

CAPÍTULO 6

DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DE SÉRUNS FACIAIS CONTENDO EXTRATO SECO DE *Hibiscus sabdariffa* L.

Data de submissão: 01/08/2024

Data de aceite: 01/10/2024

Hanna Rubia Almeida de Souza

Faculdade Irecê (FAI)
Irecê-BA
lattes.cnpq.br/0563513110401925

Thalia da Rocha Carvalho

Faculdade Irecê (FAI)
Irecê-BA
lattes.cnpq.br/1608289203538081

Guilherme Almeida de Araújo

Faculdade Irecê (FAI)
Irecê-BA
lattes.cnpq.br/7131301191844977

Alício João Da Silva Neto

Faculdade Irecê (FAI)
Irecê-BA
lattes.cnpq.br/7562614804346468
ORCID: 0009-0008-7575-1251

Brenda Vargas Santos

Faculdade Irecê (FAI)
Irecê-BA
lattes.cnpq.br/4801739854269897

Milenna Victória Valentim de Oliveira Alencar

Centro Universitário Doutor Leão Sampaio
(UNILEÃO)
Juazeiro do Norte-CE
lattes.cnpq.br/6162030050184345

Ademar Rocha da Silva

Escola Bahiana de Medicina e Saúde
Pública (EBMSP)
Salvador-BA
lattes.cnpq.br/3462741737378990
ORCID: 0000-0003-4927-5112

Carine Lopes Calazans

Faculdade Irecê (FAI)
Irecê-BA
lattes.cnpq.br/1902831110621207

Morganna Thinesca Almeida Silva

Faculdade Irecê (FAI)
Irecê-BA
lattes.cnpq.br/1370186142096453
ORCID: 0000-0002-8508-1051

Salvana Priscylla Manso Costa

Universidade do Estado da Bahia (UNEB)
Salvador-BA
lattes.cnpq.br/7558499721074840
ORCID: 0000-0003-0055-1219

José Marcos Teixeira de Alencar Filho

Universidade Federal da Bahia (UFBA)
Salvador-BA
lattes.cnpq.br/0807801389134684
ORCID: 0000-0001-8878-8557

RESUMO: A pele possui funções importantes e necessita de cuidados especiais para combater os sinais do envelhecimento cutâneo, processo de oxidações biológicas que diminuem as defesas antioxidantes. Em resposta aos avanços no ramo estético e da procura crescente por produtos cosméticos menos agressivos, a indústria passou a desenvolver cosméticos com multifuncionalidade, a exemplo dos séruns, tipo de cosmético que possui ação hidratante e pode ser combinado com ativos naturais, como o *Hibiscus sabdariffa* L. Com nome popular de “hibisco-vermelho”, ou simplesmente “hibisco”, esta planta possui em sua composição moléculas com propriedades antioxidantes, ativos ideais para veiculação na forma de séruns. O presente trabalho teve como objetivo o desenvolvimento e avaliação da qualidade de séruns faciais contendo o extrato seco de *H. sabdariffa*. Para tanto, uma fórmula base sem extrato e duas fórmulas contendo o extrato de *H. sabdariffa* foram desenhadas, manipuladas e submetidas aos testes de resistência à centrifugação, determinação do pH, da condutividade elétrica, da densidade, da viscosidade, da espalhabilidade e ao estudo de estabilidade preliminar, segundo a Guia de Estudos de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA. Além disso, a atividade antioxidante pelo método do sequestro do radical DPPH foi realizada com o extrato de hibisco. Como resultados, a atividade antioxidante do extrato obteve IC_{50} de 522,40 $\mu\text{g/mL}$. As amostras resistiram à centrifugação. Após serem submetidas ao estudo de estabilidade preliminar e testes de controle de qualidade, as amostras tiveram pH variando entre 6,53 e 4,26; condutividade com valores entre 181,3 e 103,7 mV; e densidade entre 1,01 e 1,02 g/mL. No que se refere a espalhabilidade, percebeu-se que a base possuía maior espalhabilidade que as fórmulas com o extrato de hibisco. Além disso, a espalhabilidade das amostras submetidas aos ciclos de congelamento e descongelamento tiveram a sua espalhabilidade reduzida. Em relação a viscosidade, a base apresentou-se como sendo a formulação menos viscosa, corroborando com os dados de espalhabilidade. As fórmulas manipuladas apresentaram-se estáveis, com poucas mudanças nos resultados das análises realizadas antes e após o estudo de estabilidade preliminar, destacando o seu potencial como produto para a indústria cosmética.

PALAVRAS-CHAVE: Hibisco; Cosméticos naturais; controle de qualidade.

DEVELOPMENT AND QUALITY EVALUATION OF FACIAL SERUNS WITH *Hibiscus sabdariffa* L. DRY EXTRACT

ABSTRACT: The skin has important functions and requires special care to combat signs of skin aging, a process of biological oxidation that reduces antioxidant defenses. In response to advances in the aesthetics industry and the growing demand for less aggressive cosmetic products, the industry has started to develop multifunctional cosmetics, such as serums, a type of cosmetic that has a moisturizing action and can be combined with natural active ingredients, such as *Hibiscus sabdariffa* L. Popularly known as “red hibiscus” or simply “hibiscus”, this plant has antioxidant properties in its compositions, ideal for delivery in the form of serums. The present study aimed to develop and evaluate the quality of serums contained in the dry extract of *H. sabdariffa*. For this purpose, a base formula without extract and two formulas containing *H. sabdariffa* extract were designed, manipulated and subjected to centrifugation resistance tests, determination of pH, electrical conductivity, density, spreadability and preliminary stability study, according to the ANVISA Guide for Studies on Stability of Cosmetic Products.

