

# Desenvolvimento e estudos preliminares de estabilidade de formulações fotoprotetoras contendo Granlux GAI-45 TS®

Chorilli, M.1\*; Udo, M.S.1; Cavallini, M.E.1; Leonardi, G.R.1

<sup>1</sup>Curso de Farmácia, Faculdade de Ciências da Saúde, Universidade Metodista de Piracicaba, UNIMEP, Piracicaba, SP, Brasil.

Recebido 15/09/06 / Aceito 21/03/07

## RESUMO

A tendência atual no desenvolvimento de formulações fotoprotetoras é a associação de filtros químicos de amplo espectro e filtros físicos microparticulados fotoestáveis. Para assegurar a estabilidade do filtro é indispensável sua incorporação em veículo adequado que contribua para a melhora da aparência, do sensorial e da aceitação do produto pelo consumidor. O objetivo deste trabalho foi desenvolver e realizar estudos preliminares de estabilidade de formulações cosméticas para incorporação de 20% de filtro solar constituído por metil bisbenzotriazolil tetrametilbutil fenol e dióxido de titânio (Granlux GAI-45 TS®). As formulações selecionadas foram então acrescidas do filtro solar e novamente sujeitas à estudos preliminares de estabilidade. De um total de 20 formulações desenvolvidas, foram selecionados um gel fluido, um gel viscoso, um gel-creme e uma emulsão, aos quais incorporou-se o filtro solar. Após serem submetidas a estudos preliminares de estabilidade, as formulações não apresentaram variação de pH e mantiveram-se estáveis frente ao teste de centrifugação. Diante das condições experimentais, conclui-se que as formulações selecionadas apresentaram espalhabilidade adequada, oleosidade mínima, não apresentaram variação de pH e mantiveram-se estáveis frente ao teste de centrifugação, sendo excipientes adequados para incorporação do Granlux GAI-45 TS®.

*Palavras-chave:* formulações fotoprotetoras; filtro físico; filtro químico; Granlux GAI-45 TS®; estudos preliminares de estabilidade.

## INTRODUÇÃO

O homem, muitas vezes, vê na pele bronzeada um sinal de saúde e beleza, sem levar em consideração os danos que uma exposição prolongada à radiação solar pode ocasionar. Todavia, nos últimos anos, a população está cada vez mais alerta de que a exposição à radiação ultravioleta

(UV) pode causar lesões tanto estéticas como fotoenvelhecimento, quanto perigosas, como os carcinomas e/ou melanomas. (Alves et al., 1991; Gervasi, 1999; Domloge et al., 2002; Matheus & Kurebayashi, 2002).

Segundo Garcia et al. (1991), a faixa do efeito fotoquímico que corresponde à radiação UV pode ser subdividida de acordo com a faixa de comprimento de onda ( $\lambda$ ) nas regiões do UVC, UVB e UVA. A radiação UVC (200-290 nm) é retida pela camada de ozônio e não chega à Terra. A radiação UV que incide sobre a superfície da Terra é uma combinação de radiações UVB (290-320 nm) e UVA (320 - 400 nm).

Embora a pele humana possua diversos mecanismos de proteção contra a radiação solar, como a produção de melanina pelos melanócitos, o espessamento da camada córnea e a produção de ácido urocânico (Pawelek et al., 1992; Chedekel, 1996), todos os indivíduos, independente da cor de pele e idade, estão sujeitos à agressão solar (Steiner, 1997; Gies et al., 1998; Paola, 2001; Urbach, 2001; Albert & Ostheimer, 2002; Buchli, 2002; Cesarini et al., 2003; Masson & Scotti, 2003; Wendel et al., 2003).

Um dos principais efeitos da exposição à radiação UV é a ocorrência de reação eritematosa mínima (DEM), que pode ser definida como a quantidade mínima de energia solar necessária para observar aparecimento de eritema sobre a pele humana após determinado período de exposição. A capacidade que cada filtro solar possui de evitar o eritema é baseado no Fator de Proteção Solar (FPS), que pode ser definido pela equação:  $FPS = DEM_p / DEM_{np}$ , onde  $DEM_p$  se refere à DEM para uma pele protegida e  $DEM_{np}$  à DEM para uma pele não protegida (Nicol & Schlepp, 1999).

Assim, pode-se definir protetores solares como formulações que possuem em sua composição filtros solares e são usadas topicamente para proteger a pele e seus anexos, evitando ou retardando os efeitos nocivos do sol (Mendonça, 1998). Eles podem ser classificados de acordo com o tipo de proteção que oferecem: bloqueio físico ou absorção química da radiação UV (Shaht, 1987; Santos et al., 1998).

Os filtros solares físicos, como sulfato de bário,

\*Autor correspondente: Marlus Chorilli - Curso de Farmácia - Faculdade de Ciências da Saúde - Universidade Metodista de Piracicaba, UNIMEP - Rodovia do Açúcar, km 156 - CEP: 13400-901 - Piracicaba - SP, Brasil. - Telefone: (19) 31241891 - E-mail: mlchoril@unimep.br

óxidos de metais coloridos, dióxido de titânio e óxido de zinco, apresentam como vantagem segurança, eficácia, atoxicidade, além de permitirem o bloqueio dos raios UVA. Atuam formando um filme branco sobre a superfície da pele após sua aplicação, o que acarreta uma aceitação negativa do ponto de vista estético. Isto ocorre porque eles são capazes de refletir e espalhar a luz solar devido ao tamanho de suas partículas e à espessura do filme formado sobre a pele (Sayre et al., 1978; Tichy & Catlow, 1992; Gasparro et al., 1998).

