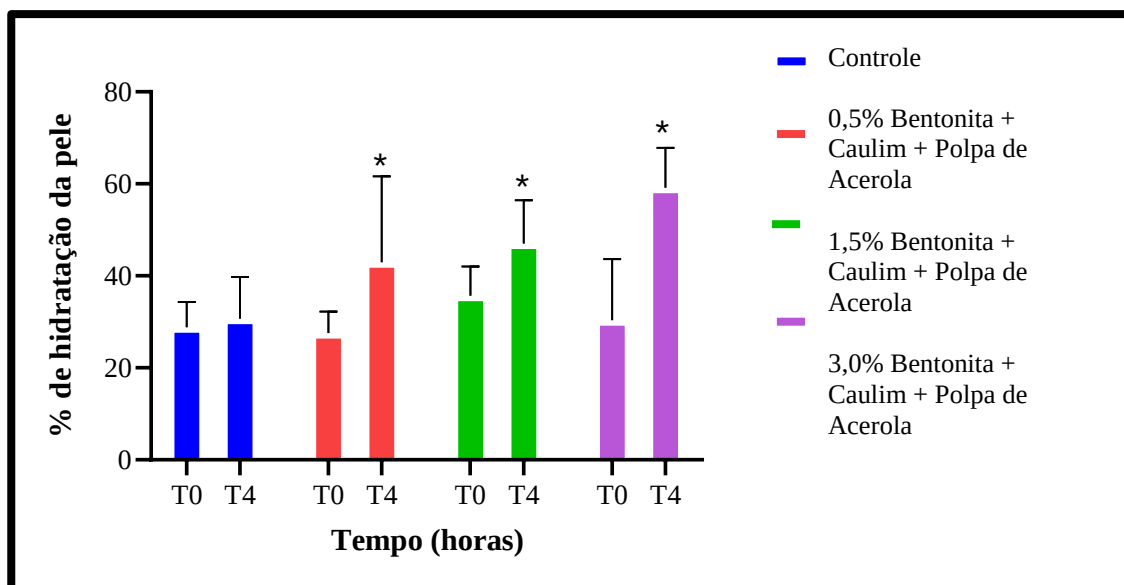
- ✓ Pele muito seca <30%;
- ✓ Pele seca entre 30 e 40%;
- ✓ Pele suficientemente hidratada > 40%.

## CAPÍTULO 4

### 4.5.1.1. Hidratação no estrato córneo

O **Gráfico 15** expressa às médias das medições da hidratação no estrato córneo.

**Gráfico 15:** Média dos valores de hidratação no estrato córneo.



Médias seguidas por \* nas diferentes concentrações diferem estatisticamente com ( $p \leq 0,05$ ).

De acordo com **Gráfico 15** podemos verificar as seguintes constatações, o aumento da hidratação na pele dos voluntários nas diferentes concentrações, o creme de argilas com acerola apresentou maiores valores para a hidratação do que o controle, a concentração com 3% de ativos apresentou melhor resultado de hidratação em relação aos outros percentuais, os voluntários tiveram valores de hidratação acima de 40% como mostrado no **Gráfico 15**, sendo clássico como suficientemente hidratada de acordo com manual do equipamento de medição, às concentrações com ativos (0,5%, 1,5% e 3%) no tempo T4 foram significativas com ( $p \leq 0,05$ ) quando comparadas aos patamares do tempo T0, ao controle e entre as diferentes concentrações, confirmando dessa forma a eficiência na ação hidratante do creme com argilas e acerola.

De acordo com Voegeli et al. (2022) a hidratação da pele no estrato córneo é de extrema importância para a compreensão da fisiologia basal da pele saudável e também para seguir dinamicamente o tratamento com hidratantes. Segundo Braga (2022) e Rasche (2014) a pele por ser o maior de nossos órgãos necessita de cuidados especiais, principalmente, a do rosto. Quando a pele da face não está bem hidratada, as células responsáveis por manter a boa elasticidade não produzem colágeno e elastina de forma suficiente, favorecendo a formação de sulcos na pele. Os melanócitos também sentem esta falta de água e não

## CAPÍTULO 4

produzem melanina suficiente para a absorção dos raios ultravioleta. Quando hidratada, a pele humana tem um aspecto de toque suave, macia e uniforme, já uma pele seca, perde a sua suavidade, com aparência áspera, opaca e às vezes descamativa.

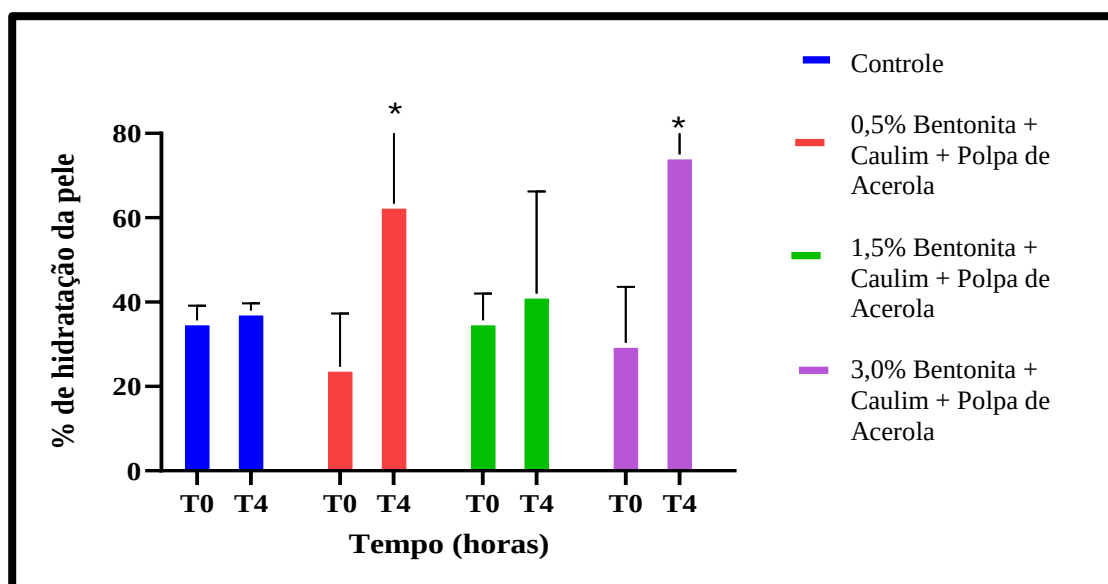
### 4.5.2. Sonda API-100 (*Aram Huvis*)

O API-100 da *Aram Huvis* é um analisador de pele portátil que permite analisar e monitorar a condição da pele, sendo compatível com vários sistemas operativos e com funcionalidades como análise de vídeo em tempo real da pele através da câmera do dispositivo, facilitando a identificação de problemas, a avaliação de tratamentos e análises de parâmetros como hidratação, poros, melanina, acne, rugas, sensibilidade, entre outros (Quantumaesthetics, 2023).

#### 4.5.2.1. Hidratação

O **Gráfico 16** expressa às médias das medições da hidratação do API-100.

**Gráfico 16:** Média dos valores de hidratação.



Médias seguidas por \* nas diferentes concentrações diferem estatisticamente com ( $p \leq 0,05$ ).

Através do **Gráfico 16** analisamos as seguintes afirmações, a elevação da hidratação na pele dos voluntários nas diferentes concentrações, maiores valores para a hidratação quando comparada ao controle, a concentração com 3% de ativos apresentou melhor resultado de hidratação em relação aos outros percentuais, às concentrações com

## CAPÍTULO 4

ativos (0,5%, e 3%) no tempo T4 foram significativas com ( $p \leq 0,05$ ) quando comparadas aos patamares do tempo T0, ao controle e relação às outras concentrações, reafirmando dessa forma a potência da hidratação na pele dos voluntários para a sonda API-100.

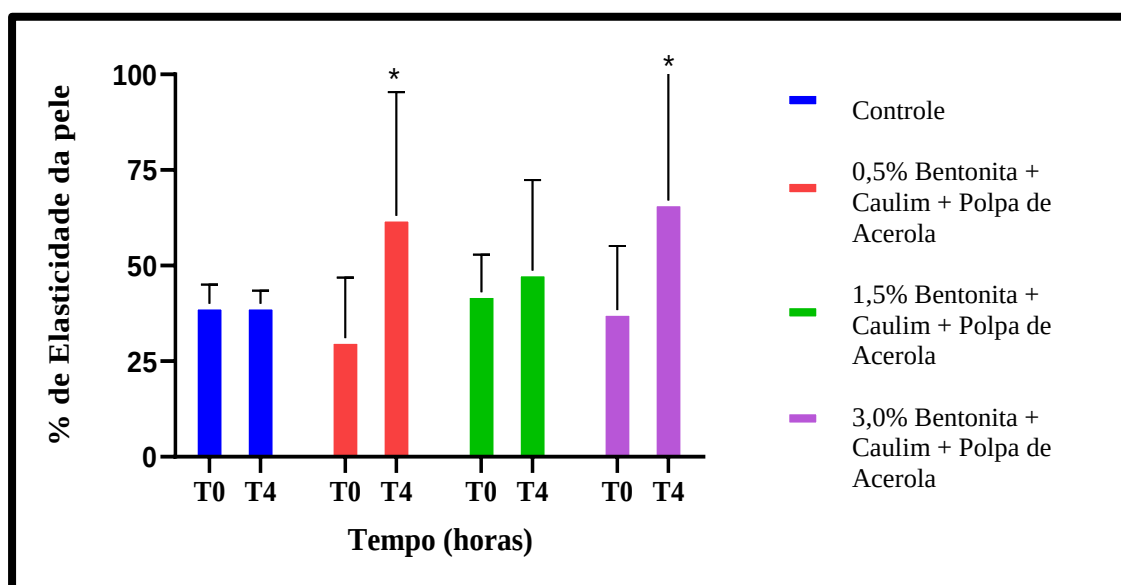
As duas sondas apresentaram resultados positivos para a hidratação da pele dos voluntários mostrando atuação dos ativos argilas e acerola, com menor resposta na concentração 1,5% da sonda API-100 do qual o resultado não foi significativo.

Segundo Melo e campos, 2016 o uso de hidratantes aliviam a condição da pele seca aumentando seu conteúdo aquoso, com o uso de ingredientes umectantes, ou reduzindo a perda transepidérmica de água. Para Damasceno et al., 2016 os compostos ativos utilizados em cosméticos para a hidratação da pele podem ser divididos em dois grupos principais: agentes hidrofílicos e lipofílicos, que atuam por oclusão, como umectantes, via hidratação ativa, reorganizando o estrato córneo e induzindo a formação de aquaporinas.

### 4.5.2.2. Elasticidade

O **Gráfico 17** expressa às médias das medições da elasticidade do API-100.

**Gráfico 17:** Média dos valores de elasticidade.



Médias seguidas por \* nas diferentes concentrações diferem estatisticamente com ( $p \leq 0,05$ ).

Observam-se no **Gráfico 17** as seguintes determinações, o aumento da elasticidade na pele dos voluntários nas diferentes concentrações, melhores resultados da elasticidade em

## CAPÍTULO 4

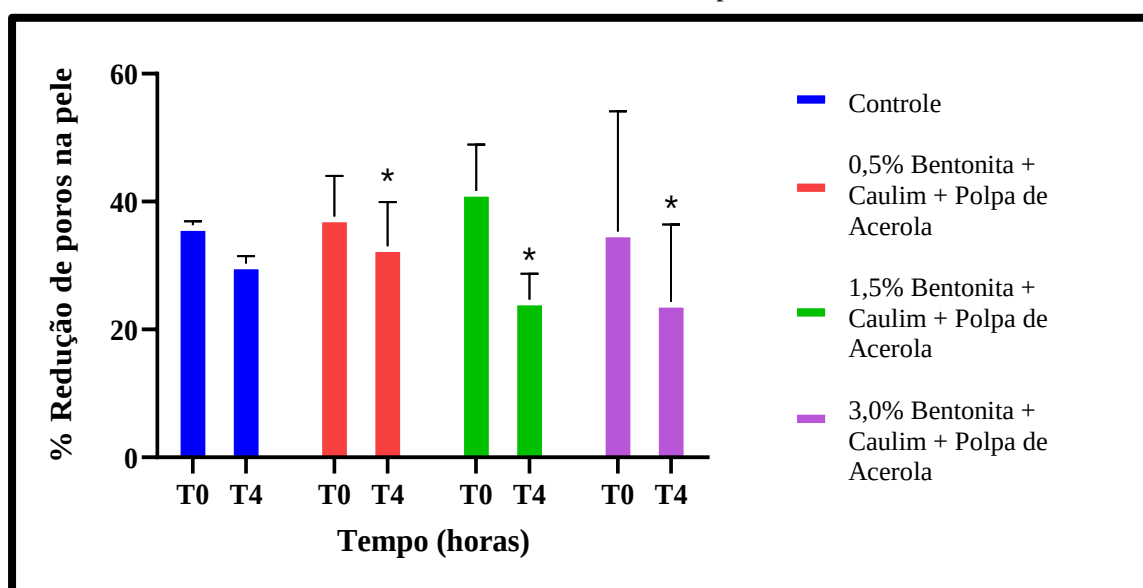
relação ao controle, a concentração com 3% de ativos mostrou melhor desempenho de elasticidade em relação aos outros percentuais, às concentrações com ativos (0,5%, e 3%) no tempo T4 foram significativas com ( $p \leq 0,05$ ) quando comparadas aos patamares do tempo T0, ao controle, e em relação às outras concentrações, demonstrando que os ativos argilas e vitamina C têm capacidade de reduzir os sinais de envelhecimento da pele.

