



C A P Í T U L O 1 5

PESQUISA, DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE SABONETE LÍQUIDO CONTENDO ÓLEOS ESSENCIAIS

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.6691725210815>

José Maria Silvestre da Silva Filho

Centro Universitário Cesmac
Maceió – AL

<http://lattes.cnpq.br/2399278986713473>

Karolayne Kethely da Silva

Centro Universitário Cesmac
Maceió – AL

<http://lattes.cnpq.br/1616380991145921>

Flavia Scigliano Dabbur

Centro Universitário Cesmac
Maceió – AL

<http://lattes.cnpq.br/4139616797573659>

RESUMO: Atualmente, o mercado de sabonetes segue as tendências no que cerne às tendências no desenvolvimento de produtos mais suaves e com aditivos e hidratantes de origem natural. O uso dos óleos essenciais (OE) é bastante popular nas áreas farmacêutica e cosmética. Alguns óleos essenciais são muito conhecidos por suas propriedades medicinais, sendo amplamente estudados na área de cosméticos. Os OE de *Lavandula angustifolia* Mili, *Citrus reticulata* Blanco e o Óleo vegetal de *Linum usitatissimum* L. possuem propriedades anti-inflamatórias, hidratantes e cicatrizantes na pele, se tornando interessante o seu estudo e uso em um sabonete líquido. O presente trabalho teve como proposta desenvolver e avaliar a pré-estabilidade físico-química de um sabonete acrescido com óleos essenciais, óleo vegetal e surfactantes naturais. Para isso foram desenvolvidos 12 protótipos contendo diferentes concentrações do óleo vegetal de linhaça e tipos de surfactantes. Com base nos resultados obtidos as formulações nomeadas como F8 e F9 apresentaram-se físico quimicamente estáveis em relação aos parâmetros pH, características organolépticas, altura e consistência da espuma, podendo assim ser dado continuidade ao estudo completo de estabilidade acelerada.

PALAVRAS-CHAVE: Sabonete. Surfactante. Natural. Óleo essencial. Cosmético natural.

RESEARCH, DEVELOPMENT AND EVALUATION OF THE PHYSICAL-CHEMICAL STABILITY OF LIQUID SOAP CONTAINING ESSENTIAL OILS

ABSTRACT: The contemporary soap market is driven by consumer trends toward milder products formulated with natural additives and moisturizers. Essential oils (EOs) are widely used in the pharmaceutical and cosmetic industries, with many being recognized for their medicinal properties and extensively studied for cosmetic applications. The essential oils of *Lavandula angustifolia* Mill. and *Citrus reticulata* Blanco, along with linseed vegetable oil (*Linum usitatissimum* L.), possess anti-inflammatory, moisturizing, and skin-healing properties, making them compelling ingredients for study and use in a liquid soap. This study aims to develop and assess the preliminary physicochemical stability of liquid soap enriched with essential oils, vegetable oil, and natural surfactants. To this end, 12 prototypes were formulated with varying concentrations of linseed oil and different types of surfactants. Based on the results, formulations F8 and F9 demonstrated physicochemical stability in terms of pH, organoleptic characteristics, and foam height and consistency. Therefore, these formulations are suitable for progression to a complete accelerated stability study.

KEYWORDS: Soap. Surfactant. Natural. Essencial oil. Natural cosmetics.

INTRODUÇÃO

O sabão é um produto comumente utilizado para limpeza de pele, datado há mais de 4.000 anos pelo homem. O registro mais antigo da fabricação de sabão foi encontrado em tabuletas de argila sumérias, datadas em cerca de 2.000 a.C. A história do sabão data desde os antigos babilônios, onde o sabão era produzido fervendo uma mistura de gordura com cinzas de madeira e usado para remover a gordura de lã antes de tingir. O primeiro sabão produzido era como uma gosma gordurosa, com cheiro desagradável, produzido pelo cozimento de gordura animal com um álcali chamado “lixívia” derivado das cinzas de madeira (Moraes, 2007; Sakkaravarthi, 2022).

Ainda de acordo com Sakkaravarthi (2022) o sabão recebeu esse nome da lenda romana em que mencionada o Monte Sapo, onde animais eram sacrificados. A chuva lavou a gordura animal juntamente a cinzas lenhosas ao longo da encosta montanhosa. Com isso as mulheres romanas descobriram que esse material ajudava na lavagem das roupas. Apesar do sabão ter sido datado desde 2.000 a.C., apenas em 130 – 200 d.C. foi descrito pelo médico grego Galeno sobre a importância uso do sabão para higiene pessoal.