In addition, the antioxidant activity by the DPPH radical scavenging method was performed with the hibiscus extract. As a result, the antioxidant activity of the extract obtained an IC_{50} of 522.40 $\mu\text{g/mL}$. The samples withstood centrifugation. After being subjected to the preliminary stability study and quality control tests, the samples had pH ranging from 6.53 to 4.26; conductivity with values between 181.3 and 103.7 mV; and density between 1.01 and 1.02 g/mL. Not referring to spreadability, it was found that the base had greater spreadability than the formulas with hibiscus extract. Furthermore, the spreadability of the samples subjected to the freezing and thawing cycles had reduced spreadability. Regarding viscosity, the base was the least viscous formulation, corroborating the spreadability data. The manipulated formulas had consequences, with some changes in the results of the analyses performed before and after the preliminary stability study, highlighting its potential as a product for the cosmetics industry.

KEYWORDS: Hibiscus; Natural cosmetics; Quality control.

1 | INTRODUÇÃO

A pele possui como principal função atuar como uma barreira protetora contra agressões prejudiciais à saúde. Além disso, a camada epiderme desempenha funções adicionais, como a síntese de colágeno, crucial para a saúde da pele (Canteiro e Weckerlin, 2022; Bohjanen, 2017). Dessa forma, esse órgão necessita de cuidados especiais, em destaque para a pele facial que passa por modificações mais rapidamente. (Sathler, 2018).

O envelhecimento cutâneo se trata de alterações fisiológicas inevitáveis e consiste em oxidações biológicas na pele, podendo ocorrer intrínseca ou extrínseca. Essas oxidações desencadeiam em eventos que comprometem a homeostase cutânea e levam ao declínio das funções dérmicas (Trindade, 2022; Han, 2015). Ou seja, com o avanço da idade a pele perde propriedades importantes, isso ocorre pela diminuição da síntese de colágeno e de elastina, além da pele possuir menor regeneração celular, diminuindo suas defesas antioxidantes (Trindade *et al.*, 2022).

Na atualidade, os avanços na área da estética permitiram o aumento na busca pelo cuidado com a pele. Em resposta a essas mudanças, a indústria dos cosméticos tem passado por transformações, desenvolvendo produtos capazes de oferecer múltiplas funções em uma única formulação, acarretando na eficácia maior dos tratamentos para a pele (Vieira *et al.*, 2023).

Alinhado a esse intuito, o sérum facial, apresenta-se como uma ótima forma farmacêutica, por ser um produto hidratante de leve consistência viscosa e/ou líquida, podendo conter ativos de ação antioxidante. Sendo assim, ele apresenta diversos benefícios, como por exemplo a boa espalhabilidade, fluidez e alta capacidade de penetração na pele, favorecendo a rápida absorção do ativo (Botelho *et al.*, 2023 e Sathler, 2018).

Simultaneamente, tem se observado uma crescente procura por produtos menos agressivos, sendo os produtos que contêm ingredientes com propriedades antioxidantes os mais procurados no mercado, a exemplo dos cosméticos com a adição de bioativos,

ou seja, que incorporam pelo menos um princípio ativo de origem natural, evitando assim processos de síntese química (Khuanekkaphan *et al.*, 2020).

Nesse contexto, a espécie *Hibiscus sabdariffa* L., conhecida como hibisco, surge como um ingrediente promissor para sérums faciais, por se tratar de uma planta que tem como principais constituintes os flavonoides (em especial as antocianinas), que possuem, dentre outras, propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias (Riaz *et al.*, 2018). Ademais, os antioxidantes presentes no hibisco têm a capacidade de neutralizar espécies reativas de oxigênio, protegendo o colágeno da degradação causada pelo estresse oxidativo (Souza *et al.*, 2021).

Sendo assim, é notório que o uso de produtos antioxidantes naturais, como o hibisco, resulta na diminuição das consequências cutâneas relacionadas ao estresse oxidativo (Vasconcelos *et al.*, 2018). Dentro deste cenário, incorporar extratos de hibisco na formulação de sérum facial potencializa a prevenção do envelhecimento cutâneo precoce e representa um avanço para a indústria cosmética, por se tratar de uma abordagem inovadora, oferecendo uma visão promissora para o mercado de cosméticos (Pereira, 2023; Khuanekkaphan, 2020)

Tendo em vista a vasta procura da indústria cosmética por cosméticos com diferentes ações contendo extratos naturais que atendem as necessidades da população, de forma a amenizar os efeitos do envelhecimento, o presente trabalho tem como objetivo desenvolver, manipular e analisar a qualidade de sérums faciais naturais contendo extrato seco de *Hibiscus sabdariffa*.

2 | METODOLOGIA

2.1 Seleção da amostra e da forma cosmética

A forma cosmética sérum foi selecionada devido a sua praticidade de manipulação, pois trata-se de um produto de textura leve e de fácil espalhabilidade. O sérum vem se destacando no ramo da estética, principalmente por entregar resultados satisfatórios. Além disso, ele consegue atender às necessidades da pele, agregando, dessa forma, diversos benefícios por ser uma fórmula estável (Sathler, 2018). A amostra escolhida foi o extrato de hibisco, por se tratar de um ativo rico em propriedades antioxidantes que irão agregar benefícios à formulação tornando-a mais atrativa comercialmente e funcionalmente (Vasconcelos *et al.*, 2018).

2.2 Avaliação da atividade antioxidante do extrato de hibisco

O extrato teve sua ação antioxidante investigada através do ensaio químico da capacidade de sequestro de radicais DPPH• (2,2-difenil-1-picril-hidrazila), em conformidade com a descrição de Oliveira (2015). Primeiramente, a solução estoque de DPPH foi obtida

na concentração de 0,1 mM. Em seguida, preparou-se a solução estoque em água do extrato seco em análise, na concentração de 20 mg/mL.