Os filtros químicos absorvem as radiações UV capazes de causar danos à pele. São classificados em absorvedores UVA e UVB. As moléculas destes filtros possuem duplas ligações em sua configuração. Este arranjo permite que elétrons que se encontram em orbitais de mais baixa energia absorvam a radiação UV incidente e sejam excitados para orbitais de mais alta energia, realizando a conversão das radiações de alta energia e pequenos comprimentos de onda, que são danosas, em radiações de pequena energia e altos comprimentos de onda (Mendonça, 1998).

As formulações fotoprotetoras podem ser obtidas combinando-se filtros físicos microparticulados e filtros químicos de amplo espectro de absorção. A combinação destes componentes juntamente com a fotoestabilidade representa uma tendência no desenvolvimento de fotoprotetores (Mendonça, 1998; Draelos, 1999; Johncoch, 2000).

Dentre os filtros fotoestáveis, destaca-se o Granlux GAI-45 TS<sup>®</sup>, composto por um filtro químico, o MBBT (Metil bisbenzotriazolil tetrametilbutil fenol), e um filtro físico (dióxido de titânio), que apresenta aparência de uma pasta esbranquiçada e pouco ou nenhum odor. Segundo a literatura, este filtro apresenta os seguintes componentes / características: dióxido de titânio (5-35%); tamanho de partícula (15 nm); teor de MBBT (12-17%); tamanho da partícula (<200 nm); poligliceril-4-isostearato, copoliol cetildimeticona e isononato de hexil laurato (15-25%); água (10-30%); decil glucosídeo (1-3%); propilenoglicol (0-1%); goma xantana (0-1%); estearato de alumínio (0-10%). É uma matéria-prima semi-sólida à temperatura ambiente, com pH = 11,0, faixa de fusão de 20-30° C, densidade de 1,3-1,5 à 25 °C e insolúvel em água (Granula, 2002).

Para assegurar a estabilidade do filtro e, conseqüentemente, a eficácia do produto final, é indispensável que este filtro esteja incorporado num veículo adequado. Alguns veículos podem ser usados para obter as características físico-químicas desejadas do produto, para melhorar a aparência ou ainda para melhorar a sensação do produto quando aplicado na pele. Também, é importante considerar as características de cada tipo de pele, visto que as formulações devem promover proteção eficaz sem ocasionar efeitos indesejáveis (Maia Campos, 1994; Dahms, 1996; Borelli, 1999).

Segundo Ponzio (2001), diversos fatores podem ser utilizados para determinar qual a melhor forma de apresentação do produto. Os formuladores de produtos para

proteção solar podem escolher uma série de formas de apresentação de seus produtos finais como óleos, mousses, aerossóis, pomadas, sticks e principalmente géis, géis-cremes e emulsões (cremes ou loções) (Tabela 1).

Os óleos são veículos fáceis de formular e de aplicar sobre a pele, são mais aderentes e menos facilmente removíveis na água; porém, possuem o inconveniente de darem brilho à pele, sujarem a roupa, aderirem areia, serem de difícil remoção e geralmente de custo mais alto (Barata, 1995; Fonseca & Prista, 2000).

Os sticks geralmente são utilizados na boca e nariz. Para estas áreas são bastante eficazes, porém deixam certo toque final oleoso sobre as mesmas. Os mousses são loções com uma embalagem diferenciada, não apresentando nenhuma vantagem aparente em relação aos outros produtos (Barata, 1995; Ponzio, 2001).

O aerossol em geral é oleoso e produz uma película razoavelmente uniforme e fina quando aplicado sobre a pele (Barata, 1995). As pomadas podem ser constituídas por substâncias não-miscíveis em água, como a vaselina, ou água-miscíveis, como polietilenoglicol. Devido à dificuldade de espalhamento e remoção das pomadas constituídas por substâncias não miscíveis em água, oferecem repelência à água, mas não são muito aceitáveis cosmeticamente (Sampaio & Rivitti, 2001).

O gel é um material semi-sólido formado por polímeros dispersos em um meio líquido. Os géis oleosos possuem as mesmas características de um óleo, porém deixam um filme mais denso sobre a pele e possibilitam repelência à água. Os géis aquosos são fáceis de aplicar, deixam um filme seco e transparente sobre a pele; entretanto não possibilitam a obtenção de altos valores de FPS e repelência à água. Os géis alcoólicos são fáceis de aplicar, deixam um filme seco e transparente sobre a pele e permitem FPS mais altos que os géis aquosos; todavia, podem ocasionar desidratação do tecido cutâneo (Maia Campos, 1995; Steiner, 1997; Ponzio, 2001).

Gel-creme é uma emulsão que contém alta porcentagem de fase aquosa e baixíssimo conteúdo oleoso, estabilizada por colóides hidrofílicos (Leonardi, 2004).

Os cremes e loções são emulsões que apresentam, respectivamente, alta e baixa viscosidade. As emulsões são dispersões de duas fases imiscíveis entre si, que com a ajuda de um emulsionante formam um sistema homogêneo. As loções são as mais comercializadas popularmente, devido à sua facilidade de espalhamento sobre a pele e sua apresentação em frascos, enquanto que os cremes são apresentados normalmente em potes ou bisnagas. As emulsões água/óleo (A/O), que contêm apenas filtros solares lipossolúveis, tornam o produto mais oleoso e pouco lavável, fazendo com que este permaneça por mais tempo protegendo o local aplicado; porém, as mais utilizadas nos últimos anos têm sido as emulsões óleo/água (O/A), que possibilitam a incorporação de filtros hidrossolúveis atuando em sinergismo com os filtros lipossolúveis presentes (Macedo, 1989; Prista et al., 1992; Fonseca & Prista, 2000; Sampaio & Rivitti, 2001).