O princípio fundamental da composição e performance de um sabão genericamente se aplica a todos os tipos de sabões. Eles são os sais de (principalmente) ácidos graxos saturados e insaturados com número de carbono C10 a C18. A fonte dos ácidos graxos é sempre uma mistura de triglicerídeos. Para fazê-lo diretamente do óleo, uma mistura de óleos reage com uma solução forte de hidróxido de sódio para gerar o sabão (Mashrabboyevna, 2022; Spitz, 2016).

Os sabões modernos surgiram durante a Segunda Guerra Mundial com a descoberta do detergente sintético por cientistas alemães, se tornando um importante evento para a formação da atual indústria de produtos de limpeza para a pele. A partir da década de 1970, surgiu mundialmente uma nova fase na área dos sabonetes, que se inicia com a utilização sistemática de base 100% sintética e foco mercadológico em hidratação e emoliência da pele. Atualmente, o mercado de sabonetes segue as tendências no desenvolvimento de produtos mais suaves e com aditivos e hidratantes de origem natural (Moraes, 2007; Sakkaravarthi, 2022).

Com o avanço da tecnologia, diferentes técnicas foram criadas na produção do sabão. A partir disso, surgiram diversos tipos de sabões, como: sabão em pó; detergente; e sabonetes líquidos, cada um possuindo uma finalidade diferente, seja ela para auxiliar na limpeza doméstica ou na higiene corporal (Achaw; Danso-Boateng, 2021; Moraes, 2007).

Os sabonetes líquidos possuem diferentes apresentações, podendo ser transparentes, perolados ou ainda misturados ao estearato alcalino, adequando-se para a produção de sabonetes líquidos cremosos (Achaw; Danso-Boateng, 2021; Corrêa, 2012).

Os sabonetes líquidos foram lançados no mercado na década de 70 e rapidamente alcançaram o sucesso, pois suas formulações apresentavam um pH próximo ao da pele. Outra característica dos sabonetes líquidos que contribuiu para o seu sucesso foi o tipo de embalagem, a qual permite a utilização do produto com o mínimo de contato com o ambiente externo (Morganti, 1995 Apud Lopes *et al.*, 2018; Parker, 2025).

Para Caldeira *et al.* (2022), os tensoativos possuem papel importante entre os componentes do sabonete líquido, sendo ele o responsável por diminuir a tensão superficial de um sistema e garantir o efeito de limpeza. Esse efeito se dá por ser um componente com característica anfifílica, possuindo um grupamento hidrofílico e outro lipofílico. Segundo Mashrabboyevna (2022) e Sousa *et al.* (2007), os tensoativos facilitam a remoção da sujeira e promovem mais contato com a superfície da pele, além de permitirem que óleos e gorduras sejam emulsionados.

A formulação mais comum encontrada nos sabonetes líquidos disponíveis no mercado é constituída por um tensoativo como, por exemplo, o lauril éter sulfato de sódio e co-tensoativos como cocamidopropilbetaína, os quais são usados para garantir a estabilidade da espuma, aumentar a viscosidade e reduzir o ponto de turvação (Filho; Sena, 2008; Mijaljica; Spada; Harrison, 2022). Atualmente os sabonetes líquidos são constituídos por misturas de tensoativos sintéticos ou derivados de produtos naturais.

As últimas décadas têm registrado um crescimento do interesse nos produtos sob o rótulo de “naturais”. No caso da biodiversidade, a expansão do consumo de produtos desenvolvidos com bases naturais vai de encontro com alguns dos novos valores da nossa sociedade contemporânea, que estão relacionados à qualidade de vida em geral. A demanda por esses tipos de produtos também está associada basicamente à crescente sofisticação dos mercados consumidores e o interesse pelo que é saudável e natural (Miguel, 2011; Ribeiro; Amaral, 2021).

Para Junior *et al.* (2022), nesse cenário, o uso de plantas medicinais e seus metabólitos especiais, como os óleos essenciais (OE), bem como os óleos vegetais, está cada vez mais presente em produtos para o cuidado da pele. Isso ocorre porque eles contêm polifenóis, terpenos, ácidos graxos e vitaminas que promovem diversos efeitos que podem ser associados aos cosméticos, podendo melhorar, a hidratação, nutrição e, portanto, a aparência da pele, objetivo tão buscado pelos consumidores.