As reações para determinação da atividade antioxidante prosseguiram com a transferência de alíquotas das soluções-estoque das amostras para balões volumétricos de 5 mL. Em cada balão foram adicionados 2 mL da solução de DPPH e procedeu com o preenchimento com etanol absoluto até ao traço de aferição, obtendo-se concentrações de 100 - 500 µg/mL. A reação foi iniciada e os balões volumétricos foram armazenados ao abrigo da luz durante 30 minutos. Ao término da reação, os decaimentos do DPPH foram analisados em espectrofotômetro UV-Vis (modelo Shimadzu, UVmini-1240), no modo “fotometria”, com comprimento de onda (λ) programado para 518 nm. As absorbâncias observadas foram inseridas na equação 1, com o objetivo de avaliar a atividade antioxidante em termos percentuais. Após isso, foi realizado o cálculo do IC_{50} (concentração capaz de inibir em 50% dos radicais).

Equação 1: % Antioxidante = $100 - (ABS\ AMOSTRA - ABS\ BRANCO) \times 100 / (ABS\ CONTROLE)$.

2.3 Desenvolvimento e manipulação da fórmula

Para o desenvolvimento e manipulação dos sérums, foi utilizado como ponto de partida o método usado por Rasche (2013), com as adaptações necessárias. Foi analisado na literatura técnico-científica fornecida pelos fabricantes, e todos os componentes foram tidos como compatíveis uns com os outros, principalmente no que se refere ao pH, e o seu emprego está de acordo com as concentrações mínimas e máximas indicadas nesta literatura. A tabela 1 traz o detalhamento quali-quantitativo das fórmulas desenvolvidas e manipuladas.

Componente (Fornecedor)	Função	Fórmula base	F1	F2
Fase Termorresistente				
Hidroxietilcelulose (Engenharia das essências)	Espessante	0,4%	0,4%	0,4%
Goma xantana (Engenharia das essências)	Espessante	0,4%	0,4%	0,4%
Glicerina (Engenharia das essências)	Umectante	4%	3%	3%
Propanediol (Engenharia das essências)	Umectante	3%	3%	3%
BHT (Engenharia das essências)	Antioxidante	0,1%	0,1%	0,1%
Extrato da flor de Hibisco (Engenharia das essências)	Ativo antioxidante	-	0,5%	1,0%
Álcool etílico (Synth)	Solubilizante	3%	3%	3%

Água destilada	Veículo	qsp 100%	qsp 100%	qsp 100%
Fase Termossensível				
Fenoxietanol <i>(Engenharia das essências)</i>	Conservante	1%	1%	1%
Silicone volátil <i>(Engenharia das essências)</i>	Modificador de sensorial	4%	4%	4%
Essência de flor de cerejeira <i>(Engenharia das essências)</i>	Fragrância	1%	1%	1%

Tabela 1. Fórmulas de sérum.

Fonte: Autoria própria.

Legenda: F1- Formulação 1; F2- Formulação 2.

Na fase termorresistente, pesou-se o propanediol e água em um béquer e levou a mistura para o agitador mecânico. A goma xantana foi pesada juntamente com a glicerina para auxílio da sua dispersão, e em seguida levou-se essa mistura para o béquer que estava em agitação. O BHT foi pesado e dissolvido em etanol a 96° GL, sendo adicionado ao mesmo béquer contendo os demais ingredientes da fase. Essa mistura foi posta em aquecimento até temperatura de 60° C, sem agitação. Na sequência, a hidroxietilcelulose foi pesada e pulverizada, aos poucos, na mistura, agora sob agitação mecânica. A agitação se manteve por 30 minutos, até completa dispersão dos insumos.

Na fase termossensível, pesou-se em um béquer o fenoxietanol, o silicone volátil e a essência, sendo todos adicionados à fase termorresistente, após resfriamento abaixo de 40° C. A agitação manteve-se até completa homogeneização, seguindo para o processo de envase. As fórmulas passaram por um período de maturação de 7 dias a temperatura ambiente antes do início dos testes de qualidade. Na fórmula base, o extrato seco solúvel de hibisco não esteve presente. Este foi adicionado somente em F1 e F2, logo após a pesagem da água, sendo levado ao aquecimento junto aos demais insumos da fase termorresistente.

2.4 Avaliação da qualidade

Avaliar a qualidade é de suma importância, pois é através dessa avaliação que o produto terá a garantia de qualidade e segurança que necessita (Rasche, 2013). Para avaliação correta dos aspectos, foram utilizados como fonte os testes descritos na guia de estabilidade de cosméticos da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) e no Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), os quais consistem em:

2.4.1 Teste de resistência à centrifugação

Foram pesados 5 g de cada amostra manipulada em tubos de ensaio, e em seguida foram submetidos à centrifugação, a 3.000 rotações por minuto (rpm) durante 30 minutos. O teste de centrifugação avalia a estabilidade da amostra para verificar possíveis alterações como, por exemplo, a separação dos componentes, turvação ou precipitação (Brasil, 2004).

2.4.2 Determinação do pH e da condutividade elétrica

Os testes para determinação da condutividade e do pH das amostras foram realizados com o auxílio do condutivímetro e pHmetro. A preparação das amostras ocorreu por meio de uma diluição de cada emulsão manipulada a 10%, em água destilada. Em seguida, esta solução era posta em contato com o eletrodo do pHmetro ou condutivímetro (Brasil, 2008).

2.4.3 Determinação da densidade

Para a determinação da densidade, feita com o auxílio de picnômetro de metal, foi necessário pesar o instrumento vazio e anotar o valor de sua massa (M_0), em seguida, o picnômetro foi completo com água purificada, pesando novamente e anotando o peso de sua massa com água (M_1). Em seguida, o picnômetro foi cheio com a amostra, tendo cuidado para evitar a formação de bolhas, pesado mais uma vez e anotado o valor encontrado (M_2). Após procedimento, o cálculo é feito aplicando a fórmula presente na equação 2.