Tabela 1 - Apresentação das bases cosméticas adicionadas de filtros solares e seu comportamento em relação à pele.

Forma de apresentação	Aplicação/ Espalhamento	Sensação na Pele	Repelência à água	Reaplicações
Óleos	Fácil	Oleosa	Sim	Menores
Mousses	Fácil	Boa	Sim	Menores
Aerossol	Fácil	Oleosa	Sim	Menores
Pomadas	Difícil	Gordurosa	Sim	Menores
Sticks	Fácil	Gordurosa	Sim	Menores
Oleosos	Fácil	Oleosa	Sim	Menores
Géis	Aquosos	Boa	Não	Frequentes
	Hidroalcoólicos	Fácil	Boa	Sim
Géis-cremes	Fácil	Boa	Sim	Menores
Loções/ Cremes	Fácil (depende do produto)	Boa/pele natural (depende do produto)	Sim	Menores

Fonte: Ponzio, 2001.

Sendo assim, a escolha correta do veículo é muito importante para a aceitação da fórmula pelo consumidor. Se o consumidor não sentir bem-estar e uma sensação agradável ao aplicar o produto sobre a pele, dificilmente o usará regularmente e, portanto, poderá não usufruir dos efeitos benéficos do mesmo (Gomes et al., 1998).

O objetivo deste trabalho foi desenvolver e realizar estudos preliminares de estabilidade de formulações cosméticas para incorporação de 20% de filtro solar constituído por metil bisbenzotriazolil tetrametilbutil fenol e dióxido de titânio (Granlux GAI-45 TS®). As formulações selecionadas foram então acrescidas do filtro solar e novamente sujeitas a estudos preliminares de estabilidade.

## MATERIAL E MÉTODOS

### Desenvolvimento das formulações

A Tabela 2 apresenta os componentes e concentrações das formulações empregadas no estudo. A Tabela 3 exibe nome comercial, nome químico e funções das matérias-primas utilizadas e a Tabela 4 a técnica de preparação das formulações.

### Estudos preliminares de estabilidade

#### Avaliação visual

As amostras foram observadas visualmente quanto às alterações do tipo cor, separação de fase e homogeneidade todos os dias durante um mês (Leonardi, 1997).

#### Teste de centrifugação

A avaliação da estabilidade frente à centrifugação

foi realizada empregando-se cinco gramas de cada amostra em estudo e centrifugando-as a 3.000 rpm por 30 minutos (Leonardi, 1997).

#### Determinação do pH

A medida de pH foi realizada em peagômetro utilizando-se amostras diluídas em água destilada (1:10) (Leonardi, 1997).

## RESULTADOS

### Desenvolvimento das formulações

As formulações 1, 3, 6 e 7 não dispersaram os polímeros totalmente. As bases 2 e 4 apresentaram-se fluídas. A formulação 5 apresentou-se turva e a 14 apresentou-se homogênea, porém fluída. A base 15 apresentou-se homogênea, porém não permaneceu úmida na pele. As formulações 8, 9, 10, 12, 16, 17, 18, 19 e 20 apresentaram-se homogêneas, consistentes e permaneceram úmidas na pele.

### Estudos preliminares de estabilidade

#### Avaliação visual

Os resultados da avaliação visual das formulações se encontram na Tabela 5.

#### Teste de centrifugação

A base cosmética de número 7 apresentou separação de fases, após ser submetida à centrifugação por 30 minutos à 3000 rpm. As demais bases cosméticas não apresentaram separação de fases após serem submetidas à centrifugação, ou seja, mostraram-se estáveis nesse teste.

Tabela 2 - Componentes e concentrações das formulações empregadas no estudo.

Componentes (%)	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9	F10	F11	F12	F13	F14	F15	F16	F17	F18	F19	F20
Nipazol <sup>®</sup>	0,1	0,1	0,1		0,1	1,5						0,1	0,1	0,1	0,1		0,2	0,05	0,1	0,1
Germal <sup>®</sup> 115	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5		0,5					0,5	0,5	0,5	0,5		0,5	0,5	0,5	0,5
Nipagin <sup>®</sup>	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2		0,2					0,2	0,2	0,2	0,2		0,2	0,2	0,2	0,2
Pemulen <sup>®</sup> TR1	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,2	0,4							0,3	0,4		0,2		0,2	0,4
Trietanolamina	qs	qs	qs	qs	qs		qs	qs							qs		qs		qs	qs
	pH	pH6	pH6	pH6	pH6		pH6	pH6							pH6		pH6		pH6	pH6
Água destilada qsp	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Silicone DC <sup>®</sup> 245		5,0				5,0	5,0													
Silicone DC <sup>®</sup> 9506		1,0				1,0														
Silicone DC <sup>®</sup> 9040			4,0			4,0	10,0													
Propilenoglicol				5,0	5,0		5,0	5,0	3,0	3,0	3,0	5,0	5,0			5,0	5,0	5,0		
Uniphem <sup>®</sup>						0,3	0,3	0,5												
Glicerina						5,0								3,0	3,0				3,0	3,0
Tween <sup>®</sup> 20						0,2														
Silicone DC <sup>®</sup> 556						5,0	5,0													
Silicone DC <sup>®</sup> 9011						10,0	10,0													
Vaselina líquida						15,0	15,0		12,0	12,0	12,0									
Carbopol ultrez <sup>®</sup>								1,0						0,5					0,5	0,5
Gel de carbopol 940 <sup>®</sup>									15,0	15,0	15,0									
1%																				
Nikkolipid <sup>®</sup>									1,5	2,5	2,5									
Nikkomulse <sup>®</sup>																				
Rapithix <sup>®</sup> A-60													1,0	1,0	1,0					
Hostacerin <sup>®</sup> SAF																			5,0	
Meguard <sup>®</sup> 1200																			0,2	
Miristato de																			10,0	
Isopropila																				
Xalifin <sup>®</sup> 15																			5,0	20,0

Tabela 3 - Nome comercial, nome químico e funções das matérias-primas utilizadas.