Segundo Melo e Campos (2016) Os parâmetros biomecânicos da pele, como a elasticidade, variam entre as regiões do corpo, com o envelhecimento e o aparecimento de algumas doenças cutâneas. A elasticidade é definida como a propriedade de um corpo ou de um material que muda sua forma mediante a aplicação de uma força e retorna à sua forma original logo que cessa a aplicação desta força. De acordo com Nisbet et al. (2018) o desenvolvimento de rugas é uma consequência do envelhecimento da pele, tanto o envelhecimento cronológico quanto o envelhecimento causado por exposições cumulativas a fatores ambientais, especialmente luz ultravioleta. Estes fatores resultam em alterações na pele, incluindo alterações na quantidade das principais moléculas estruturais colágeno, elastina e glicosaminoglicano.

### 4.5.2.3. Porosidade

O **Gráfico 18** expressa às médias das medições da porosidade do API-100.

**Gráfico 18:** Média dos valores de porosidade.



Médias seguidas por \* nas diferentes concentrações diferem estatisticamente com ( $p \leq 0,05$ ).

## CAPÍTULO 4

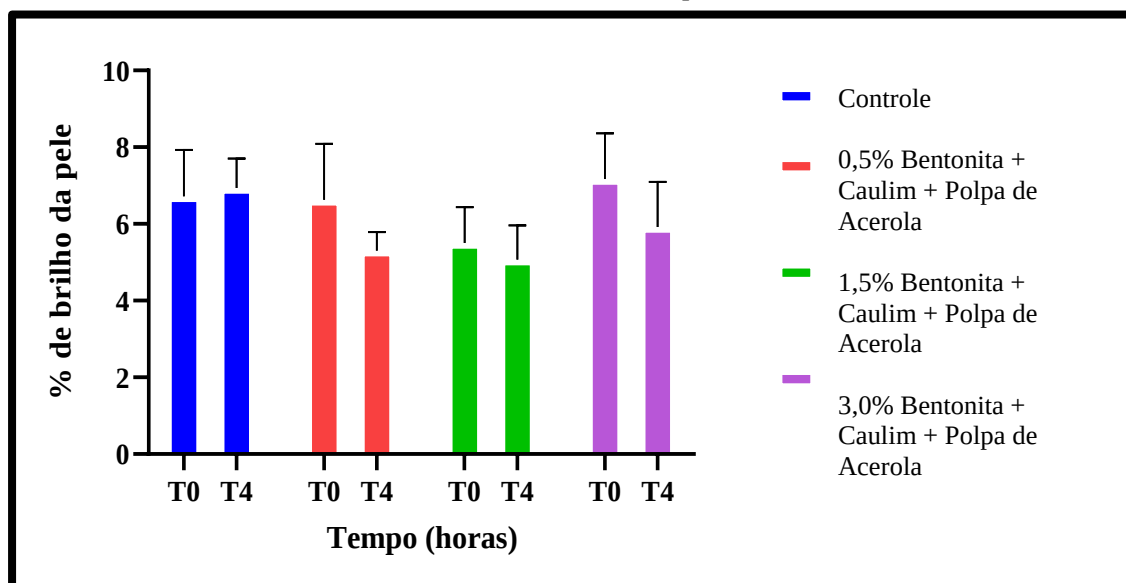
Observam-se no **Gráfico 18** que ocorreu redução dos poros da pele dos voluntários para as diferentes concentrações de ativos, os resultados da redução dos poros foram menores em comparação com controle, a concentração com 1,5% de ativos apresentou melhores resultados de redução de poros, às concentrações com ativos (0,5%, 1,5% e 3%) no tempo T4 foram significativas com ( $p \leq 0,05$ ) quando comparadas aos patamares do tempo T0, ao controle, e em relação às outras concentrações, confirmando o poder de redução dos poros da pele aos ativos da formulação.

Segundo Sun et al. (2017) o termo “poro de pele” refere-se às características visíveis na superfície da pele causadas por aberturas aumentadas de folículos pilosebáceos. A conectividade dos poros na pele influenciam os processos de transporte de calor e massa associados à função termorregulatória do órgão. Para Henrique (2021) Os poros são pequenas estruturas presentes na superfície da pele, associadas as glândulas sudoríparas e sebáceas, as quais podem ser afetadas por fatores endógenos e exógenos com decorrente aumento de seu tamanho. As principais causas para essa ocorrência são a alta excreção de sebo e a diminuição da elasticidade da pele, resultante especialmente do envelhecimento cutâneo.

### 4.5.2.4. Brilho

O **Gráfico 19** expressa às médias das medições do brilho pela sonda API-100.

**Gráfico 19:** Média dos valores para o brilho.



## CAPÍTULO 4

O **Gráfico 19** relata que o brilho diminuiu para as diferentes concentrações, porém não foi estatisticamente significativo, mostrando que não houve representatividade para essa medição em relação aos efeitos do creme de argilas com acerola.

Segundo Melo e Campos (2024) o brilho é expresso em dois parâmetros, o brilho da pele e o brilho da pele com a correção do espalhamento difuso da luz, medido com base no princípio de reflexão e tendo como referência a luz branca de LED de raios paralelos existente na cabeça da sonda. A definição da terminologia brilho não é tão clara quanto às das imperfeições típicas da pele, e sua conexão com os parâmetros físicos não está totalmente estabelecida. No entanto, a aparência óptica da pele pode ser quantificada pela determinação do perfil de reflexos de luz da pele, e obter uma compreensão das características do reflexo óptica por meio de medidas objetivas. A camada mais externa da epiderme é opticamente translúcido e reflete parcialmente a luz incidente, permitindo que a maior parte penetre em camadas mais profundas da pele. Como resultado, a reflexão da pele é uma mistura de reflexão superficial especular e reflexão subsuperficial difusa. Portanto, é necessário separar as reflexões superficiais e subsuperficiais da pele para alcançar uma compreensão das características ópticas fundamentais associadas à sua aparência.

### 4.5.3. Sebumeter® SM 815 (*Courage-Khazaka*)

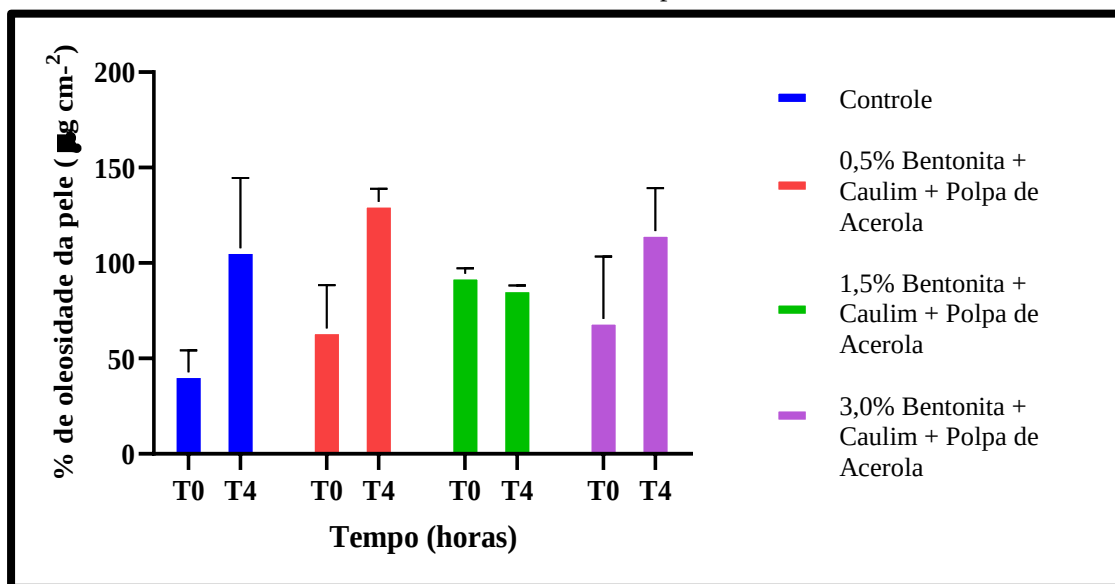
O Sebumeter é o método mais utilizado em todo o mundo para determinar de forma reprodutiva e precisa o nível de sebo da superfície da pele e couro cabeludo, do qual usa uma fita especial que só reage ao sebo da pele independente no teor de água, permitindo medições bastante rápidas e muito fáceis para evitar oclusão. A medida é baseada na fotometria de ponto de graxa, a fita de esteara do Sebumeter SM 815 é colocada em contato com a pele ou o couro cabeludo, tornando-se transparente de acordo com o sebo na superfície da área de medição, em seguida, a fita é inserida na abertura do dispositivo e a transparência é medida por uma fotocélula e a transmissão de luz representa o conteúdo de sebo (Medical expo, 2025).

#### 4.5.3.1. Sebo

O **Gráfico 20** expressa às médias das medições de oleosidade pela sonda Sebumeter SM 815.

## CAPÍTULO 4

**Gráfico 20:** Média dos valores para a oleosidade.



Médias seguidas por \* nas diferentes concentrações diferem estatisticamente com ( $p \leq 0,05$ ).

O **Gráfico 20** mostra que o creme não foi capaz de reduzir a oleosidade da pele dos voluntários. Apenas o grupo que usou o creme na concentração 1,5% teve uma leve redução na produção de lipídeos da pele em comparação com os outros grupos, mas não foi estatisticamente significativo. O que corrobora com o resultado não significativo do brilho do **Gráfico 19**.

Segundo Costa, Barja e Vieira (2009) o sebo, produzido pelas glândulas sebáceas, é composto por várias substâncias que atuam como lubrificantes naturais da pele, evitando que fiquem quebradiços. Também torna a pele oleosa, diminuindo a evaporação de água a partir da camada córnea. Protege a pele contra o excesso de água na superfície, ajuda a evitar o crescimento de bactérias e fungos (ações bactericida e antifúngica) e promove a emulsão de algumas substâncias.

#### 4.5.4. Skin-pH-Meter PH905® (*Courage-Khazaka*)

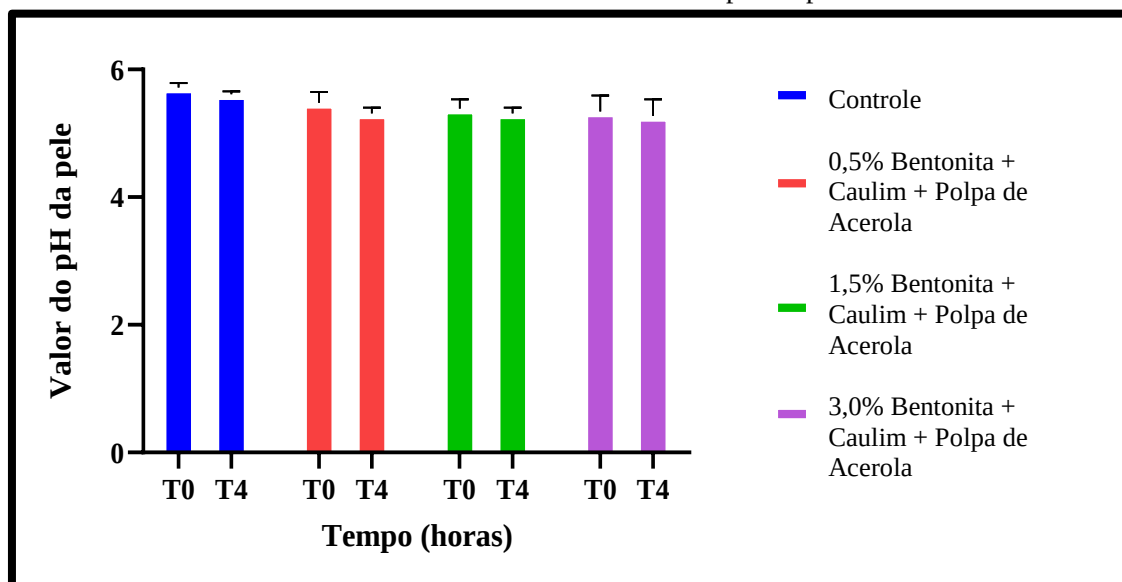
O Skin-pH-Meter PH905 é um dispositivo que mede o pH da superfície da pele. Ele utiliza um eletrodo de vidro especial, que é sensível à concentração de íons hidrogênio ( $H^+$ ), para determinar o pH. Ao tocar a pele, o eletrodo detecta a acidez ou alcalinidade da camada superficial, fornecendo um valor de pH em uma escala de 0 a 14 (Courage-Khazaka, 2024).