Equação 2: $d = (M_2 - M_0) / (M_1 - M_0)$ (Brasil, 2008).

Onde: d = densidade; M_0 = massa do picnômetro vazia, em gramas; M_1 = massa do picnômetro com água purificada, em gramas; M_2 = massa do picnômetro com a amostra, em gramas.

2.4.4 Determinação da viscosidade e do perfil reológico

Esse parâmetro é o que determina se o produto tem consistência ou fluidez adequada, indicando também se é estável ou não (Alencar filho *et al.*, 2020). A avaliação foi feita utilizando um viscosímetro rotacional digital, no recipiente de acondicionamento, com o torque do equipamento entre 20 e 80%, sendo escolhido para análise o fuso (*spindle*) de número 3, nas rotações de 6, 12, 30 e 60 (para cima) e 30, 12 e 6 (para baixo), com o intuito de se realizar a análise do perfil reológico. A leitura da viscosidade foi realizada de acordo com o procedimento operacional do aparelho, após o nivelamento do viscosímetro e o fuso ter sido mergulhado na amostra com temperatura estabilizada até a marca da haste do fuso (Alencar filho, 2017).

2.4.5 Determinação da espalhabilidade

A determinação da espalhabilidade das amostras foi realizada através da medida de diâmetros abrangidos, utilizando um sistema formado por placas quadradas de vidro. A amostra foi adicionada sobre a placa de vidro, em um suporte de madeira, em seguida ocorreu a adição de mais placas no intervalo de um minuto, e por meio do espalhamento da amostra foi possível realizar a leitura do diâmetro abrangido, e o cálculo de espalhabilidade realizado através do uso da equação 3:

Equação 3: $E = (d^2 \times \pi) / 4$ (ALENCAR FILHO, 2017).

Onde: E = espalhabilidade da amostra; d= diâmetro médio (mm).

2.4.6 Estudo de estabilidade preliminar

Todas as amostras foram submetidas aos testes de estabilidade preliminar. Para isso, foram acondicionadas em frascos de vidro transparente com tampa. O estudo teve duração de 12 dias e durante esse período as amostras foram submetidas a condições de estresse térmico, em ciclos alternados de resfriamento e aquecimento, sendo realizados ciclos de 24 horas a $45 \pm 2^\circ \text{C}$ (estufa), e 24 horas a $-5 \pm 2^\circ \text{C}$ (freezer). Amostras também ficaram armazenadas a temperatura ambiente (TA) para comparação dos resultados. Todos os testes citados foram realizados com os séruns antes (T0) e após 6 ciclos de gelo e degelo (T12) (Brasil, 2004).

2.5 Análise dos dados

A análise dos dados foi realizada seguindo os padrões obtidos referentes a cada procedimento, e os testes foram realizados em triplicatas, sendo expressos como média \pm desvio padrão. Foi utilizado ANOVA *one way* para verificar as diferenças estatísticas, com o objetivo de analisar se as amostras apresentaram diferenças significativas em relação ao antes e depois dos ciclos de congelamento e descongelamento. Softwares como o GraphPad Prism 6.0 e OriginPro versão 8.0 (OriginLab®) foram utilizados para as análises estatísticas e construção dos gráficos apresentados.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Avaliação da atividade antioxidante

Antioxidantes são moléculas que diminuem a velocidade da oxidação, através da inibição de radicais livres. A atividade antioxidante dos flavonoides está relacionada com a sua estrutura e pode ser determinada por vários fatores (Duarte-Almeida, 2006). O DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazil) é um radical estável, capaz de quantificar a atividade antioxidante. Esse teste mede a capacidade das amostras testadas em doar hidrogênio

a este radical, dessa forma, quanto maior o número de hidroxilas presentes na amostra, maior sua atividade antioxidante (Gonçalves *et al.*, 2015).

Sendo assim, a atividade antioxidante extrato de hibisco apresentou valores de IC_{50} de 522,40 $\mu\text{g/mL}$. Em comparação, o BHT obteve IC_{50} de 292,12 $\mu\text{g/mL}$. A IC_{50} apresentada pelo extrato de hibisco é considerada alta, levando em consideração que foi mais alto que o controle positivo do teste, podendo ser comparado também com os valores apresentados por Shafirany e colaboradores (2021), que obteve alta atividade antioxidante em avaliação de DPPH das flores de hibisco, obtendo IC_{50} entre 37,19 $\mu\text{g/mL}$ e 63,77 $\mu\text{g/mL}$. Esses resultados podem ser explicados pela origem do extrato, pois por se tratar de um produto comercial, os compostos utilizados para sua extração, bem como substâncias misturadas para auxiliar o seu manuseio e na conservação, comprometem sua pureza, impactando na sua atividade antioxidante, visto que está diluído com o excipiente maltodextrina. Uma alternativa a isto seria a preparação do próprio extrato, na tentativa de potencializar a extração dos compostos fenólicos e manter a sua integridade.

3.2 Características sensoriais, organolépticas e resistência à centrifugação

Para análise das características físicas dos séruns de hibisco, é necessário a análise das características organolépticas, como descrito na Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA. Neste estudo, essas características foram obtidas pela análise visual e sensorial das amostras em temperatura ambiente (TA) no tempo zero (T0), antes do início do estudo de estabilidade preliminar, e no tempo 12 (T12), após 12 dias de ciclo de congelamento e descongelamento (Brasil, 2008).

Os ensaios sensoriais fornecem uma ampla avaliação do produto. Sendo assim, foi possível analisar e comparar visualmente as amostras, observando que não houveram alterações entre os produtos. Também não houve a presença de precipitação ou turvação nas amostras, ou seja, permaneceram estáveis durante todo o estudo de estabilidade preliminar.