Nome comercial	Nome químico	Funções
Nipazol <sup>®</sup>	Propilparabeno	Conservante microbiológico fungicida
Germal <sup>®</sup> 115	Imidazolidinil uréia	Conservante microbiológico bactericida
Nipagin <sup>®</sup>	Metilparabeno	Conservante microbiológico fungicida
Pemulen <sup>®</sup> TRI	Crosspolímero de acrilatos/ acrilato de alquila C10-30	Polímero anfifílico
Trietanolamina	Trietanolamina	Alcalinizante
Água destilada qsp	Água	Veículo
Silicone DC <sup>®</sup> 245	Cicloteticone ou ciclopentasiloxano	Emoliente
Silicone DC <sup>®</sup> 9506	Dimeticone; crosspolímero vinildimeticone	Emoliente
Silicone DC <sup>®</sup> 9040	Cicloteticone e crosspolímero de dimeticone	Emoliente
Propilenoglicol	Propilenoglicol	Umectante
Uniphen <sup>®</sup>	Fenoxietanol + parabenos	Conservante amplo espectro
Glicerina	Glicerina	Umectante
Tween <sup>®</sup> 20	Polissorbato 20	Tensoativo não iônico
Silicone DC <sup>®</sup> 556	Femiltrimeticone	Emoliente
Silicone DC <sup>®</sup> 9011	Ciclopentasiloxano; PEG-12; crosspolímero de dimeticone	Emoliente
Vaselina líquida	Vaselina líquida	Emoliente
Carbopol ultrez <sup>®</sup>	Polímero do ácido acrílico	Polímero hidrofilico
Gel de carbopol 940 <sup>®</sup> 1%	Polímero do ácido acrílico	Polímero hidrofilico
Nikkolipid <sup>®</sup>	Álcool batílico; lecitina de soja; ácido esteárico; triglicerídeos do ácido cáprico e caprílico	Emoliente + emulsificante
Nikkomullese <sup>®</sup>	Álcool Berrefílico; estearoil lactilato de sódio; pentaestearato de poliglicerila-10	Emoliente + emulsificante
Rapithix <sup>®</sup> A -60	Polcrlato de sódio; polidéceno hidrogenado; tredecet-6	Agente de consistência + emoliente
Hostacerin SAF <sup>®</sup>	4-trilaurato fosfato	Emoliente + agente de consistência + emulsificante
Meguard <sup>®</sup> 1200	Metildibromo glutaronitrilo e fenoxietanol	Conservante amplo espectro
Miristato de Isopropila	Miristato de isopropila	Emoliente
Xalifin <sup>®</sup> 15	Base autoemulsificante não iônica	Agente de consistência + tensoativo

Tabela 4 - Técnica de preparação das formulações.