##### 4.5.4.1. pH

## CAPÍTULO 4

O **Gráfico 21** expressa às médias das medições de pH pela sonda Skin-pH-Meter PH905.

**Gráfico 21:** Média dos valores para o pH.



Verifica-se no **Gráfico 21** que o pH teve pequenas variações nas diferentes concentrações, a manutenção do pH fisiológico sem grande alteração indica que o creme com os ativos estudados é um produto que não altera a fisiologia natural da pele ou que dá indícios que seria um creme que não causaria irritação á pele, nenhum voluntário apresentou reclamação durante o tempo de uso do creme, enfatizando que o creme de argilas com acerola é seguro a sua aplicação. Os resultados não foram estatisticamente significativos com ( $p>0,05$ ) em relação ao tempo T0, ao controle e entre as concentrações, esse tipo de resultado é positivo porque o pH da pele dos participante não sofreram alterações durante o uso do creme facial argilas com acerola.

Segundo Melo e Campos (2016) o pH da pele segue um gradiente que é acentuado pelo estrato córneo. Na superfície da pele, o que é medido de fato é o pH aparente da pele, devido ao material que é extraído do estrato córneo e se difunde na água aplicada na superfície cutânea. Em termos gerais, o valor do pH da superfície da pele é um produto de substâncias solúveis na água do estrato córneo, de suor e de sebo segregado, e de dióxido de carbono de difusão. O valor médio do pH cutâneo em mulheres é de aproximadamente 5,5 e, em homens, esse valor é levemente reduzido, ficando próximo a 5. De acordo com Oliveira et al. (2023) o pH das amostras podem estar relacionados com oxidação da fase oleosa com

## CAPÍTULO 4

formação de cadeias oxidadas, hidrólise de triglicerídeos manifestada pela formação de ácidos graxos livres, processos fotoquímicos, destruição microbiana de componentes da emulsão, eletrólitos e calor ou frio.

### 4.5.5. Análise dos Resultados

Os resultados foram estatisticamente significativos ( $p \leq 0,05$ ) para as análises de hidratação com as diferentes sondas, para a elasticidade e para a porosidade, mostrando atuação dos ativos argilas caulim (branca) e bentonita (verde) e polpa de acerola no aumento e na redução destes parâmetros na pele dos voluntários. As análises de brilho e oleosidade não foram estatisticamente significativas com ( $p > 0,05$ ), onde se observou que não houve atuação dos ativos para melhorar estas propriedades na pele dos voluntários. O pH da pele não foi significativo, mostrando que o creme argilas com acerola alterou de forma permissível o pH da pele dos voluntários, mostrando variação pequena dentro das conformidades.

Verificamos que os parâmetros de poros estão relacionados à elasticidade e que a mesma esta correlacionada à hidratação da pele, quando temos um aumento dos poros apresentamos uma pele mais envelhecida e menos hidratada, esses três parâmetros foram significativos, mostrando a relação e atuação dos ativos no beneficiamento da pele para estes patamares dos quais são indispensáveis para manter uma pele saudável e viçosa. Na discussão dos resultados de análise de FRX das argilas, foi possível constar os seus benefícios relacionado com cor, onde a argila branca (caulim) atua na hidratação e elasticidade da pele, a argila verde (bentonita) atua na elasticidade e redução de poros, e na análise de vitamina C, foi descrito que o ácido ascórbico atua na hidratação e no combate do envelhecimento da pele, mostrando que os nossos resultados ficaram de acordo com benefícios citados na literatura.

### 4.6. ANÁLISE SENSORIAL

#### 4.6.1. Teste de aceitação

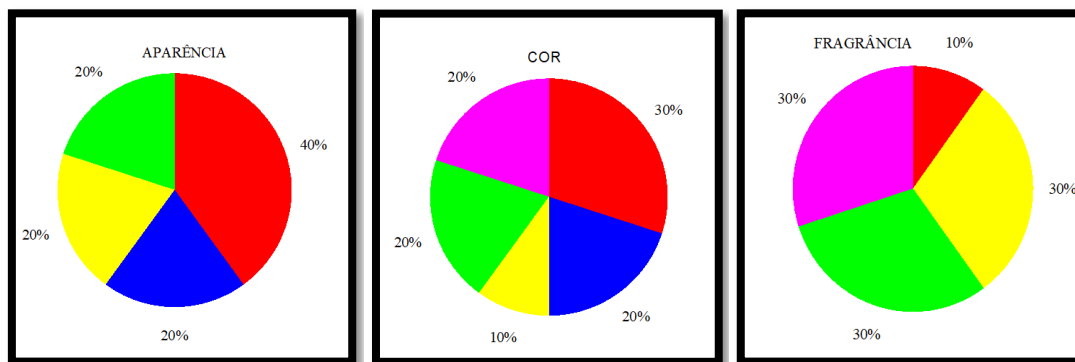
## CAPÍTULO 4

No **Gráfico 22** estão representado as respostas da avaliação de aceitação dos atributos do creme argilas com acerola da qual foi estruturada em escala hedônica de 9 pontos.

■ Gostei muitíssimo ■ Gostei muito ■ Gostei moderadamente  
■ Gostei ligeiramente ■ Nem gostei, nem desgostei.

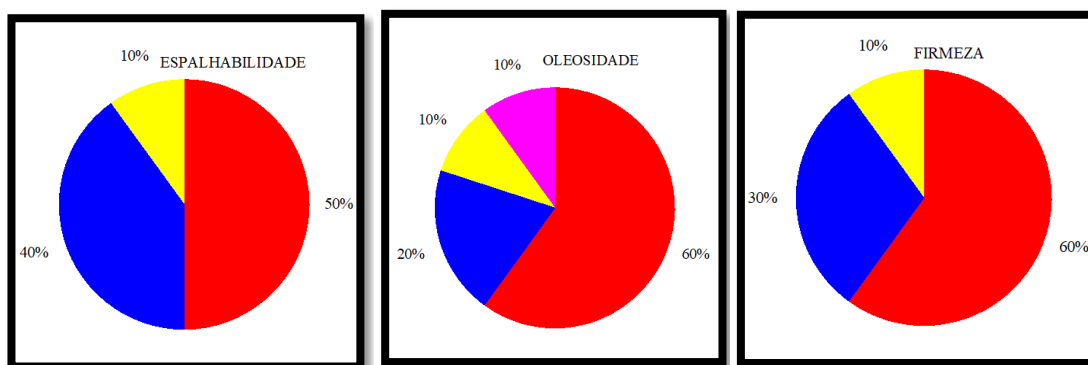
Podemos verificar nos atributos as percentagens atribuídas pelos avaliadores ao creme argilas com acerola

**Gráfico 22:** Respostas da avaliação de aceitação dos atributos do creme argilas com acerola.

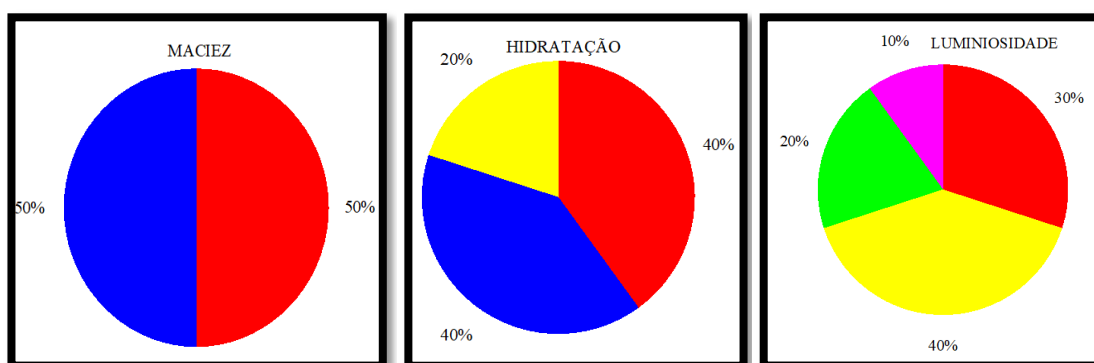


A aparência do produto foi avaliada por 40% dos avaliadores como gostei muitíssimo e os demais com 20% avaliaram como gostei muito, moderadamente e ligeiramente. A cor do creme argilas com acerola foi avaliada por 30% dos julgadores como gostei muitíssimo, 20% julgaram como gostei muito, moderadamente e ligeiramente e 10% estimaram como nem gostei e nem desgostei. A fragrância do produto foi avaliada por 10% dos avaliadores como gostei muitíssimo e 30% aferiram como gostei moderadamente, ligeiramente e nem gostei e nem desgostei.

## CAPÍTULO 4

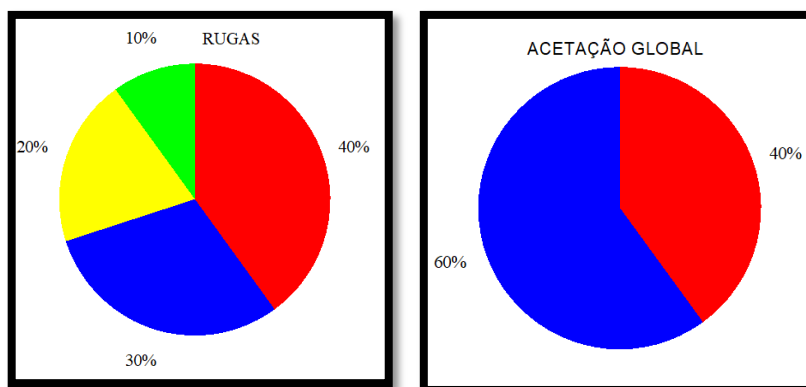


A espalhabilidade do creme de argilas com acerola foi avaliada por 50% dos voluntários como gostei muitíssimo, 40% considerou gostei muito e 10% apreciaram como gostei moderadamente. A oleosidade do produto foi avaliada por 60% dos julgadores como gostei muitíssimo, 20% atribuiu gostei muito e 10% julgaram como gostei moderadamente, nem gostei e nem desgostei. A firmeza do creme de argilas com acerola foi avaliada por 60% dos avaliadores como gostei muitíssimo, 30% aferiram como gostei muito e 10% ponderaram como gostei moderadamente.



A maciez do creme de argilas com acerola foi avaliada por 50% dos avaliadores como gostei muitíssimo e como gostei muito. A hidratação do produto foi avaliada por 40% dos julgadores como gostei muitíssimo e gostei muito e 20% apreciaram como gostei moderadamente. A luminosidade do creme de argilas com acerola foi avaliada por 30% como gostei muitíssimo, 40% julgaram como gostei moderadamente, 20% ponderaram como gostei ligeiramente e 10% estimaram como nem gostei e nem desgostei.

## CAPÍTULO 4



A camuflagem de rugas do produto foi avaliada por 40% dos voluntários como gostei muitíssimo, 30% atribuiu gostei muito, 20% aferiram como gostei moderadamente e 10% apreciaram como gostei ligeiramente. A aceitação global do creme de argilas com acerola foi avaliada por 60% dos avaliadores como gostei muitíssimo e 40% atribuíram gostei muito.

A avaliação global, a oleosidade e a firmeza foram os atributos mais bem avaliados com maiores percentagens, de acordo com os voluntários como gostei muitíssimo. A fragrância foi um dos atribuídos do qual os avaliadores menos gostaram somando 90% as avaliações como gostei moderadamente, ligeiramente e nem gostei e nem desgostei.

De acordo com Silva et al. (2024) A análise sensorial é um importante recurso para a indústria cosmética, especialmente no desenvolvimento de produtos, garantia da qualidade, marketing e inovação. É interessante destacar que a análise sensorial é usada igualmente para avaliar as características, aceitação e reivindicações associadas aos produtos cosméticos.