Os dados perceptíveis através das análises sensoriais, demonstraram que as formulações apresentaram aplicação e espalhamento característico da forma cosmética tipo sérum durante todo o processo do estudo de estabilidade preliminar, ou seja, facilitada. Além disso, a sensação na pele foi considerada agradável, com secagem rápida e toque suave e leve.

Na análise dos aspectos, as amostras se mostraram homogêneas em todas as condições submetidas, ou seja, o produto é considerado estável. A cor apresentada pelo sérum base foi o branco gelo, típico da mistura de insumos utilizados em sua composição. F1 e F2 se mostraram com uma tonalidade rosa fúcsia que é característico do extrato de hibisco utilizado em sua formulação. O odor também foi relacionado à essência escolhida, flor de cerejeira.

O teste de centrifugação é realizado com o intuito de provocar estresse na amostra, para assim detectar quaisquer sinais de instabilidade da formulação (Botelho, *et al.*, 2023). Nesse viés, as amostras foram submetidas à centrifugação, e logo após foi constatado que não houve nenhum indício de instabilidade nos séruns analisados, ou seja, os produtos se encontram dentro dos padrões estabelecidos pela Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos, sendo classificados como estáveis.

3.3 Determinação do pH, da condutividade elétrica e da densidade

Dando continuidade aos testes de controle de qualidade, foram realizados os testes de controle físico-químico para determinação dos valores de pH, condutividade elétrica e densidade das amostras submetidas a diferentes condições de armazenamento.

Por ser forma de proteção da superfície cutânea contra agressões de microrganismos e, para garantir integridade tecidual, o pH da pele humana é levemente ácido, estando entre 4,0-5,8. Diante dessa informação, as formulações cosméticas devem apresentar pH entre 4,0-7,0 para estarem em conformidade com os valores previstos para a utilização em produtos tópicos (Leonardi *et al.*, 2002).

A condutividade elétrica é a facilidade que um material tem de conduzir uma corrente elétrica. alterações podem indicar instabilidades relacionadas à coalescência, com seu aumento e agregação, com a sua diminuição (Brasil, 2004)

Com relação à densidade, mudanças podem estar relacionadas a incorporação de ar ou perda de ingredientes voláteis (Brasil, 2008). Na tabela 2 é possível observar os valores do pH, condutividade e densidade das amostras submetidas ao estudo de estabilidade.

Amostra	pH (Média ± DP)	Condutividade (mV) (Média ± DP)	Densidade (g/mL) (Média ± DP)
Base T0	6,53 ± 0,05	103,7 ± 4,04	1,01 ± 0,003
F1 T0	5,63 ± 0,15	124,3 ± 6,35	1,01 ± 0,000
F2 T0	5,03 ± 0,05	145,0 ± 11,53	1,01 ± 0,001
Base T12 – TA	5,43 ± 0,05	135,3 ± 7,50	1,02 ± 0,006
F1 T12 – TA	4,73 ± 0,05	145,3 ± 3,21	1,01 ± 0,009
F2 T12 – TA	4,26 ± 0,11	181,3 ± 1,15	1,01 ± 0,000
Base T12 – GD	6,10 ± 0,10	121,7 ± 3,21	1,01 ± 0,002
F1 T12 – GD	5,00 ± 0,00	148,0 ± 1,00	1,01 ± 0,001
F2 T12 – GD	4,40 ± 0,10	181,3 ± 1,15	1,01 ± 0,000

Tabela 2: Valores de pH, condutividade e densidade das amostras

Fonte: Autoria própria.

A Guia de Estudos de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA orienta que quanto menores forem essas alterações antes e depois dos ciclos de gelo-degelo,

mais estável as fórmulas se apresentam. Isso quer dizer que pequenas alterações podem acontecer, afinal a amostra foi submetida a condições de estresse intenso (Brasil, 2004).

A partir desses resultados, nota-se que todas as amostras obtiveram pH menor que 7,0, estando dentro do ideal para a formulação, ou seja, compatível com o pH da pele.. No entanto é possível observar diferenças entre o antes e depois ($p < 0,001$), ou seja, nas formulações em T0 e em T12. Ademais, é válido ressaltar que a variação de pH pode ocorrer pela interferência de determinados metabólitos, como os flavonóis, presentes no extrato de hibisco, além disso, o pH ácido auxilia na ionização facilitada desses compostos (Souza *et al.*, 2021; Alencar Filho *et al.*, 2017).

No que se diz respeito à condutividade elétrica, é possível observar que as mudanças de temperatura influenciaram na sua condutividade. Isso pode ter relação com os compostos fenólicos presentes no extrato de hibisco. O estudo realizado por Alencar Filho (2017), mostra que a carga eletroquímica das moléculas dos compostos presentes nas formulações, assim como suas estruturas químicas, é capaz de influenciar a condutividade elétrica. Analisando os resultados, é perceptível que existem diferenças significativas ($p < 0,0010$) entre a base (T0 e T12), em F1 ($p = 0,0008$, T0 e T12) e em F2 ($p = 0,0008$, T0 e T12). De acordo com Topan (2012), o armazenamento das formulações em altas temperaturas tende a diminuir a consistência do produto e aumentar a quantidade de água livre, justificando assim, o aumento da condutividade elétrica da base.

Diante disso, comparando a amostra em T0 com as de T12, foi possível observar que sempre a amostra que foi submetida ao ciclo gelo-degelo teve o aumento da condutividade, assim como a amostra que permaneceu em temperatura ambiente. Então, pode-se dizer que as formulações submetidas às ações do tempo e temperatura, tanto em TA quanto em GD, favoreceram a ionização de metabólitos secundários, aumentando a condutividade para manter a estabilidade dos ativos utilizados (Alencar Filho, 2017).