Formulação	Técnica
1	Em um béquer aqueceu -se a água com o Nipagin <sup>®</sup> e Nipazol <sup>®</sup> até 80°C e esperou -se esfriar até 40°C. Adicionou -se em seguida a imidazolidinil uréia e o Pemulen <sup>®</sup> TR1, deixando sob agitação até dispersão total do polímero. Em seguida adicionou-se trietanolamina para proporcionar a formação do gel, ajustando o pH em 6,0.
2	Preparou-se o gel de Pemulen <sup>®</sup> TR1: em um béquer aqueceu -se a água com o Nipagin <sup>®</sup> e Nipazol <sup>®</sup> até 80°C e esperou -se esfriar até 40°C. Adicionou-se em seguida a imidazolidinil uréia e o Pemulen <sup>®</sup> TR1, deixando sob agitação até dispersão total do polímero. Em seguida adicionou-se trietanolamina para proporcionar a formação do gel, ajustando o pH em 6,0. Pesou -se os silicões da formulação. Umidificou-se o silicone DC <sup>®</sup> 9506 pó com o Silicone DC <sup>®</sup> 245. Após a umidificação adicionou -se o gel de Pemulen <sup>®</sup> TR1 geometricamente.
3	Preparou-se o gel de Pemulen <sup>®</sup> TR1: em um béquer aqueceu -se água com o Nipagin <sup>®</sup> e Nipazol <sup>®</sup> até 80°C e esperou -se esfriar até 40°C. Adicionou -se em seguida a imidazolidinil uréia e o Pemulen <sup>®</sup> TR1, deixando sob agitação até dispersão total do polímero. Em seguida adicionou-se trietanolamina para proporcionar a formação do gel, ajustando o pH em 6,0. Pesou-se o silicone da formulação e incorporou-o ao gel de Pemulen <sup>®</sup> TR1 geometricamente.
4	Em um béquer aqueceu -se a água com o Nipagin <sup>®</sup> até 80°C, esperou -se esfriar até 40°C e adicionou -se a imidazolidinil uréia, propilenoglicol e o Pemulen <sup>®</sup> TR1, deixando sob agitação até dispersão total do polímero. Em seguida adicionou -se trietanolamina para alcalinização do polímero, ajustando o pH para 6,0.
5	Em um béquer aqueceu -se a água com o Nipagin <sup>®</sup> e Nipazol <sup>®</sup> até 80°C, esperou -se esfriar até 40°C e adicionou -se a imidazolidinil uréia, propilenoglicol e o Pemulen <sup>®</sup> TR1, deixando sob agitação constante até a total dispersão do polímero. Em seguida adicionou -se trietanolamina para proporcionar a formação do gel pela alcalinização do meio, ajustando -se o pH para 6,0.
6	Pesou-se todos os silicões e a vaselina em um béquer (A) e os demais componentes em outro béquer (B). Em seguida, adicionou -se lentamente A em B, sob agitação constante. Homogeneizou -se até a formação de uma emulsão.
7	Pesou-se a vaselina líquida, Uniphen <sup>®</sup> e silicões em um béquer (A); em outro béquer pesou -se os demais componentes da formulação (B). Em seguida, verteu-se B em A, sob agitação constante até a homogeneização dos compostos para a formação de uma emulsão.
8	Pesou-se todos os componentes e transferiu-se um a um para um béquer pela ordem de peso, ou seja, no béquer que havia água, verteu -se os demais conservantes do menos concentrado ao mais concentrado. Agitou -se até a dispersão do polímero. Em seguida ajustou -se o pH com trietanolamina para 6,0.
9	Pesou-se todos os componentes. Em um béquer adicionou -se o Nikkolipid <sup>®</sup> e a vaselina (A) e em outro béquer o propilenoglicol, o gel de carbopol 940 <sup>®</sup> 1% e a água (B). Aqueceu -se A e B até a temperatura de 80°C. Esperou -se esfriar até 40°C, depois verteu-se B em A e homogeneizou-se até a formação de uma emulsão.
10	Pesou-se todos os componentes. Em um béquer aqueceu -se o Nikkomulose <sup>®</sup> com a vaselina (A) e em outro béquer aqueceu -se o propilenoglicol, o gel de carbopol 940 <sup>®</sup> 1% e a água (B), ambos à 80°C. Esperou -se esfriar até 40°C e verteu -se B em A. Homogeneizou-se até a formação de um gel creme.
11	Pesou-se todos os componentes. Em um béquer aqueceu -se o Nikkolipid <sup>®</sup> com a vaselina líquida (A). Em outro béquer aqueceu -se os demais componentes (B). Aqueceu -se A e B a 80°C. Esperou -se esfriar até 40°C, verteu -se B sobre A e homogeneizou -se até a formação do gel creme.

Tabela 4 - Técnica de preparação das formulações. - Continuação

12	Pesou-se em um béquer os componentes Nipagin <sup>®</sup> , Nipazol <sup>®</sup> , imidazolidinil uréia, propilenoglicol e água qsp (A) e aqueceu -se até 80°C; esperou-se esfriar até 40°C. Em seguida pesou-se o Rapithix <sup>®</sup> A-60 em um béquer (B), transferiu-se B para um almofariz e em seguida adicionou-se A lentamente também para o almofariz, homogeneizando até a formação de uma emulsão.
13	Pesou-se em um béquer os componentes Nipagin <sup>®</sup> , Nipazol <sup>®</sup> , imidazolidinil uréia, propilenoglicol e água qsp (A) e aqueceu -se até 80°C; esperou-se esfriar até 40°C. Em seguida pesou-se o Rapithix <sup>®</sup> A-100 em um béquer (B), transferiu-se B para um almofariz e em seguida adicionou-se A lentamente também para o almofariz, homogeneizando até a formação de uma emulsão.
14	Em um béquer pesou-se a água. Sobre esta verteu-se os componentes: imidazolidinil uréia, Nipagin <sup>®</sup> , Nipazol <sup>®</sup> e glicerina, previamente pesados. Aqueceu -se até 80°C, esperou -se esfriar até 40°C e adicionou -se o Pemulen <sup>®</sup> TR1 e o Carbopol ultrez <sup>®</sup> , lentamente sob agitação constante até a total dispersão dos polímeros. Em seguida adicionou -se trietanolamina para proporcionar a formação do gel, ajustando o pH para 6,0.
15	Em um béquer pesou -se os componentes imidazolidinil uréia, Nipagin <sup>®</sup> , Nipazol <sup>®</sup> , glicerina <sup>®</sup> e água qsp e aqueceu -se até 80°C; esperou-se esfriar até 40°C, adicionou-se o Pemulen <sup>®</sup> TR1 e deixou -se sob agitação até dispersar o polímero totalmente. Em seguida adicionou-se trietanolamina para proporcionar a formação do gel, ajustando o pH para 6,0.
16	Pesou-se o Hostacetin SAF <sup>®</sup> e o miristato de isopropila em um béquer (A); em seguida pesou -se e homogeneizou -se o Meguard <sup>®</sup> 1200 e o propilenoglicol em um cálice (B). Verteu-se (B) em um béquer com água (C). Posteriormente verteu-se a mistura B+C em A.
17	Em um béquer aqueceu -se água com o Nipagin <sup>®</sup> até 80°C, esperou -se esfriar até 40°C e adicionou -se a imidazolidinil uréia, propilenoglicol e o Pemulen <sup>®</sup> TR1, deixando sob agitação até dispersar o polímero totalmente. Em seguida adicionou-se trietanolamina para proporcionar a formação do gel, ajustando o pH para 6,0.
18	Pesou-se o Xalifin <sup>®</sup> 15, miristato de isopropila e o Nipazol <sup>®</sup> em um béquer (A). Em seguida pesou -se os componentes imidazolidinil uréia, Nipagin <sup>®</sup> , propilenoglicol e água qsp em um outro béquer (B). Aqueceu -se A e B até 80°C e verteu-se B sobre A.
19	Em um béquer pesou -se imidazolidinil uréia, Nipagin <sup>®</sup> , Nipazol <sup>®</sup> , glicerina, água qsp e aqueceu -se até 80°C; esperou -se esfriar até 40°C e adicionou -se o Pemulen <sup>®</sup> TR1 e o Carbopol ultrez <sup>®</sup> , deixando sob agitação até dispersar o polímero totalmente. Em seguida adicionou-se trietanolamina até pH 6,0 para proporcionar a formação do gel.
20	Em um béquer pesou -se imidazolidinil uréia, Nipagin <sup>®</sup> , Nipazol <sup>®</sup> , glicerina, água qsp e aqueceu -se até 80°C; esperou -se esfriar até 40°C e adicionou -se o Pemulen <sup>®</sup> TR1 e o Carbopol ultrez <sup>®</sup> , deixando sob agitação até dispersar o polímero totalmente. Em seguida adicionou-se trietanolamina até pH 6,0 para proporcionar a formação do gel.