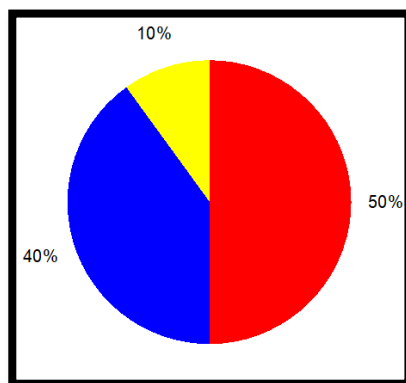
### 4.6.2. Atitude de compra

No **Gráfico 23** abaixo está representado às respostas da avaliação de atitude de compra do creme argilas com acerola da qual foi estruturada em escala de cinco pontos.

Compraria
  Possivelmente compraria
  Talvez comprasse/ talvez não compraria

**Gráfico 23:** Respostas da avaliação de atitude de compra

## CAPÍTULO 4



Podemos analisar no gráfico que 50% dos avaliadores compraria o creme de argilas com acerola, 40% possivelmente compraria e apenas 10% talvez comprassem ou não.

### 4.7. CONSIDERAÇÕES FINAIS DOS RESULTADOS

O pH das argilas foram acima do pH cutâneo, porém não influenciou no pH da formulação devido a baixa concentração. Verificou-se que as argilas caulim (branca) e bentonita (verde) possuem baixo teor de umidade, tornando-as com qualidade para serem inseridos na formulação cosmética. Nas análises de densidades a bentonita (branca) mostrou maiores valores para a densidade livre e compactada, apresentando mais estabilidade e fluidez do que o caulim (verde) que teve apenas o valor de densidade partícula maior. Para a porosidade a bentonita (verde) apresentou menor valor, condicente com os maiores valores de densidades, do qual estão relacionados de acordo com a literatura, portanto a bentonita (verde) apresentou melhores propriedades de dispersão e menor degradação do que o caulim (branca) o que facilitou sua inserção na formulação cosmética. A bentonita (verde) apresentou menor valor de ângulo de repouso, maiores valores de densidade e menor porosidade do qual de acordo com literatura estão ligados, reafirmando que a bentonita (verde) é mais fácil de dispensar dentro do cosmético do que caulim (branca). A análise de granulometria é muito importante para o desenvolvimento de formulações, pois os tamanhos das suas partículas definem seu uso, a bentonita (verde) e o caulim (branca) tiveram distribuição das partículas próximas, as duas argilas tiveram granulometria bem pequena depois da purificação sendo enquadrada como melhor material de adesão, apresentando comportamento polimodal com três ou mais picos distintos.

Os resultados das curvas de TG e DTA entre as amostras de caulim (branca) bruto e purificado mostraram comportamento similares, apresentando picos endotérmicos para o caulim (branca) bruto e purificado e perda total de massa em 24,54% para a amostra do

## CAPÍTULO 4

caulim (branca) bruto e 18,77% para o caulim (branca) purificado. As curvas de TG e DTA para amostra de bentonita (verde) bruta e purificada apresentam comportamentos parecidos, com picos endotérmicos e exotérmicos, com perda total de massa em 20,45% para a amostra da bentonita (verde) bruta e 19,92% para a bentonita (verde) purificada. Mostrando que os eventos endotérmicos e exotérmicos em determinadas temperaturas da DTA está relacionado a perda de água e de matéria orgânica e consequentemente da perda de massa ligada a TG, fator este que contribui para o conhecimento prévio do que pode acontecer ao submeter as argilas ao aquecimento no desenvolvimento da formulação.

As análises microbiológicas para as argilas caulim (branca) e bentonita (verde) e da polpa de acerola não apresentaram crescimento de colônias de bactéria e fungos, o que é condizente com as análises de umidade e do processo de secagem para as argilas, inibindo o crescimento microbiano, mostrando um material seguro para ser introduzido como ativos no cosmético facial, o resultado positivo para a polpa de acerola está associado às etapas de higienização durante o preparo e ao conservante sorbato de potássio que tem efeito microbiano, inibindo o crescimento de microrganismo, tornando-o um material também seguro como as argilas para ser introduzido na formulação cosmética. O creme facial argilas com acerola apresentou crescimento de bactérias e não apresentou crescimento de fungos, mas de acordo com a resolução a carga microbiana é inferior ao limite expresso pela legislação, tornando-o um produto seguro para ser testado, pois a taxa de contaminação é baixa e não trás alterações nas características físicas e químicas do produto e não afeta a saúde do avaliador.

Na análise de estabilidade por meio da submissão ao estresse físico rotacional, o produto permaneceu estável e homogêneo, não apresentando separação de fases, dentro das conformidades exigidas para ser testado na pele. As propriedades organolépticas de cor, odor e aspecto apresentaram aspecto normal durante os testes realizados com 7, 14 e 28 dias, sem alterações, mostrando que o produto manteve-se estável. Nas caracterizações físico-químicas os valores de pH foram de acordo com pH recomendado para cremes e loções, próximo do pH natural da pele, mostrando que o pH das amostras nas diferentes condições se manteve sem grandes variações dentro das conformidades de exigência para aplicação do produto. O resultado de viscosidade para amostra de creme facial argilas com acerola durante os testes realizados com 7, 14 e 28 dias para as diferentes condições manteve-se constante, não apresentando variações, mostrando que amostra ficou estável. As análises de estabilidade ficaram dentro das conformidades exigidas para ser testado na pele.

## CAPÍTULO 4

Na análise de reologia foi observado que não ocorreu linearidade dos valores da taxa de deformação em relação a tensão de cisalhamento para o gráfico das três concentrações, configurando comportamento de fluxo não-Newtoniano, observou-se que ocorreu um aumento da taxa de deformação em relação a tensão de cisalhamento com aumento da concentração dos ativos. A concentração com 3% de ativos melhor se ajustou ao modelo matemático reológico. A viscosidade diminui com aumento da taxa de cisalhamento para as três concentrações, verificou-se que a concentração 1,5% teve maior viscosidade, mostrando que os ativos não influenciaram na viscosidade do produto, as três curvas das diferentes concentrações tiveram comportamento pseudoplástico. Os Gráficos de  $G'$  tiveram maiores valores que  $G''$  tanto em relação ao tempo como em relação a tensão, apresentando inicialmente comportamento elástico para as três concentrações. As três concentrações apresentaram comportamento semelhante, sendo que a concentração com 3,0 % de ativos apresentou maiores valores de  $G'$  e  $G''$  em relação ao tempo e a tensão, analisou-se que nas diferentes concentrações os valores de  $G''$  sobressai  $G'$  quando encontram-se, apresentando módulo viscoso maior que o módulo elástico.

Na análise de hidratação com sonda corneometer e API-100, observou-se aumento deste patamar nas três concentrações para as duas sondas, a formulação com 3,0% de ativos apresentou melhor resultado em comparação com as outras concentrações nas duas sondas. Para a elasticidade com sonda API-100 ocorreu aumento deste parâmetro nas três concentrações, sendo que a formulação com 3,0% de ativos teve maior variação. Na análise de porosidade por sonda API-100 ocorreu diminuição dos poros da pele dos voluntários nas três concentrações, sendo a concentração com 1,5% de ativos mais expressivo. As análises de hidratação para as duas sondas, elasticidade e porosidade foram estatisticamente significativa com ( $p \leq 0,05$ ) em relação ao tempo T0, ao controle e entre as concentrações, esses três patamares estão correlacionados e é de grande importância para manter a pele saudável, mostrando que os ativos argilas e polpa de acerola atuaram nestes parâmetros e que a argila branca e verde de acordo com a literatura hidrata, diminui os poros e aumenta a elasticidade da pele e a vitamina C de acordo com literatura atua na hidratação e na redução do envelhecimento da pele que esta relacionado a elasticidade, mostrando assim a coerência dos resultados.

Na análise de brilho com sonda API-100 ocorreu uma diminuição do brilho da pele dos voluntários para as três concentrações. Na análise de oleosidade da pele dos voluntários com sonda sebumeter não houve homogeneidade dos resultados. As análises de brilho e oleosidade não foram estatisticamente significativas para ( $p > 0,05$ ), por tanto esses

## CAPÍTULO 4

resultados não foram representativos para a formulação de creme argilas com acerola. Para análise de pH com sonda Skin-pH-Meter, as diferentes concentrações das formulações não afetou o pH cutâneo da pele dos voluntários, uma vez que o pH da formulação mostrado nas caracterizações físico-químicas foi próximo ao pH da pele.

Na análise sensorial a porcentagem dos parâmetros como a maior avaliação atribuída como gostei muitíssimo foram: 40% para a aparência, hidratação e camuflagem de rugas, 30% para a cor e iluminação da formulação, 10% para a fragrância do creme, 50% para espalhabilidade e maciez do cosmético, 60% para a oleosidade, firmeza e avaliação global do produto. Verificamos de forma geral que os resultados da avaliação sensorial do creme de argilas com acerola foi positiva e teve boa aceitação de acordo com julgamento dos voluntários. A avaliação global, a oleosidade e a firmeza, foram os atributos mais bem avaliados com maiores porcentagens de gostei muitíssimo. A fragrância foi um dos atribuídos do qual os avaliadores menos gostaram somando 90% as avaliações como gostei moderadamente, ligeiramente e nem gostei e nem desgostei. Na atitude de compra foi constatado que 50% dos avaliadores comprariam o produto.

## CAPÍTULO 5

### 5. CONCLUSÃO

- ✓ A purificação mais o processo de secagem das argilas foram bem sucedido, eliminando possíveis contaminantes;
- ✓ O processo de extração foi satisfatório para utilização da polpa como ativo;
- ✓ O pH das argilas foram acima do pH cutâneo e não influenciaram o pH da formulação;
- ✓ As argilas apresentaram baixa umidade, refletindo em boa estabilidade,
- ✓ A bentonita demonstrou melhores resultados de densidades livre e compactada, porosidade e ângulo de escoamento, versando em melhores propriedades de dispersão, fluidez e menos degradação;
- ✓ As argilas tiveram granulometria bem pequena sendo enquadrada como melhor material de adesão;
- ✓ Nas análises de TG e DTA das amostras de caulim (branca) bruto e purificado mostraram comportamentos similares, com picos endotérmicos relacionados à desidroxilação;
- ✓ Nas análises TG e DTA das amostras de bentonita (verde) bruto e purificado apresentam comportamentos parecidos, eventos endotérmicos relacionados à perda de água livre e desidroxilação, e picos exotérmicos indicando eliminação de matéria orgânica;
- ✓ As análises de FRX das argilas bruta e purificada mostraram maiores porcentagens de óxido de alumínio e silício;
- ✓ O pH da polpa de acerola foi ácido abaixo do pH cutâneo;
- ✓ A polpa de acerola apresentou alto teor de vitamina C;
- ✓ O creme facial de argilas com acerola formulado apresentou visualmente bom resultado;
- ✓ As análises microbiológicas para as argilas e da polpa de acerola não apresentaram contaminação;
- ✓ A análise microbiológica do creme argilas com acerola não desenvolveu fungos, mas apresentou crescimento de bactérias, mas dentro do limite recomendado pela legislação;
- ✓ Na análise de estabilidade, as amostras de creme de argilas com acerola não apresentou separação de fases, as propriedades organolépticas de cor, odor e

## CAPÍTULO 5

aspecto permaneceram inalteradas durante os testes, os valores de pH ajustado mantiveram próximos do pH da pele e a viscosidade manteve-se constante;

- ✓ Na análise reológica não ocorreu linearidade dos valores da taxa de deformação em relação à tensão de cisalhamento para as três concentrações, configurando comportamento de fluxo não-Newtoniano pseudoplástico, a concentração com 3% de ativos melhor se ajustou ao modelo reológico;
- ✓ A hidratação com uso das duas sondas, a elasticidade e a porosidade da pele dos voluntários, apresentaram resultados significativos, o brilho e a oleosidade, da pele dos voluntários apresentaram resultados não significativo com uso do creme facial argilas com acerola.
- ✓ Os três patamares significativos estão relacionados de acordo com literatura, mostrando atuação do creme argilas com acerola, refletindo em uma pele hidratada, saudável e viçosa.
- ✓ Na análise sensorial, a oleosidade, a firmeza e a avaliação global foram os atributos mais bem avaliados com maiores porcentagens. Na atitude de compra foi constatado que 50% dos avaliadores comprariam o creme argilas com acerola.