Ao analisar a densidade é possível notar que esse foi o teste que apresentou menos diferenças estatisticamente significativas. Sendo assim, os valores de densidade para a base: T0 não diferem de T12 tanto em TA quanto em GD ($p = 0,1938$). Para F1: T0 não difere de T12 tanto em TA quanto em GD ($p = 0,1979$). Já F2 possui uma pequena diferença: T0 difere de T12 tanto em TA quanto em GD ($p = 0,0037$). Apesar de haver alterações, os valores apresentados para essas formulações são considerados aceitáveis.

3.4 Determinação da espalhabilidade

A espalhabilidade é a expansão de uma formulação sobre uma superfície após um tempo e está relacionada com a aplicação e absorção sobre a pele, ou seja, é um importante aspecto a ser analisado, sendo que esse parâmetro está ligado à viscosidade e aos componentes utilizados na formulação (Santos *et al.*, 2023).

Este teste teve como objetivo avaliar a espalhabilidade das amostras antes e após as

variadas situações a que foram submetidas. Os resultados obtidos para a espalhabilidade das preparações Base, F1 e F2 estão representados na Figura 1 (T0) e Figura 2 (T12 TA e GD).

A representação gráfica da espalhabilidade, da base, F1 e F2, em função da massa aplicada revelou comportamentos semelhantes nas diferentes condições a que foram submetidas. Sendo possível observar que a base possui uma espalhabilidade maior que as duas formulações contendo o extrato de hibisco. Isto pode ser explicado pelo fato de que o extrato incorporado se trata de um insumo sólido (pó), conferindo maior viscosidade à fórmula. Sendo assim, a diferença obtida entre a base, F1 e F2, devido ao fato da concentração de sólidos em suas formulações.

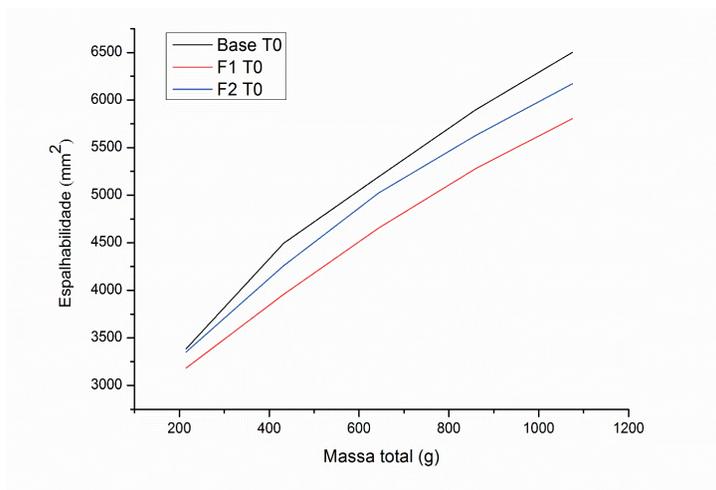


Figura 1. Gráfico de espalhabilidade da base de sêrum e das formulações (F1 e F2), em T0.

Fonte: Autoria própria.

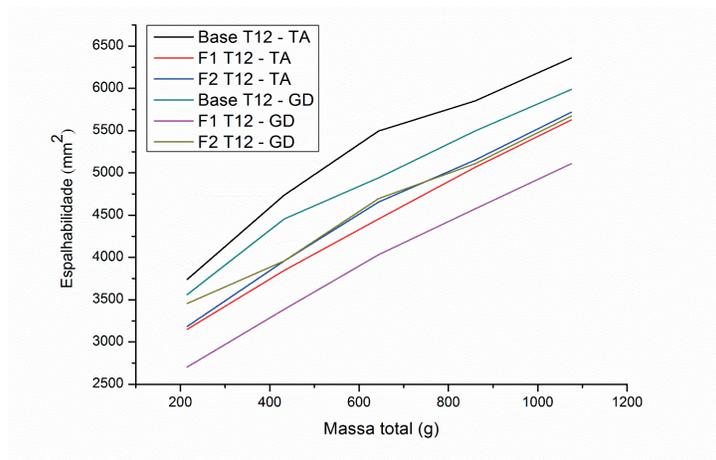


Figura 2. Gráfico de espalhabilidade da base, F1 e F2 em T12, TA e GD.

Fonte: Autoria própria.

A espalhabilidade da base, de F1 e F2 em T12 nas condições GD e TA está apresentada na Figura 2. Nela pode ser observado que T12 em ambas as amostras não houveram alterações nos perfis de espalhabilidade das formulações, mostrando que conforme o aumento da massa adicionada, a espalhabilidade permaneceu aumentando. Além de manter o padrão da espalhabilidade da base ser maior que as formulações contendo o extrato como o observado em T0. Além disso, é digno de nota que a espalhabilidade para as amostras submetidas ao ciclo gelo-degelo foi menor que para a amostra mantida em temperatura ambiente em todas as formulações, apesar da diferença mínima observada em F2.

Desse modo, é válido salientar que de acordo com os resultados obtidos e em comparação com o descrito na Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos, as formulações se apresentaram de forma estável, podendo ser comparado também aos valores obtidos para a viscosidade, uma vez que, segundo Rodrigues (2013), esses dois parâmetros estão relacionados um ao outro.

3.5 Determinação da viscosidade e perfil reológico

As curvas de viscosidade da base, de F1 e de F2 em T0 estão demonstradas na Figura 3, e nela é possível observar que a base possui menor viscosidade entre as formulações, enquanto que entre F1 e F2 possuem valores mais altos, considerando F1 mais viscosa que F2.