Tabela 5 - Observação visual das formulações.

Formulação	Observação visual
1	Gel apresentou alguns pontos sólidos brancos (grumos).
2	Gel apresentou aspecto fluido.
3	O silicone apresentou dificuldade de incorporação no gel e o produto final apresentou alguns grumos.
4	O gel de Pemulen TR1 <sup>®</sup> apresentou-se límpido, porém fluído.
5	O gel de Pemulen TR1 <sup>®</sup> apresentou-se com consistência, porém turvo.
6	A formulação apresentou grumos que indicam não dispersão do polímero.
7	A emulsão não se homogeneizou e apresentou partículas e grânulos leitosos.
8	O gel apresentou-se translúcido, consistente e com presença de bolhas de ar.
9	A emulsão apresentou-se homogênea e de cor branca.
10	O gel creme apresentou-se homogêneo e de cor branca brilhante.
11	O gel creme apresentou-se homogêneo e de cor branca opaco.
12	A emulsão apresentou-se homogênea e de cor branca brilhante.
13	A emulsão apresentou-se homogênea, consistente e de cor branca opaco.
14	A base cosmética apresentou-se opaca e fluída.
15	A base cosmética apresentou-se com cor branca.
16	A base cosmética apresentou-se com consistência fluída, de cor branca brilhante.
17	A base cosmética apresentou-se com consistência fluída, de cor branca.
18	A emulsão apresentou-se homogênea e de cor branca.
19	A base apresentou-se consistente, homogênea e de cor branca brilhante.
20	A base cosmética apresentou-se homogênea, consistente e de cor branca brilhante.

Tabela 6 - Valores de pH das bases cosméticas selecionadas.

	Base Cosmética	pH
F16	Sem filtro solar	6,0
	Com filtro solar	6,0
F18	Sem filtro solar	7,0
	Com filtro solar	7,0
F19	Sem filtro solar	7,0
	Com filtro solar	7,0
F20	Sem filtro solar	7,0
	Com filtro solar	7,0

### Determinação do pH

Todas as formulações desenvolvidas apresentaram pH entre 6,0 e 7,0.

### Seleção das bases cosméticas para incorporação do filtro solar

Diante dos resultados encontrados nos testes preliminares de estabilidade, optou-se por selecionar quatro formulações: dois géis com diferentes concentrações de polímeros (gel fluido e gel viscoso), um gel-creme e uma emulsão. Assim, selecionou-se as bases cosméticas de números 16 (gel-creme), 18 (emulsão O/A), 19 (gel fluido) e 20 (gel viscoso) (Tabela 2). Todas as formulações foram acrescidas posteriormente de 20% de filtro solar, obtendo um FPS de aproximadamente 30 de acordo com as informações do fabricante, e submetidas novamente aos testes de estabilidade.

### Avaliação visual, teste de centrifugação e determinação do pH das bases selecionadas acrescidas do filtro solar

As bases acrescidas do filtro solar apresentaram-se

estáveis, com textura macia, homogênea e com cor branca brilhante. No teste de centrifugação, nenhuma formulação apresentou separação de fases.

Os valores de determinação do pH para as bases cosméticas selecionadas, acrescidas ou não do filtro solar, encontram-se na Tabela 6.

## DISCUSSÃO

A indústria de matérias-primas para o mercado cosmético é bastante dinâmica, ou seja, o lançamento de novos polímeros, conservantes, umectantes e principalmente substância ativas como os filtros solares têm sido constante. O formulador precisa estar atento e em contato com literaturas sobre essas novas matérias-primas para se manter atualizado neste mercado profissional.

A tendência é ter-se cada vez mais disponíveis matérias-primas que permitam bom sensorial e boa estabilidade ao produto, tanto do ponto de vista microbiológico quanto físico-químico, propiciando um prazo de validade viável para comercialização do mesmo (Leonardi, 2004).



Todavia, não adianta a formulação ser eficaz se não apresentar sensorial agradável, pois neste caso o consumidor não vai ser constante na sua aplicação, podendo não desfrutar das vantagens oferecidas pela formulação (Gomes et al., 1998).