## REFERÊNCIAS

ABOSAOODA, M. et al. Role of vitamin C in the protection of the gum and implants in the human body: theoretical and experimental studies. *Int. J. Corros. Scale Inhib.*, v. 10, n. 3, p. 1213–1229, 2021.

ABUÇAFY, Marina. *Desenvolvimento e caracterização de formulação cosmética contendo nanopartículas de dióxido de titânio para proteção solar*. 2013, 69 p. Monografia (graduação). Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2013.

AHMED, Mahmood et al. Sodium benzoate and potassium sorbate in pakistani retail foodstuffs. *Int. J. Chem. Res.*, v. 3, n. 6, p. 1-6, 2013.

AKON, Tanzia et al. Demonstration of in vitro antibacterial activity of the popular cosmetics items used by the Dhaka locality. *Asian Pacific Journal of Tropical*, v. 5, p. 121-126, 2015.

AL-HASHEMI, Hamzah; Al-AMOUNDI, Omar. A review on the angle of repose of granular materials. *Powder Technology*, v. 330, p. 397-417, 2018.

ALMEIDA, Ana Carolina et al. Aplicação de nanotecnologia em embalagens de alimentos. *Polimeros*, v. 25, p. 89-97, 2015.

ALMEIDA, FRANCO E TAVARES. Influência do tipo de argila no processo de solidificação/estabilização de lodo têxtil. *Cerâmica*, v. 61, p. 137-144, 2015.

ANNWAMBUIMUNYAKA, Edwardmakule et al. Thermal Stability of L-Ascorbic Acid and Ascorbic Acid Oxidase in Broccoli (Brassica oleracea var. italica). *Food Science*, v. 75, n. 4, p. 335-340, 2010.

ANVISA. *Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos*. 5ª ed. Brasília: Editora Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), 2004.

ANVISA. *Farmacopeia Brasileira*. 1ª ed. Brasília: Editora Fiocruz, 2010.

ANVISA. *Farmacopeia Brasileira*. 6ª ed. Brasília: Editora ANVISA, 2019.

ANVISA. *Formulário Nacional da Farmacopeia Brasileira*. 2ª ed. Brasília: ANVISA, 2012.

ANZALDÁUA-MORALES, A. *La evaluación sensorial de los alimentos en la teoría y la práctica*. Zaragoza: Editora Acribia SA, 2006.

AWOYAMA, Silvia; VIEIRA, Diana; CARVALHO, Claudemir d e. Usos terapêuticos e cosmeceuticos da argila mineral branca. *Rev Ciên Saúde*, v. 6, n. 1, p. 53-61, 2021.

BABY, André. Estabilidade e estudo de penetração cutânea in vitro da rutina veiculada em uma emulsão cosmética através de um modelo de bio membrana alternativo. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêutica*. V.44, n. 2, p. 234-248.

BALDUINO, Ana Paula. *Estudo da Caracterização e composição de argilas de uso cosmético*. 2016, 57 p. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Goiás, Jataí, 2016.

BARATA; ANGÉLICA. Caracterização dos resíduos cauliníticos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia como matéria-prima para produção de pozolanas de alta reatividade. *Cerâmica*, v. 58, p. 36-42, 2012

BARROS, Rafaela. *Formulação de esfoliante facial à base de argila e avaliação da eficácia por métodos histológicos e bioquímicos*. 2014, 62 p. Monografia (graduação). Universidade Federal de Capina Grande, Paraíba, 2014.

BEAUTYAGE. Empresa brasileira de dermocosméticos. *Beautyage*, 2023. Disponível em: <https://www.beautyage.com.br/>. Acesso: 14 ago. 2024.

BERGAYA and LAGALY General introduction: clays, clay inerals, and clay science *Handbook of Clay Science*, v. 1, p. 1-18, 2016.

BETTIOL , Paula. Na utilização de argila bentonita liofilizada na adsorção de micotoxinas “aflatoxina b<sub>1</sub> -2018, 102 p. Dissertação (mestrado). Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, 2018.

BOHJANEN, Kimberly. Estrutura e funções da pele. *Book pt*.2017. Disponível: <<https://www.booki.pt/userfiles/files/loja/preview/9788580553796.pdf>>. Data de acesso: 23 jul. 2024.

BONTORIM, Gisela. *Estudo de estabilidade de emulsão cosmética utilizando reologia e técnicas convencionais de análise*. 2009. 74 p. Mestrado (dissertação). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

BRAGA, Adriano. influência da temperatura e do tamanho de partículas no comportamento reológico do suco de abacaxi “pérola” (*Ananas comosus (L.) Merr.*). 2007. 74 p. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2007.

BRAGA, Marcela. Viabilidade da aplicação de técnicas biométricas para a hidratação da pele em clínicas de estética. 2022. 37 p. Monografia (graduação) – Universidade de Brasília, Brasília, 2022.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 169, de 01 de setembro de 2016. Dispõe sobre o "Regulamento Técnico Geral para fixação dos Padrões de Identidade e Qualidade para Polpa de Fruta", **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 2016.

BRITO, Mikaela. Desenvolvimento de emulsão à base de argila verde para tratamento de oleosidade cutânea. 2015. 37 p. Monografia (graduação). Universidade Estadual de Goiás, Itumbiara, 2015.

BUDECKA, Angela and Kunicka-Styczyńska, Alina. Microbiological contaminants in cosmetics – isolation and characterization. *Biotechnol Food Sci*, v. 78, n. 1, p 15-23. - 1, 2014.

CÂMERA, Maria Eduarda; TAVARES, Maria Isabel. *Análise da utilização da vitamina C em formulações cosméticas no combate aos radicais livres*. 2019. 30 p. Monografia (graduação). Faculdade Pernambucana de Saúde, Recife, 2019.

CALLEGARO, Renata. Otenção e caracterização de argila organofílicas a partir de bentonita brasileira. 2017. 104 p. Dissertação (mestrado). Universidade de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

CAMPOS, Milene. Análise da escoabilidade de pós. 2012. 126 p. Dissertação (mestrado) Universidade Federal de São Carlos - São Paulo, 2012.

CAPARINO et al. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine ‘Carabao’ var.) powder. *Journal of Food Engineering*, v. 111, p. 135–148, 2012.

CARAMORI, Letícia et al. Vitamin C in Acerola and Red Plum Extracts: Quantification via HPLC, in Vitro Antioxidant Activity, and Stability of their Gel and Emulsion Formulations. *Journal of AOAC International*, v. 101, n. 5, p. 1461-1465, 2018.

CARDOSO, Oldemar. Preparação de resinas de poliuretana à base de óleo de mamona e dietanolamina. 2007. 98 p. Dissertação (mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

CARRADO et al. Synthetic Clay Minerals and Purification of Natural Clays. *Developments in Clay Science*, v. 1, p. 115-139, 2006.

CASA DA ESTÉTICA. *Óxido de alumínio*. Casadaestetica, 1997. Disponível em: <https://www.casadaestetica.com.br>. Acesso em 10 out. de 2024.

CAVALARI, Tainah; SANCHES, Rosely . Os efeitos da vitamina C. *Revista Saúde em Foco*, p 749-765, 2018.

CAVALCANTI, Roberta. *Potencialidades de argilas bentoníticas naturais e organofílicas da Paraíba para aplicação cosmética*. 2016. 101 p. Dissertação (mestrado). Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2016.

CAVALACANTI, Wilma et al. 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.

CESSA, Raphael et al. Área superficial específica, porosidade da fração argila e adsorção de fósforo em dois latossolos vermelhos. *Bras. Ci. Solo*, v. 33, p. 1153-1162, 2009.

CHAUDHRI, S.; JAIN, N. History of cosmetics. *Asian Journal of Pharmaceutics*, p. 164-167, 2009.

CHAVES, Maria et al. Caracterização físico-química do suco da acerola. *Revista de biologia e ciências da terra*, v. n. 2, 2004.

CHEGATTI, Schirlene. Estudo da influencia da bentonita presente nas areias descartadas de fundição na contaminação do solo e águas subterrâneas. 2012. 146 p. Tese (doutorado). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

CLAUER, Nobert, CHAUDHURI, Sambhu. *Clays in Crustal*, v. 2, Estrasburgo : Springer, 1995.

COELHO, Antonio; SANTOS, Pércio; SANTOS, Helena. Argilas especiais: o que são, caracterização e propriedades . *Química NOVA*. v. 30, n. 1, p. 146-148, 2007.

COMPARSI, Damian et al. *Estudo preliminar do uso dos finos do resíduo da areia verde de fundição no desenvolvimento de pastas geopoliméricas*. Encontro nacional de tecnologia do ambiente construído, Porto Alegre, nov. 2020.

CORREIA, Nágila et al. Avaliação do comportamento reológico de diferentes géis hidrofílicos. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*. v. 41, n. 1, p. 1-6, 2005.

CORTES, Guilherme et al. Bentonitas do Brasil, características e usos. In: Congresso Nacional de Engenharia, Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis, 3, 2018, Anais...São Paulo, 2018.

COSTA, Beatriz. *Desenvolvimento de formulação cosmética: creme e esfoliante facial, utilizando o caldo e pó da casca de abacaxi [Ananas Comosus (L.) Merrill]*. 2022. 45 p. Monografia (graduação). Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2022.

COSTA, Camila. Caracterização reológica de fluidos complexos. *Revista Brasileira de Iniciação Científica*, v. 4, n. 7. p. 1-26, 2017.

COSTA, Cláudia; BARJA, Paulo; VIEIRA, Débora. Proposta de caracterização fotoacústica do nível de oleosidade da pele. *Revista Varia Scientia*, v. 8, n. 14, p. 67-80, 2009.

COSTA, Carolyne et al. Qualidade microbiológica de cosméticos industrializados: uma revisão da literatura. *Revista Brasileira Militar de Ciências*, v. 9, n. 23, p. 1-12, 2023.

COURAGE-KHAZAKA. *Skin-pH-Meter PH 90*. 2024. Disponível: < <https://www.courage-khazaka.com> > Data de acesso: 30/05/2025.

COUTO, Meylene Aparecida; CANNIATTI-BRAZACA, Solang. Quantificação de vitamina C e capacidade antioxidante de variedades cítricas. *Ciência Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v. 3, p. 15-19, 2010.

CUNHA, Fabíola; TOREM, Mauricio; D'ABREU, José. A influência do pH na reologia de polpas de caulim. *R. Esc Minas*, Ouro Preto, v. 60 n. 3, p. 505-511, 2007.

DALLAN, Paula. Síntese e caracterização de membranas de quitosana para aplicação na regeneração de pele. 2005, 212 p. Tese (doutorado). Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2018.

DAMANASCENO, Gabriel et al. Use of *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill extracts from Brazilian Caatinga as an alternative of natural moisturizer in cosmetic formulations. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 52, n. 3, p. 460-470, 2016.

DANELUZ, Zúlia. *A Influência de diferentes concentrações de argila como princípio ativo em formulações cosméticas*. 2018. 51 p. Monografia (graduação). Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2018.

DELVA, Lemâne; SCHNEIDER Renée. Acerola (*Malpighia emarginata* DC): Production, Postharvest Handling, Nutrition, and Biological Activity. *Food Reviews International*, v. 29, p. 107-126, 2013.

ESTEVES, Eduardo. *Introdução à análise sensorial*. ualg.academia.edu, 2014. Disponível em: <[www. https://ualg.academia.edu/eesteves](https://ualg.academia.edu/eesteves)>. Acesso em: 27 mai. de 2024.

FAVERO, Juliana et al. Physical and chemical characterization and method for the decontamination of clays for application in cosmetics. *Applied Clay Science*. v. 124-125, p. 252-259, 2016.

FERNANDES; BORGESB; BOTREL. Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated rosemary essential oil properties. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, Campinas, v. 33, n. 1, p. 171-178, 2013.

FERNANDES, Elaine et al. Argila bentonita: uma breve revisão das propriedades e aplicações. *Research, Society and Development*, v. 1, n. 2, p.1-16, 2023.

FERREIRA, Carneiro et al. Brazilian varieties of acerola (*Malpighia emarginata* DC.) produced under tropical semi-arid conditions: Bioactive phenolic compounds, sugars, organic acids, and antioxidant capacity. *Journal of Food Biochem*, p. 1-12, 2021.

FERREIRA, Eliomar et al. Reologia de suspensões minerais: uma revisão. *R. Esc. Minas, Ouro Preto*, v. 58, n. 1, p. 83-87, 2005.