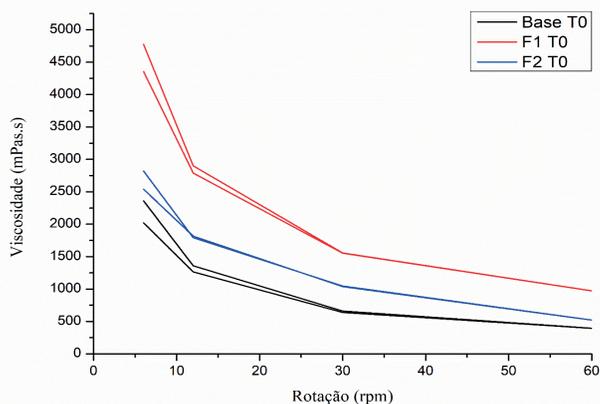


Figura 3. Comparação entre a viscosidade da base, F1 e F2 no tempo zero.

Fonte: Autoria própria.

A viscosidade é uma grandeza medida pela consistência que ela oferece, facilitando ou não a sua aplicação durante o uso, quanto mais viscosa é a massa, mais difícil de

escoar e maior o seu coeficiente de viscosidade. Sendo assim, esse parâmetro pode afetar a estabilidade do produto e até mesmo a aceitabilidade pelo usuário, sendo importante que seja avaliada em um produto cosmético (Rebello, 2015).

Na Figura 4 está demonstrado os valores da viscosidade em T12 (TA e GD). É possível notar que praticamente não houveram alterações nos perfis de viscosidade, mostrando que a viscosidade diminuiu conforme aumento da rotação.

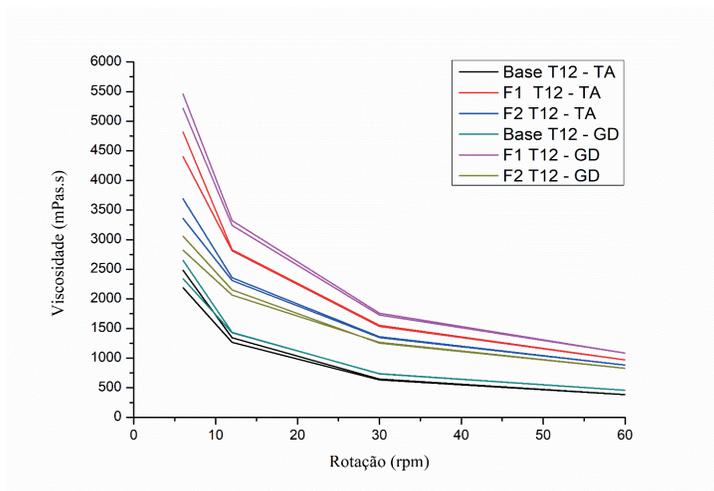


Figura 4. Viscosidade da base, F1 e F2 em T12, GD e TA.

Fonte: Autoria própria.

Analisando o gráfico acima, é notório que a viscosidade de F1 se sobressai em relação às outras formulações, notando pouca diferença entre GD e TA em todas as formulações. Também pode-se observar que, a viscosidade de GD foi maior do que TA na base e F1, diferente de F2 que a viscosidade em TA foi maior que em GD.

Portanto, diante os resultados apresentados, os sérums desenvolvidos podem ser considerados fluidos não-newtoniano, pois mudam a viscosidade conforme a velocidade cisalhamento, pseudoplástico, por conta da redução conforme o aumento da velocidade, e tixotrópico, voltando a sua viscosidade inicial quando a velocidade reduz ou cessa. Esse tipo de produto tende a ter maior vida de prateleira, pois, em repouso, apresenta viscosidade constante, dificultando a separação dos constituintes da formulação. Ademais, durante a aplicação tópica, a formulação torna-se mais fluida, facilitando o espalhamento (Silva, 2021).

4 | CONCLUSÃO

O presente trabalho visou produzir um cosmético facial natural, do tipo sérum, utilizando como ativo antioxidante o extrato de hibisco, analisando suas características

físico-químicas a partir da realização de testes de controle de qualidade com o intuito de comprovar sua estabilidade. Após realização de todos os testes pode-se constatar que, apesar das diferenças encontradas dos valores obtidos nas análises das amostras, a base, F1 e F2 em T0 e T12, foram consideradas estáveis, pois as variações são mínimas e consideradas aceitáveis. Nesse viés, para a manipulação final, foi escolhida dar continuidade na Formulação 2, pois de acordo com os estudos e testes realizados a F2 obteve menor variação nos valores, ou seja, menos instabilidade.

É importante ressaltar que o extrato de hibisco possui componentes essenciais para ação antioxidante, conferindo características eliminatórias de radicais livres, ou seja, retardando o envelhecimento cutâneo. Esses componentes não interferiram de forma significativa nos testes físico-químicos realizados, mostrando influência apenas na viscosidade e espalhabilidade por se tratar de um extrato sólido. Dessa maneira, com base na pesquisa realizada, o extrato possui ativos que são considerados satisfatórios para uso em sérum.

Sugere-se então, a realização futura da extração própria do extrato de hibisco, sendo possível obter conhecimentos mais avançados acerca da sua composição e fazer a contabilização dos ativos através da análise fitoquímica. Sugere-se ainda, a continuação do estudo da formulação, com a execução do estudo de estabilidade acelerada de longa duração e a avaliação da atividade microbiológica, para a confirmação da estabilidade dos produtos formulados e para a determinação do prazo de validade.

REFERÊNCIAS

ALENCAR FILHO, J. M. T. **Estudo químico por técnicas hifenadas e desenvolvimento de formulação fotoprotetora com o extrato fluido de *Alternanthera brasiliana***. Dissertação (Mestrado em Recursos Naturais do Semiárido) - Universidade Federal do Vale do São Francisco (UNIVASF). Petrolina, p. 143. 2017.

ALENCAR FILHO, J. M. T.; *et al.* Flavonoid enriched extract of *Alternanthera brasiliana* with photoprotective effect: Formulation development and evaluation of quality. **Industrial Crops & Products**, v. 149, p. 112371, 2020.