As formulações que apresentam filtros solares de elevado FPS geralmente não apresentam sensorial muito agradável, uma vez que para se conseguir tais formulações é necessário o acréscimo de filtros químicos e físicos, sendo esses últimos de difícil espalhabilidade (Macedo, 1989; Prista et al., 1992; Barata, 1995).

Em virtude disto, muitas empresas têm lançado dispersões de filtro solares que facilitam o desenvolvimento destas formulações. O Granlux GAI-45<sup>®</sup> TS é um exemplo disso. Esse composto é constituído de uma mistura de filtro solar químico (metileno bisbenzotriazolil tetrametilbuti fenol) com filtro solar físico (dióxido de titânio) dispersos em uma formulação constituída de silicones, ácidos graxos, água, umectante e agente viscosificante, ou seja, o Granlux GAI-45<sup>®</sup> TS é uma mistura de filtros solares que apresenta o filtro físico pré-disperso em uma emulsão. Segundo dados da literatura, utilizando 20% deste filtro, obtêm-se um produto fotoestável com FPS aproximado de 30 e que permite proteção contra a radiação UVA e UVB (Granula, 2002).

Albert & Ostheimer (2002) cita que se o protetor solar não for adequadamente veiculado na formulação cosmética ou não se mantiver estável na mesma, poderá, ao invés de proteger o usuário, permitir uma maior exposição e conseqüentemente oferecer risco ao mesmo. Estudos constataram que a taxa de tumores em pessoas que usam filtro solar que protege apenas da radiação UVB tende a ser mais elevada do que entre as pessoas que não usam essas formulações (Albert & Ostheimer, 2002). Logo, incorporação de filtros estáveis em bases cosméticas adequadas é imprescindível.

Geralmente, as formulações com maior conteúdo oleoso, como, por exemplo, as emulsões A/O, apresentam melhor estabilidade do filtro solar, porém são mais gordurosas e menos apropriadas para países de clima quente como o Brasil. Sendo assim, os géis e géis-cremes muitas vezes são mais almejados pelos formuladores das indústrias nacionais (Maia Campos, 1994; Barata, 1995; Ponzio, 2001; Leonardi, 2004).

Considerando os fatores relacionados à base e também os testes preliminares de estabilidade, das 20 formulações desenvolvidas, apenas quatro foram selecionadas para incorporação de filtro solar. As bases selecionadas nos testes preliminares, ou seja, as formulações de número 16 (gel-creme), 18 (emulsão O/A), 19 (gel fluido) e 20 (gel viscoso), foram acrescidas de 20% do filtro Granlux GAI-45<sup>®</sup> TS e novamente submetidas aos estudos preliminares de estabilidade.

Foram escolhidas formulações de fácil espalhabilidade, que se apresentaram não muito oleosas e com coloração branca e brilhante, fatores estes imprescindíveis quando pensa-se em aceitação pelo consumidor, já que se o consumidor não sentir uma sensação agradável ao aplicar o produto sobre a pele, dificilmente o

usará regularmente e, portanto, poderá não usufruir dos seus efeitos benéficos (Gomes et al., 1998).

Após serem submetidas a testes preliminares de estabilidade, verificou-se que as formulações selecionadas apresentaram adequada espalhabilidade, mínima oleosidade, estabilidade frente ao teste de centrifugação e manutenção do pH, o que indica que tratam-se de excipientes adequados para incorporação do Granlux GAI-45 TS<sup>®</sup>.

## ABSTRACT

*Development and preliminary tests of stability of sunscreen formulations containing Granlux GAI-45 TS<sup>®</sup>*

**The current trend in the development of sunscreen formulations is the association of broad-spectrum chemical filters and microparticulated photostable physical filters. To ensure the stability of the filter, it is indispensable to incorporate it in a suitable vehicle that also helps to improve the look and feel of the product, making it more acceptable to the consumer. The objective of this study was to develop and to carry out preliminary tests of stability of cosmetic formulations for incorporation of 20% solar filter, consisting of methylene bis-benzotriazolyl tetramethylbutyl phenol and titanium dioxide (Granlux GAI-45 TS<sup>®</sup>). The selected formulations were added of solar filter and then submitted again to the preliminary tests of stability. Of a total of 20 developed formulations, a fluid gel, a viscous gel, a cream-gel and an emulsion were selected, into which the solar filter was incorporated. When submitted to the stability tests, the formulations not presented pH variation and proved stable in the centrifugal test. Under the experimental employed, it was concluded that the selected formulations had easy spread, low oiliness, not presented pH variation and proved stable in centrifugal tests, being suitable for the incorporation of the solar filter.**  
*Keywords:* solar protection; physical filter; chemical filter; Granlux GAI-45 TS<sup>®</sup>; stability tests.

## REFERÊNCIAS

- Albert MR, Ostheimer K. The evolution of current medical and popular attitudes toward ultraviolet light exposure: part 1. *J Am Acad Dermatol* 2002; 47 (6): 930-7.
- Alves LM, Aegerter MA, Hata K. Determinação *in vitro* do fator de proteção solar (FPS) de modeladores solares. *An Bras Dermatol* 1991; 66 (6): 313 -9.
- Barata EA. *A Cosmetologia*: princípios básicos. São Paulo: Tecnopress; 1995. p.9-11; 131-8.
- Borelli S. Melanoses solares: estudo comparativo entre três técnicas terapêuticas. *Rev Cosm Med Est* 1999; 23-4.
- Buchli L. Radicais livres e antioxidantes. *Cosmet Toilet* 2002; 14 (2): 54-7.