FIGUEIREDO et al. Influência da composição e das variáveis de processamento de formulações à base de argilas - uso em materiais refratários. *Cerâmica*, v. 64, p. 10-19, 2018

FIRMINO, Clara et al. avaliação da qualidade de bases farmacêuticas manipuladas no município de Jundiaí – SP. *Revista Multidisciplinar da Saúde*, v. 3, n. 5, p. 2-14, 2011.

FLUHR, Joachim et al. Comparative study of five instruments measuring stratum corneum hydration (Comeometer CM 820 and CM 825, Skicon 200, Nova DPM 9003, DermaLab). Part I. In vitro. *kin Research and Technology*, v. 5, p. 161-170, 1999.

FOGAROLLI, Pedro. *Toxicidade de conservantes cosméticos: uma revisão*. 2024. 60 p. Monografia (graduação). Universidade Federal de Uberlândia, Minas Gerais, 2024.

FORMARIZ, Thalita et al. Microemulsões e fases líquidas cristalinas como sistemas de liberação de fármacos. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, v. 41, n. 3, p. 1-13, 2005.

FOROUGH, Mahsa; SALEM, Amin; Shiva, SALEM. Potential of fusion technique in production of mesoporous zeolite A powder from poor kaolin through modification by boehmite: Effect of clay mineralogy on particle morphology. *Advanced Powder Technology*, v. 32, p. 2423-2432, 2021.

FRANCO, Talita et al. Effects of foam mat drying on physicochemical and microstructural properties of yacon juice powder. *LWT - Food Science and Technology*, v. 66, p. 503-513, 2016.

FREITAS, Claia; et al. Acerola: produção, composição, aspectos nutricionais e produtos. *R. Bras. Agrociência*, Pelotas, v. 12, n. 4, p. 395-400, out./dez., 2006

GALEMBECK, Fernando; CSORDAS, Yara. Cosméticos: a química da beleza. *Fisiosale online*, 2011. Disponível: <https://www.fisiosale.com.br>. Acesso: 22 set. 2024.

GALVÃO, Ana Laura; GRANZOTTI, Giovana; NAVARRO, Fernanda. Extrato de acerola em formulações cosmética. *Cosmetics & Toiletries*, v. 31, p. 1-5, 2019.

GAMA et al. Hydrocyclone performance for bentonite clay purification. *Chemical Engineering Research and Design*, v. 161, p. 168-177, 2020.

GOMES, Celso et al. Benefits and risks of clays and clay minerals to human health from ancestral to current times: asynoptic overview. *Clays and Clay Minerals*, v. 69, n. 5, p. 612-632, 2021.

GOMES, Lorena; SANTOS, Nikary; CARDOSO, Alessandra. Qualidade microbiológica de cosméticos industrializados: estudos experimentais com bases faciais líquidas. *Revista Brasileira Militar de Ciências*, v. 7, n. 19, p. 62-68, 2021.

GOMES, Patrícia; FIGUEIRÊDO, Rossana; QUEIROZ, Alexandre. Caracterização e isotermas de adsorção de umidade da polpa de acerola em pó. *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, Campina Grande, v. 4, n. 2, p. 157-165, 2002.

GONÇALVES, Jumara. Estudo do efeito da aplicação de argilas tipo caulim e bentonita como esfoliantes em sabonetes faciais em barra. 2023. 108 p. Dissertação (mestrado). Universidade de São Paulo, São Paulo, 2023.

GORKOM, Gwendolyn et al. The Effect of Vitamin C (Ascorbic Acid) in the Treatment of Patients with Cancer: A Systematic Review. *Nutrients*, v. 11, n. 977, p. 2-15. , 2019.

GREM, Isabel Cristina et al. *Obtenção e caracterização de creme anticelulite à base de fitoterápicos*. 2006, 50 p. Monografia (graduação). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.

GUIA DE MICROBIOLOGIA. Controle microbiológico na indústria de higiene pessoal, perfumaria e cosméticos. 2015. Disponível em:< [www. https://abihpec.org.br/](https://abihpec.org.br/)>. Acesso em: 5 mai. de 2025.

GUIMARÃES, Samantha. Desenvolvimento e avaliação de formulação cosmética contendo argila bentonita. 2021. 126 p. Dissertação (mestrado). Universidade Federal da Paraíba, 2021.

HAYDN and MURRAY. kaolin Applications. *Evolução da Clay Science*, v. 6, p. 85-109, 2006.

HE, Haijie et al. Adsorption of Rhodamine B from Simulated Waste Water onto Kaolin-Bentonite Composites. *Materials* v. 15, n. 12, p. 4058, 2022.

HEINRICH et al. Multicentre comparison of skin hydration is terms of physical-, physiological- and product dependente parameters bythe capacitive method (Corneometer CM 825). *Internacional journal of cosmetic*, v. 25, p. 45-53, 2003.

HENRRIQUE, Aparecida. 2021. *Prospecção de ativos vegetais para o controle da dilatação de poros faciais*. Dissertação (mestrado). Universidade Estadual Paulista, 2021.

HOEHNE , Lucélia; MARMITT, Gabriela. Métodos para a determinação de vitamina c em diferentes amostras . *Revista Destaques Acadêmicos*, v. 11, n. 4, p. 36-55, 2019.

HUI. *Sensory evaluation of dairy products*. In: *Dairy science and technology handbook*. New York: Editora VCH publishers, v. 1, 2007.

IRIANY et al. Preparation and Characterization of Coconut Oil Based Soap with Kaolin as Filler. *Journal of Physics: Conference Series*, v. 1542, p. 1-7, 2020.

ISLAM et al. Effects of micro wet milling and vacuum spray drying on the physicochemical and antioxidant properties of orange (Citrus unshiu) juice with pulp pow *food and bioproducts processing*. 101, p. 132-144, 2017

ISLAM et al. Effect of vacuum spray drying on the physicochemical properties, water sorption and glass transition phenomenon of orange juice powder. *Journal of Food Engineering*, v. 169, p. 131-140, 2016.

JINAPONG; SUPHANTHARIKA, M ; JAMNONG, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, v. 84, p. 194-205, 2008.

JUNGES, Ana Elisa. Recursos estéticos para tratamento de cicatrizes de acne. 2021. 58 p. Monografia (graduação). Centro Universitário Unifasipe, Mato Grosso do Sul, 2021.

JÚNIOR et al. First record of acerola weevil, *Anthonomus tomentosus* (Faust, 1894) (Coleoptera: Curculionidae). *Braz. J. Biol*, V. 77, n. 4, p. 803-808, 2017.

KAKUDO, Natsuko et al. Anovel method to measure conspicuous facial pores using computer analysis of digital-camera-captured images: the effect of glycolic acid chemical peeling. *Skin Research and Technology*, v. 17, p. 427-43, 2011.

KASHIOURIS, Markos et al. The Emerging Role of Vitamin C as a Treatment for Sepsis. *Nutrients*, v. 12, n. 292, p. 2-16, 2020.

KATO et al. Tatsuya et al. Effect of physicochemical character differences on the genotoxic potency of kaolin. *Genes and Environment*, v. 39, n. 12, p2-10, 2017.

KMIEC, Małgorzata; PAJOR, Anna; BRONIARCZYK-DYŁA, Grażyna. *Postep Derm Alergol* 2013; v. 6, p. 343–349, 2013.

KUMAR, Awinash; LINGFA, Pradip. Sodium bentonite and kaolin clays: Comparative study on their FT-IR, XRF, and XRD. *Materials Today: Proceendings*, v. 22, p. 737-742, 2020.

LANGE, Marcela; HEBERLÉ, Graziela; MILÃO, Denise. Avaliação da estabilidade e atividade antioxidante de uma emulsão base não-iônica. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*vol, v. 45, n. 1, p. 146-151, 2009.

LEANDRO et al. Estudo do resíduo de caulim pegmatítico usado como ingrediente na formulação de cimento Portland. *Holos*, Natal, v. 6, p. 224-232, 2017.

LEI, Ting et al. Efficacy of Vitamin C Supplementation on Chronic Obstructive Pulmonary Disease (COPD): A Systematic Review and Meta-Analysis. *International Journal of Chronic Obstructive Pulmonary Disease*, v. 17, p. 2201–2216, 2022.

LEITÃO, Erica; MARTIM, Salomão; SANTOS, Viviane. Análise do tratamento da acne com a utilização do Ácido salicílico. *Research, Society and Development*, v. 11, n. 15, p. 1-7, 2022.

LEME, Paula. Uso de bentonita como aditivo impermeabilizante em argamassa polimérica cimentícia. 2024. 116 p. Dissertação (mestrado), Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2024.]

LENG, Yang. Materials characterization Introduction to Microscopic. 2º ed. Hong Kong: Editora John Wiley & Sons (Asia) Pte Ltd, 2008.

LIMA, CARMO; ROSA. Diagnóstico dos impactos ambientais decorrentes do beneficiamento de caulim no município de Equador – RN. *Revista de Biologia e Ciências da terra*, Paraíba, v. 10, n. 2, p. 91-96, 2010.

LIMA, Francielly et al. *Creme a base de ácido ascórbico para o tratamento do melasma*. 2018. 41 p. Monografia (graduação). Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza, São Paulo, 2018.

LIMA, Renata. “Análise da secagem convectiva de folhas de manjeriço (*ocimum basilicum* L.)” - 2013, 145 p. Tese (doutorado). Universidade de São Carlos, São Paulo, 2013.

LEONARDI, Gislaine; GASPAR, Lorena; CAMPOS, Patrícia. Estudo da variação do pH da pele humana exposta à formulação cosmética acrescida ou não das vitaminas A, E ou de ceramida, por metodologia não invasiva. *An bras Dermatol*, Rio de Janeiro, v. 77, n. 5, p. 563-569, 2002.

LIU, Ji-kai. Natural products in cosmetics. *Natural Products and Bioprospecting*, v. 12, n. 40, p. 2-43, 2022.

LUOA, Xueli, et al. N,S co-doped carbon dots based fluorescent “on-off-on” sensor for determination of ascorbic acid in common fruits. *Food Chemistry*., v. 258, p. 214-221, 2018.

LUZ, Adão et al. Argila-Caulim. *Mineralis online*, 2008. Disponível em: <http://www.mineralis.cetem.gov.br>. Acesso em: 29 de maio de 2024.

LUZ, Adão; OLIVEIRA, Cristiano. Argila-Bentonita. *Mineralis online*, 2008. Disponível em: <http://www.mineralis.cetem.gov.br>. Acesso em: 30 de maio de 2024.

MACHADO, Mary. *Análise térmica diferencial e termogravimétrica*, 2008.

MAMUDU, Angela et al. Parametric investigation of indigenous Nigerian mineral clay (Kaolin and Bentonite) as a filler in the Fluid Catalytic Cracking Unit (FCCU) of a petroleum. *Alexandria Engineering Journal*. v. 59, p. 5207-5217, 2020.

MANELA-AZULAI, Mônica et al. Vitamina C. *An bras Dermatol*, v. 8, n. 3, p. 265-274, 2003.

MAKGOBOLE, Mokgadi; MPOFANA, Nomakhosi; AJÃO, Abdulwakeel. Medicinal Plants for Dermatological Diseases: Ethnopharmacological Significance of Botanicals from West Africa in Skin Care. *Cosmetics*, v. 10, n. 167, p. 2-46, 2023.

MAGELA, Talicia; MARTINS, Adrianna. Benefícios da vitamina C na pele. *Centro Científico Conhecer*, v.18 n.35; p. 41-55, 2021.

MÁRTIRES, Raimundo. *Caulim*, 2009. Disponível em: < [www.https://static.oleiloes.com.br/](http://www.https://static.oleiloes.com.br/) >. Acesso em: 11 nov. de 2024.

MATOS, Simone. *Cosmetologia aplicada*. 1º ed. São Paulo : Editora: Érica Ltda, 2014.

MATTIOLI, Michele. et al. Mineralogical characterization of commercial clays used in cosmetics and possible risk for health. *Applied Clay Science*. v. 119, p. 449-454, 2019.

MAZZARELLO, Vittorio et al. Clinical Assessment of New Topical Cream Containing Two Essential Oils Combined with Tretinoin in the Treatment of Acne. *Clinical, Cosmetic and Investigational Dermatology* , v. 1, p. 234-239.

MEDEIROS, Magna; LANNES, Suzana. Propriedades físicas de substitutos do cacau. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, Campinas, v. 30, n. 1, p. 243-253, mai. 2010.

MEDEIROS, Maria et al. Escoabilidade de leitos de partículas inertes com polpa de frutas tropicais. Efeitos na secagem em leito de jorro. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 5, n. 3, p. 475-480, 2001.