BATTISTELLA, A. C. et al. Atividades biológicas de *Pterocaulon angustifolium*, *Praxelis sanctopaulensis* e *Disynaphia filifolia* e avaliação da ação conservante em emulsões. 2020. **Dissertação de Mestrado**. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Brasil. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Gerência Geral de cosméticos. **Guia de estabilidade de produtos cosméticos**. Brasília: ANVISA, 2004

Brasil. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos**. 2ª edição. Brasília: ANVISA, 2008

BOHJANEN, K. **Estrutura e funções da pele**. **Dermatologia Clínica**. Seção I Bases para diagnóstico e tratamento, 2017.

BOTELHO, T. G. et al. Serum facial contendo bio ativos hidratantes e antienvhecimento. **Intellectus Revista Acadêmica Digital**, p. 110, 2023.

CALDEIRA, V. F. *et al.* Chemistry and fatty acid profile of new fixed oils from two *Cenostigma* species: Different promising raw material for use in cosmetic emulsions. **Industrial Crops & Products**, v. 196, p. 116451, 2023.

CANTEIRO, E. L. O.; WECKERLIN, E. R.; SILVA OLIVEU, C. A. Tratamentos Para Sinais De Envelhecimento Facial: Uma Revisão de Literatura. **Revista Magsul de Estética e Cosmética**, p. 1-26, 2022.

DUARTE-ALMEIDA, J. M. et al. Avaliação da atividade antioxidante utilizando sistema beta-caroteno/ácido linoléico e método de sequestro de radicais DPPH•. **Food Science and Technology**, v. 26, n. 2, p. 446–452, abr. 2006

GONÇALVES, J. H. T.; SANTOS, A. S.; MORAIS, H. A. Atividade antioxidante, compostos fenólicos totais e triagem fitoquímica de ervas condimentares desidratadas. **Revista da Universidade Vale do Rio Verde**, v. 13, n. 1, p. 486–497, 21 jun. 2015.

HAN, S. M. et al. The beneficial effects of honeybee-venom serum on facial wrinkles in humans. **Clinical Interventions in Aging**, v. 10, p. 1587–1592, 1 out. 2015.

KHUANEKAPHAN, M.; NOYSANG, C.; KHOBJAI, W. Anti-aging potential and phytochemicals of *Centella asiatica*, *Nelumbo nucifera*, and *Hibiscus sabdariffa* extracts. **Journal of Advanced Pharmaceutical Technology & Research**, v. 11, n. 4, p. 174, 2020. LEONARDI, G. R.; GASPAR, L. R.; CAMPOS, P. M. B. G. M. 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. **Anais Brasileiros de Dermatologia**, v. 77, n. 5, p. 563–569, set. 2002.

OLIVEIRA, G. L. S. Determinação da capacidade antioxidante de produtos naturais in vitro pelo método do DPPH•: estudo de revisão. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v. 17, p. 36-44, 2015.

PEREIRA, L. G.; ALMEIDA, L. C. K. Desenvolvimento de um sérum facial hidratante e antienvhecimento com efeito de base. **Perquirere**, v. 20, n. 1, p. 74-90, 2023.

RASCHE, W. D. **Formulação e análise de gel-creme hidratante facial**. Centro Universitário Univates. Lajeado, 2014.

REBELLO, T. **Guia de produtos cosméticos**. [s.l.] BOD GmbH DE, 2015

RIAZ, G.; CHOPRA, R. A review on phytochemistry and therapeutic uses of *Hibiscus sabdariffa* L. **Biomedicine & Pharmacotherapy**, v. 102, p. 575–586, jun. 2018.

RODRIGUES, L. M. Desenvolvimento e estudo de estabilidade preliminar de emulsões óleo/água (O/A) a base de óleos vegetais para prevenção e/ou adjuvante no tratamento de úlceras por pressão. 2013.

SATHLER, N. S. **Cosméticos multifuncionais: aspectos históricos, características e uma proposta de formulação**. 2018. 49 f. Monografia (Graduação em Farmácia) - Escola de Farmácia, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2018

SANTOS, J. C. DE P. et al. Aproveitamento das sementes de goiaba na produção de cosméticos esfoliantes. **Ensaios USF**, v. 7, n. 2, 18 dez. 2023.

SATHLER, N. S. **Cosméticos multifuncionais: aspectos históricos, características e uma proposta de formulação**. 2018. 49 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Farmácia), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2018.

SHAFIRANY, M. Z. et al. Antioxidant Activity of Red and Purple Rosella Flower Petals Extract (*Hibiscus sabdariffa* L.). **Journal of Pharmaceutical Research International**, p. 186–192, 21 out. 2021

SILVA, M. F. Aplicação de emulsões múltiplas na indústria de cosméticos: uma revisão da literatura, 2021

SOUSA, J. M. A. CALDAS, J. M.; BRITO, M. C. A. Avaliação da atividade antioxidante do extrato de *Hibiscus sabdariffa* L. para desenvolvimento de formulação cosmética. **Revista Fitos**, v. 15, n. 4, p. 432-443, 17 dez. 2021.

TOPAN, J. F. **Emulsões à base de óleo de girassol (*Helianthus annuus* L.) com cristal líquido: avaliação das propriedades físico-químicas e atividade cosmética**. 2012. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

TRINDADE, J. L. R. Envelhecimento da Pele: Revisão Narrativa da Evolução Histológica. **PQDT-Global**, 2022.

VASCONCELOS, T. C. O Uso do Hibisco (*Sabdariffa* L.) na Prevenção do Envelhecimento Cutâneo. **Revista Científica Multidisciplinar Núcleo do Conhecimento**, v. 2, n. 1, p. 5–20, 6 fev. 2018.

VIEIRA, L. G. S.; ALMEIDA, L. C. K. Desenvolvimento de um sérum facial multifuncional. **Revista Perquirere**, v. 20, n.1, p. 91-106, 2023.