- Cesarini JP, Michel L, Maurette JM, Adhoute H, Bejot M. Immediate effects of UV radiation on the skin: modification by an antioxidant complex containing carotenoids. *Photodermatol Photoimmunol Photomed* 2003; 19: 182-9.
- Chedekel MR. Melanina: novo ingrediente cosmético. *Cosmet Toilet* 1996; 1: 40-3.
- Dahms GH. Escolha de emolientes e emulsificantes para produtos solares. *Cosmet Toilet* 1996; 8(4): 63-8.
- Domloge N, Bauza E, Cucumel K, Peyronel C, Dal Farra C. Extrato de artêmia: em busca de proteção solar mais ampla. *Cosmet Toilet* 2002; 14(3): 60-6.
- Draelos ZD. *Cosméticos em dermatologia*. 2.ed. Rio de Janeiro: Revinter; 1999. p. 245-56.
- Fonseca A, Prista LN. *Manual de terapêutica dermatológica e cosmetologia*. São Paulo: Roca; 2000. p.180-4.
- Garcia S, Santos EP, Lima MTL, Ramos MFS. Avaliação do fator de proteção solar por método "in vitro". *Rev Bras Farm* 1991; 2(72): 39-41.
- Gasparro FP, Mitchnick M, Nash JF. A review of sunscreen safety and efficacy. *Photochem Photobiol* 1998; 68(3): 243-56.
- Gervasi VS. Efeitos cutâneos das radiações ultravioletas. *Rev Cosm Med Est* 1999; 25-30.
- Gies PH, Roy CR, Toomey S, McLennan A. Protection against solar ultraviolet radiation. *Mutat Res* 1998; 422(1): 15-22.
- Gomes AL, Langer CM, Oliveira EC, Vairoletto L. Diferentes tipos de pele: diferentes necessidades cosméticas. In: Anais do 12o Congresso Nacional de Cosmetologia, 1998, São Paulo: Associação Brasileira de Cosmetologia, 1998. p.220-31.
- Granula. GAI-45 TS High SPF Cream. 2002. Disponível em URL: <http://www.granula.com>. [11 set 2006].
- Johncock W. Interação de formulações com filtro solar. *Cosmet Toilet* 2000; 12(4): 40-50.
- Leonardi GR. *Cosmetologia aplicada*. São Paulo: Medfarma; 2004. p.49-64.
- Leonardi GR. *Influência do ácido glicólico na penetração cutânea da vitamina A palmitato e na estabilidade física de formulações dermocosméticas*. [Dissertação]. Ribeirão Preto: Faculdade de Ciências Farmacêuticas, USP; 1997.
- Macedo OR. *A Ciência da beleza*. São Paulo: Marco Zero; 1989. p.11-27.
- Maia Campos PMBG. Bases dermocosméticas. *Rev Cosm Med Est* 1994; 2(2): 32-5.
- Maia Campos PMBG. Manipulação magistral no tratamento de discromias. *Rev Cosm Med Est* 1995; 35-9.
- Masson P, Scotti L. Fotoproteção: um desafio para a cosmetologia. *Cosmet Toilet* 2003; 15(4): 42-53.
- Matheus LGM, Kurebayashi AK. *Fotoproteção: a radiação ultravioleta e sua influência na pele e cabelos*. São Paulo: Tecnopress; 2002. p.57-63.
- Mendonça VLM. *Protetores solares de alta proteção: estabilidade física e eficácia*. [Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Ciências Farmacêuticas, USP; 1998.
- Nicol NH, Schelepp SL. Sunscreen use: an overview. *Plast Surg Nurs* 1999; 19(3): 148-51.
- Paola MVRV. Princípios de formulações de protetores solares. *Cosm Toilet* 2001; 13: 74-82.
- Pawelek JM, Chakraborty AK, Osber MP, Bolognia JL. Ultraviolet light and pigmentation of the skin. *Cosmet Toilet* 1992; 107(11): 61-8.
- Ponzio HA. *Guia de fotoproteção*. São Paulo: Johnson & Johnson; 2001. 15p.
- Prista LN, Bahia MFG, Vilar E. *Dermofarmácia e cosmética*. São Paulo: Associação Nacional das Farmácias; 1992. p.239-97.
- Sampaio SAP, Rivitti EA. *Dermatologia*. 2.ed. São Paulo: Artes Médicas; 2001. 1156p.
- Santos ID, Sant'anna FA, Carvalho R, Mendonça M, Reis VM, Franca ER. Filtros solares: normas de utilização. *An Bras Dermatol* 1998; 73: 5-9.
- Sayre RM, Agin PP, Levee GJ, Marlowe E. Comparison of "in vivo" and "in vitro" testing of sunscreens formulas. *Photochem Photobiol* 1978; 3(29): 559-66.
- Shaat NA. On the theory of ultraviolet absorption by sunscreens chemicals. *J Soc Cosmet Chem* 1987; 82: 193-207.
- Steiner D. Câncer de pele. *Cosmet Toilet* 1997; 9(5): 26-7.
- Tichy HS, Catlow B. Use of titanium dioxide in sun care products. *Soap Perfum Cosmet* 1992; 65(3): 37.
- Urbach F. The historical aspect of sunscreens. *J Photochem Photobiol B* 2001; 64: 99-104.
- Wendel V, Klette E, Wittern KP, Gers-Barlag H. The influence of pre-irradiation on the predictability of in vivo UVA protection with a new in vitro method. *Photodermatol Photoimmunol Photomed* 2003; 19: 93-7.

This document was created with Win2PDF available at <http://www.win2pdf.com>.  
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.  
This page will not be added after purchasing Win2PDF.