MEDICAL EXPO. *Cutaneous sebum analysis system Sebumeter® SM 815*. Disponível: <<https://www.medicaexpo.com>>. Acesso: 08 set. 2024.

MELO, Cilene; DOMIGUES, Robson; LIMA, Anderson *Elaboração de géis e análise de estabilidade de medicamentos*. Belém : Editra EDUEPA, 2018.

MELO, Maísa; CAMPOS, Patrícia. Bioengenharia Cutânea: Técnicas para Avaliar a Hidratação e a Oleosidade da Pele. *Cosmetics online*. 2024. Disponível: <https://www.cosmeticsonline.com.br/artigo/46>. Acesso: 08 set. 2024.

MELO, Maísa; CAMPOS, Patrícia. Propriedades Mecânicas da Pele. *Cosmetics & Toiletries (Brasil)*, v. 28, p. 32- 36, 2016.

MENEZES et al. Argilas bentoníticas de Cubati, Paraíba, Brasil: Caracterização física-mineralógica. *Cerâmica*, v. 55. p. 63-169, 2009.

MENEZES et al. Atividade pozolânica dos resíduos do beneficiamento do caulim para uso em argamassas para alvenaria. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, Capina Grande, v. 13, n. 6, p. 795-801, 2009.

MENEZES et al. Estudo do comportamento reológico das argilas bentoníticas de Cubati, Paraíba, Brasil. *Cerâmica*, Capina Grande, v. 55, p. 349-355, 2009.

MENEZES et al. Utilização do residuo do beneficiamento do caulim para a produção de corpos mulíticos. *Cerâmica*, v. 52. p. 388-395, 2007.

MEZADRI et al. Antioxidant compounds and antioxidant activity in acerola (*Malpighia emarginata* DC.) fruits and derivatives. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 21, p. 282-290, 2008.

MINISTÉRIO DA SAÚDE - Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Resolução nº 481, de 23 de setembro de 1999. *Bvsms online*, 1999. Disponível: <https://www.bvsms.saude.gov.br>. Acessado: 03 ago. 2024.

MINKYUNG, Bae; HYEYOUNG, Kim. The Role of Vitamin C, Vitamin D, and Selenium in ImmuneSystem against COVID-19. *Molecules*, v. 25, n. 5346, p. 2-12, 2020.

MILAN, Ana Lúcia et al. Estudo da hidratação da pele por emulsões cosméticas para xerose e sua estabilidade por reologia. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, v. 43, n. 4, p 1-9, 2007.

MILREU, Poliana. *Cosmetologia*. São Paulo Editora: Pearson Education do Brasil, 2012.

MONTEIRO, Mariana et al. Development of Polycaprolactone/Poly (Vinyl Alcohol)/Clay Microparticles by Spray Drying *Materials Sciences and Applications*, v. 7. n. 10, 2016.

MORAIS, Gilsane et al. Development of O/W Emulsions with Annatto Oil (*Bixa orellana*) Containing Liquid Crystal. *Journal of Dispersion Science and Technology*, v. 26, p. 591–596, 2005.

MORENO-MAROTO, José Manuel; ALONSO-AZCÁRATE, Alonso. What is clay? A new definition of “clay” based on plasticity and its impact on the most widespread soil classification systems. *Applied Clay Science*, v. 161, p. 57-63, 2018.

NASCIMENTO; FERREIRA; NEVES. Reologia de argilas bentoníticas do estado da Paraíba aditivadas com MgO – Resultados preliminares *Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 10, n. 3, p. 144-151, 2015.

NATURE CENTER. *Naturecenter* 2023. Disponível em: <https://www.naturecenter.com.br/silicio>. Acesso: 20 set. 2024.

NISBET. Cosmetic benefit of a biomimetic lamellar cream formulation on barrier function or the appearance of fine lines and wrinkles in randomized proof-of-concept clinical studies. *International Journal of Cosmetic Science*, v. 41, p. 1–11, 2019.

NAKOSI, S'busiso; THEMBANE, Nokukhanya. Physical, chemical and biological characteristics of clays from Durban (South Africa) for applications in cosmetics. *Research Article.*, v. 5, p. 1-12, 2024.

NOOR, Rashed et al. Safe usage of cosmetics in Bangladesh: a quality perspective based on microbiological attributes . *JOURNAL of Biological Research*, v. 22, n. 10, p. 2-6, 2015.

NUNES et al. Determinação do ângulo de repouso, volume unitário, eixos ortogonais e esfericidade de trigo. *Acta Iguazu, Cascavel*, v. 3, n. 2, p. 77-86, 2014.

OLAREMU, Abimbola. Physico-Chemical Characterization of Akoko Mined Kaolin Clay. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, v. 3, p. 353-361, 2015.

OLIVEIRA, Ana Letícia. Elaboração e caracterização físico-química de um creme Facial com o extrato glicólico de *Mulateiro Calycophyllum Spruceanum Rubiaceae*. 2023. 33 p. Univesidade Federal da Amazônia, Coari, 2023.

OLIVEIRA, Andressa et al. nos efeitos do ácido ascórbico no combate ao envelhecimento cutâneo. *BWS Journal*, v. 1, p. 1-7, 2018.

OLIVEIRA, Angela. Desenvolvimento de formulações cosméticas com ácido hialurônico. 2009. 100 p. Dissertação (mestrado). Universidade do porto, 2009.

OLIVEIRA, Rita et al. An Overview of Methods to Characterize Skin Type: Focus on Visual Rating Scales and Self-Report Instruments. *Cosmetics*, v. 10, n. 14, p. 2-15, 2023.

*Oxido de alumínio*, 1997. Disponível em: <[www. https:// casadaestetica.com.br/oxido-de-aluminio](https://casadaestetica.com.br/oxido-de-aluminio)>. Acesso em: 10 out. de 2024.

PATRI, Patrícia. Estabilidade dos componentes funcionais de geleia de yacon, goiaba e acerola, sem adição de açúcares. *Braz. J. Food Technol.*, v. 12, n. 4, p. 285-294, 2009.

PEREIRA et al. Caracterização de argilas bentoníticas do município de sossego-Paraíba. In: Congresso brasileiro de cerâmica, 58, 2014, Bento Gonçalves, *Anais...* Rio Grande do Sul, 2014. p. 1-12.

PETRUCI, João; CARDOSO, Arnaldo; PEREIRA , Elisabete. Desenvolvimento e validação de método analítico para determinação de benzoato, sorbato, metil e propilparabenos em produtos alimentícios utilizando a eletroforese capilar. *Quim. Nova*, v. 34, n. 7, p. 1177-1181, 2011.

PINHEIRO et al. Avaliação das propriedades adsorptivas de um caulim brasileiro para uso na indústria cosmética In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, 64, 2020, São Paulo, *Anais...* Água de Lindoias, 2020, p. 33-41.

PRAKASH, Anand et al. Implication of processing and differential blending on quality characteristics in nutritionally enriched ketchup (Nutri-Ketchup) from acerola and tomato. *Food Sci Techno*, v. 56, n. 8, p. 3175-3185, 2016.

PULLAR, Juliet; CARR, Anitra; VISSERS, Margreet. The Roles of Vitamin C in Skin Health . *Nutrients*, v. 9, n. 866, p. 2-27, 2017.

QUATUM AESTHETICS. *API-100 analisador facial*. 2023. Disponível em: <[www. https:// quantumaesthetics.es](https://quantumaesthetics.es)>. Acesso em: 3 mai. de 2025.

RAMESHAIAH et al. Activated bentonite clay–based dry-wash purification of waste cooking oil biodiesel in comparison with a wet washing process. *Biomass Conversion and Biorefinery*, v. 14, p. 5135-5147, 2022.

RASCHE, Willian. *Formulação e análise de gel-creme hidratante facial*. 2014. 19 p. Monografia (graduação). Centro Universitário Univates, Lajeado, 2014.

REBONATTO, Bianca et al. Sinergismo entre Ácidos orgânicos e Sorbato de potássio no controle de *Aspergillus flavus*. *Segur. Aliment. Nutr.*, Campinas, v. 25, n. 3, p. 114-125, 2018

RICO, Felipe et al. Meta-Analysis and Analytical Methods in Cosmetics Formulation: A Review. *Cosmetics*, v. 11, n. 1, p. 2-45, 2024.

RINCÓN-FONTÁN et al. Potential application of a multifunctional biosurfactant extract obtained from corn as stabilizing agent of vitamin C in cosmetic formulations. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, v. 16, p. 2-7, 2020.

RITZINGER, Rogério; RITZINGER, Cecília. Acerola. *Agropecuário*, Belo Horizonte, v. 32, n. 264, p. 17-25, 2011.

RODRIGUES, Ana Paula. Geoterapia e seus benefícios. Distrito Federal: Editora UNICEPLAC, 2022.

RODRIGUES, Guilherme; MARCHETTO, Otávio. *Análises Térmicas*, apostilha. Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal de Santa Catarina, 2024.

ROSÁRIO et al. Marcelino. Study of stability of cosmetic emulsion with potential of hydrating cream for the treatment of cutaneous xerosis using babassu oil (*Orbignya phalerata martius*) *Brazilian Journal of Development*, Curitiba, v.7, n.3, p. 29552-29570, 2021.

ROOSELLI, Carla et al. Essential and toxic elements in clays for pharmaceutical and cosmetic use. *Journal of Toxicology and Environmental Health*, v. 78, p. 316–324, 2015

SALES et al. Caracterização térmica e espectroscópica de argilas para uso em áreas críticas de enfermarias hospitalares. Universidade Federal de Capina Grande, 2024.

SANTANA, Maristela et al. Área superficial e porosidade da fibra alimentar do albedo de laranja, v. 14, n. 3, p. 261-273, 2012.

SANTANA, Maristela. *Caracterização físico-química de fibra*, - 2005, 168 p. Tese (doutorado). Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2005.

SANTOS, Elenir et al. Espectrometria de fluorescência de raios-x na determinação de espécies químicas. *ENCICLOPÉDIA BIOSFERA*, Centro Científico Conhecer, Goiania, v. 9, n. 17, p. 14-34, 2013.

SANTOS, Helder et al. Análise das argilas para uso estético e medicinal. *Brazilian Journal of Development*, v. 8, n. 4, p. 31448-31467, 2022.

SANTOS; MELO; SOBRINHO. Caracterização e usos de argilas bentonitas e vermiculitas para adsorção de cobre (II) em solução. *Cerâmica*, v. 48, n. 308, p. 178-182, 2002.

SARRUF, Daud et al. The Scenario of Clays and Clay Minerals Use in Cosmetics/Dermocosmetics Cosmetics, v. 11, n. 7, p. 2-21, 2024.

SELVAMARY, Nancy; BRUNDHA, P.; GIRIJA, Smiline. Role of Vitamin C in Immune Function of Human Body. *Indian Journal of Forensic Medicine eToxicology*, v. 14, n. 4, p. 5093, 2020.

SILVA, Adriana; BELO, Pâmela, JAYME, Samuel. As propriedades benéficas da argiloterapia estética facial. *Estética e Cosmética*, v. 1, n. 1, p. 1-14, 2018.

SILVA, Alessandro; VIDAL, Mariângela; PEREIRA, Madson. Impactos ambientais causados pela mineração e beneficiamento de caulim. *Rev. Esc. Minas*, v. 54, n. 2, 2001.

SILVA et al. Efeito do armazenamento de argilas esmectíticas nas suas propriedades reológicas. *Cerâmicas*, v. 63, p. 109-115, 2017.

SILVA; FERREIRA. Argilas bentoníticas: conceitos, estruturas, propriedades, usos industriais, reservas, produção e produtores/fornecedores nacionais e internacionais. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 3.2, p. 26-35, 2008.

SILVA, Larissa et al. Análise sensorial de emulsões hidratantes do tipo óleo em água (o/a). *Ensaio online* <Disponível: <http://www.ensaios.usf.edu.br>>. Acessado 30 ago. 2024.

SILVA, Ronildo. Produção e desenvolvimento de creme hidratante a partir de extratos vegetais de cacau (*theobroma cacao*) e da amora (*morus nigra*). -2022, 34 p. Dissertação (graduação). Instituto Federal de Goiás, Campus Anápolis, 2022.

SILVEIRA, Luna; SILVA, Domingos da; GALHIANE. Caracterização físico-química de argilas para aplicação de cerâmica estrutural. In: Congresso brasileiro de engenharia e ciência dos materiais. 58º, 2020, Anais...São Pedro, v. 14. p. 301-312.

SOARES, Eliana et al. Desidratação da polpa de acerola (*malpighia emarginata* D.C.) pelo processo “foam-mat”. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, Campinas, v. 21, n. 2, p. 164-170, 2001.

SOUSA, Antonio et al. Incorporação do rejeito do desdobramento de rochas ornamentais em argila bentonita para utilização cosmética. *Brazilian Journal of Production Engineering*, v. 7, p. 2-12, 2021.

SOUSA, Lídia; HARIMA, Eiji; LEITE, José. Rejeito de caulim de APL de pegmatito do RN/PB – uma fonte promissora para cerâmica branca. *Holos*, Natal-RG, v. 3, p. 212-222, 2007.

SOUSA, Regina; LIMA, Alessandra; LIMA, Ellison. Incremento da atividade fotoprotetora e antioxidante de cosméticos contendo extratos vegetais da caatinga. *Brazilian Journal of Natural Sciences*. v. 3 n.1- p. 225 - 230, 2020.

SOUZA, Alex. *Influência de conservantes químicos na determinação da atividade antioxidante total em suco tropical de acerola*. 2013. 90 p. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2013.

SOUZA, Ivyla et al. Avaliação da qualidade microbiológica de produtos cosméticos novos e em uso. *Revista Interfaces*, v. 9, n. 2, p. 1047-1053.

SOUZA, Kellina et al. Quality of acerola (*Malpighia emarginata*) treated with gibberelic acid and stored under refrigeration *Revista Brasileira Frutic. - Jaboticabal*, v. 39, n. 4,p. 1-9. , 2016.

SOUZA, Saulo. *Avaliação de toxicidade in vitro e hidratação cutânea in vivo de Emulsão cosmética contendo óleo de Mauritia flexuosa L.* 2018. 49 p. Monografia (graduação). Universidade de Brasília, Brasília, 2018.

STUNDA-ZUJEVA, Agnese ; IRBE, Zilgma; BERZINA-CIMDINA, Liga. Controlling the morphology of ceramic and composite powders obtained via spray drying – A review *Ceramics International*, v. 43, p. 11543-11551, 2017.

SUN. Automatic facial pore analysis system using multi-scale pore detection. *Skin Research and Technology*, V. 23, P. 354-362, 2017.

TEIXEIRA, Lílían. Análise sensorial na indústria de alimentos. *Inst. Latic. “Cândido Tostes*, v. 64, n. 366, p. 12-21, 2009.

TONNESEN et al. Caracterização mineralógica e beneficiamento das bentonitas da região de Cubati e Pedra Lavrada-pb. *Hollos*, v. 1, n. 28, p. 1-13, 2012.

TONTUL, Ismail.; TOPUZ, Ayhan.; Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. *Trends in Food Science & Technology*, v. 63, p. 91-102, 2017

TRUPPEL, Amanda; MARAFON, Hellen Camila; VALENTE, Caroline. Argiloterapia: Uma revisão de literatura sobre os constituintes e utilizações dos diferentes tipos de argila. *Faz ciência* v. 22, n. 36, p. 143-163, 2020.

TOYOKI, Bruna; OLIVEIRA, Ana Caroline. *Argiloterapia: levantamento dos constituintes e utilizações dos diferentes tipos de argila*. 2015. 22 p. Monografia (graduação). Centro Universitário das Faculdades Metropolitanas Unidas, São Paulo, 2015.

UDDIN, Mohammad et al. The protective role of vitamin C in the management of COVID-19: A Review. *Journal of the Egyptian Public Health Association*, v. 96, n. 33, p. 2-8, 2021.

URRUCHURTO et al. Spray-drying for the preparation of Al–Co–Cu pillared clays: A comparison with the conventional hot-drying method. *Powder Technology*, v. 239, p. 451-457, 2013.

VAN LE, Le Hong; MAN LE, Van Viet Comparison of enzyme-assisted and ultrasound-assisted extraction of vitamin C and phenolic compounds from acerola (*Malpighia emarginata* DC.) fruit . *International Journal of Food Science and Technology*, v. 47, p. 1206-1214, 2012.

VEGA-BAUDRIT, José Roberto et al. Acerola (*Malpighia spp.*) Waste: A Sustainable Approach to Nutraceutical, Pharmaceutical, and Energy Applications. *Recycling*, v. , n. 96, p. 2-22, 2023.

VELASCO, Maria Valéria et al. Characterization and Short-Term clinical study of clay facial mask. *Rev Ciênc Farm Básica Apl.*, v. 37, n. 1, p. 2-6, 2016.

VELDE. *Origin and Mineralogy of Clays* New York: Editora Springer, 1995.

VISERAS, César et al. Clays in cosmetics and personal-care products. *Clays and Clay Minerals*, v. 19. n. 5, p. 561-575, 2021.

VOEGELI, Rainer. A comprehensive comparison of facial skin hydration based on capacitance and conductance measurements in Chinese women. *Int J Cosmet Sci.*, v. 44, p. 703-718, 2022.

WANCZINSKI, Bruna; BARROS, Claudia; FERRACIOLI, Denize. Hidratação do tegumento cutâneo. *Rev. Uningá. Maringá-PR*, n.12, p. 171-186, 2007.

YANG, Manli et al. Lipidomic analysis of facial skin surface lipid reveals the causes of pregnancy-related skin barrier weakness. *Scientific Reports*, v. 11, p. 1-10, 2021.

YORGANCIOGLU, Ali; BAYRAMOGLU, Eser Eke . Production of cosmetic purpose collagen containing antimicrobial emulsion with certain essential oils. *Industrial Crops and Products*, v. 44, p. 378–382, 2013.

ZAGUE, Vivian. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física e físico-química de máscaras faciais e argilosas. 2007. 160 p. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de São Paulo, São Paulo, 2007.

ZENEBON, Odair; PASCUET, Neus ; TIGLEA, Paulo. *Métodos físico-químicos para análise de alimentos* , 4º ed. São Paulo : Editora Instituto Adolfo Lutz, 2008.

ZHANG et al. Comprehensive assessment of the efficacy and safety of a clay mask in oily and acne skin. *Skin Res Technol.*, v. 29, p. 1-7, 2023.

ZHANG et al. Geopolymer from kaolin in China: An overview. *Applied Clay Science*, v. 119, p. 31-41, 2016.

## **ANEXO A: Termo de consentimento livre e esclarecimento (TCLE)**

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

Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira  
Profa. Dra.: Melânia Lopes Cornélio  
Doutoranda: Poliana Soares Martins

### **TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)**

Prezado (a) Senhor (a) Esta pesquisa é sobre o **DESENVOLVIMENTO DE COSMÉTICO FACIAL CONTENDO BENTONITA, CAULIM E ACEROLA (*Malpighia emarginata* DC) E AVALIAÇÃO SENSORIAL**. E está sendo desenvolvido por Poliana Soares Martins, 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). O objetivo do estudo é desenvolver um cosmético facial com Bentonita, caulim e acerola em diferentes concentrações promovendo a ação antienvelhecimento na pele e avaliar a percepção dos consumidores diante de suas características sensoriais e bem como sua aceitabilidade no mercado.

Solicitamos a sua colaboração para responder a entrevista e se apto, participar da análise sensorial do cosmético facial com Bentonita, caulim e acerola, como também sua autorização para apresentar os resultados deste estudo em eventos da área 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) se sentir constrangido a responder determinada 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 pelo Pesquisador (a). Caso decida não participar do estudo, ou resolver a qualquer momento desistir do mesmo, não sofrerá nenhum dano, nem haverá modificação na assistência que vem recebendo na Instituição. Os pesquisadores estarão a sua disposição para qualquer esclarecimento que considere necessário em qualquer etapa da pesquisa.

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.

Procedimento do Teste:

| <b>Período de Avaliação</b> | <b>Tarefas</b>                                                                                                                   |
|-----------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Primeira semana (1º dia)    | Entregar aos participantes o TCLE, explicando o procedimento do estudo a ser realizado.                                          |
|                             | Realizar teste no dorso da mão do participante para verificar possíveis alergias.                                                |
|                             | Avaliar a pele com equipamento para verificar as condições da mesma sem adição de nenhum produto                                 |
|                             | Entregar as amostras do creme facial para uso durante o período de avaliação.                                                    |
| Segunda Semana (7º dia)     | Avaliar a pele com equipamento e anotar os dados                                                                                 |
| Terceira Semana (14º dia)   | Avaliar a pele com equipamento e anotar os dados                                                                                 |
| Quarta Semana (28º dia)     | Avaliar a pele com equipamento e anotar os dados, avaliar o produto através de um questionário a ser pontuado pelo participante. |

#### **Contato com o Pesquisador (a) Responsável**

Caso necessite de maiores informações sobre o presente estudo, fazer contato com a pesquisadora:

**Poliana Soares Martins. Endereço: Rua: Maria do Socorro Fonseca de Santana, 81; Bairro: Alto do Mateus, João Pessoa-PB, Telefone: (83) 988184169.**

**Ou Comitê de Ética em Pesquisa do CCS/UFPB – Cidade Universitária / Campus I. Bloco Arnaldo Tavares, sala 812 – Fone: (83) 3216-7791.**

**Atenciosamente,**

---

Poliana Soares Martins

---

Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira

Pesquisador Responsável

Pesquisador orientador

---

Profa. Dra. Melânia Lopes Cornélio  
Pesquisadora co-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

## ANEXO B: Teste de aceitação e de atitude e compra

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

Dr. Heber Sivini Ferreira Doutoranda:  
Dra.: Melânia Lopes Cornélio Prof.  
Poliana Soares Martins

### Teste de Aceitação e Atitude de Compra

Nome: \_\_\_\_\_ I \_\_\_\_\_

Idade: \_\_\_\_\_

Gênero: ( ) Masculino ( ) Feminino ( ) Outro      Escolaridade: \_\_\_\_\_

Você está recebendo uma amostra codificada de cosmético facial de argilas com acerola. Use 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.

- (9) Gostei MUITÍSSIMO
- (8) Gostei Muito
- (7) Gostei Moderadamente
- (6) Gostei Ligeiramente
- (5) Nem gostei, Nem Desgostei
- (4) Desgostei Ligeiramente
- (3) Desgostei Moderadamente
- (2) Desgostei Muito
- (1) Desgostei MUITÍSSIMO

| ATRIBUTOS        | NOTA |
|------------------|------|
| Aparência        |      |
| Cor              |      |
| Fragrância       |      |
| Espalhabilidade  |      |
| Oleosidade       |      |
| Firmeza          |      |
| Maciez           |      |
| Hidratação       |      |
| Luminosidade     |      |
| Rugas            |      |
| Aceitação global |      |

### ATITUDE DE COMPRA

- (5) Compraria
- (4) Possivelmente Compraria
- (3) Talvez compraria/Talvez não compraria
- (2) Possivelmente não compraria
- (1) Nem gostei, Nem Desgostei

|                                  |  |
|----------------------------------|--|
| AMOSTRA                          |  |
| Creme facial argilas com acerola |  |

Comentários:

OBRIGADA!

**APÊNDICE A: Formulário de Análise Sensorial de cosmético facial**

O Laboratório de Tecnologia Cosmética do Departamento de Engenharia Química/UFPB estará realizando uma avaliação sensorial de creme facial aprovado pelo comitê de étnica do Centro de Ciências da Saúde da UFPB (CAAE:679798.9.0000.5188). Se você deseja participar dessa avaliação, por favor, preencha o formulário. Em caso de qualquer dúvida ou necessitar de informações adicionais, pode entrar em contato pelo e-mail: polisoaresmartins@gmail.com ou WhatsApp (83) 988184169

**\* Indica uma pergunta obrigatória**

Nome:\*

Telefone:\*

E-mail:\*

Faixa Etária:\*

- ☐ 18-28
- ☐ 29-30
- ☐ 40-50
- ☐ 50-60
- ☐ >60

Gênero:\*

- ☐ Feminino
- ☐ Masculino
- ☐ Outro

Faz uso de creme facial? \*

- ☐ Sim
- ☐ Não

Se SIM, com qual frequência\*

Costuma ler o rótulo dos produtos antes de usar?

- ☐ Sempre
- ☐ Frequentemente

- ☐ Às vezes
- ☐ Raramente
- ☐ Nunca

Possui alergia a formulações cosméticas

- ☐ Sim
- ☐ Não
- ☐ Não sei

Se **SIM**, qual?

Possui alguma restrição ao uso de creme facial?

- ☐ Sim
- ☐ Não

Se **SIM**, qual?

Qual seu tipo de pele?

- ☐ Oleosa
- ☐ Mista
- ☐ Norma
- ☐ Seca

Possui interesse em participar de uma análise sensorial de produto cosmético (creme facial)?

- ☐ Sim
- ☐ Não