Para compreender a eficácia desses ativos vegetais, é crucial entender a pele. Como nosso maior órgão, ela é fundamental para a aparência e atua como uma barreira protetora. A nossa pele possui um microbioma composto por cerca de 100 bilhões de bactérias e fungos. Sua superfície possui um pH característico levemente ácido (4,6 – 5,8), o “manto ácido”, que oferece proteção bactericida e fungicida. A manutenção desse delicado equilíbrio fisiológico é, portanto, um objetivo central para os cosméticos que buscam promover uma pele saudável (Hettwer *et al.*, 2018; Leonardi; Gaspar; Campos, 2002).

O uso dos (OE) é bastante popular nas áreas farmacêutica, terapêutica e cosmética. Alguns óleos essenciais são muito conhecidos por suas propriedades medicinais. Os óleos essenciais são substâncias complexas, de poder volátil e fragrância variável, provenientes de folhas, flores, talos, caule, haste, pecíolo, casca, raízes ou outro elemento (Andrade *et al.*, 2014; Pereira *et al.*, 2020).

O OE de lavanda (*Lavandula angustifolia* Mill.) é constituído majoritariamente por monoterpenóides, monoterpenos e sesquiterpenos e possui o Linalol e 1,8-cineol como principais compostos de ação; é conhecido por possuir atividade antioxidante, antifúngica e antibacteriana. Há estudos que indicam que o uso do OE de lavanda pode ser interessante para o controle da microbiota da pele, podendo também reduzir a resposta inflamatória da pele (Białoń *et al.*, 2019; Cardia *et al.*, 2018).

O OE de bergamota (*Citrus reticulata* Blanco) é majoritariamente constituído por Limoneno, γ -terpineno e mirceno, sendo seus principais compostos de ação o d-limoneno, β -bisaboleno e γ -terpineno (Oliveira, 2021). Estudos demonstram que ele apresenta alta atividade cicatrizante, antisséptica, antibacteriana e antifúngica. Em uso tópico pode apresentar uma boa atividade nos parâmetros de hidratação da pele (Khan; Ali; Alam, 2010; Oliveira, 2021).

O óleo vegetal de linhaça é obtido por prensagem a frio, visto que a temperatura variável pode acelerar o processo de oxidação (Nascimento *et al.*, 2020; Lopes, 2009). Em formulações cosméticas é usado como emoliente, por sua alta concentração de ácidos graxos, promovendo a diminuição das perdas de água por meio de incorporação de fosfolípidios epiteliais. Em uso tópico é utilizado no tratamento de acne, dermatite atópica, hidratação da pele e apresentam excelente poder de cicatrização (Figueira; Guidoni; Fronza, 2023; Trucom, 2009; Vaisey-Genser; Morris, 2003).

Ainda é comum o uso de sabões em barra por conta da praticidade e valor de mercado. Contudo, o consumo de sabonetes líquidos vem se expandindo, visto que os sabonetes em barras podem vir a ser um esconderijo ideal para as bactérias, além da dificuldade de ajustar o pH da formulação final para o mais próximo da pele, podendo resultar no desequilíbrio do microbioma do órgão, ressecamento e irritações cutâneas (Sousa *et al.*, 2019).

O sabonete líquido, acrescido com bioativos de acordo com a Anvisa, é um produto de grau 2 e possui indicações específicas cujas características exigem comprovação de segurança e/ou eficácia, bem como informações e cuidados, modo e restrições de uso. O controle de qualidade e estabilidade realizados nos dermocosméticos asseguram o cumprimento dos requisitos especificados na legislação e as normas em vigor. Nessa análise envolvem teste de caráter físico-químico, organoléptico e microbiológico, que garantem o processo eficaz da formulação (Paula; Trigueiros; Marques, 2022).

Tomando como base a tendência mundial de produtos vegetalizados propõe-se o desenvolvimento e estudo de pré-estabilidade de um sabonete cosmético livre de parabenos e sulfatos, e contendo óleos essenciais como ativos e óleo vegetal como emoliente.

MATERIAL E MÉTODO

Esta pesquisa é de natureza qualitativa, de caráter experimental com o desenvolvimento de uma formulação de sabonete líquido.

Amostra

As matérias-primas foram adquiridas através da compra direta em lojas especializadas.

Método de preparo

Os protótipos da formulação foram desenvolvidos na farmácia escola do Centro Universitário CESMAC. Foram produzidos 12 protótipos, com modificações na quantidade dos excipientes e ativos, a fim de encontrar a melhor associação. Os excipientes, ativos e suas funções estão descritas nas tabelas a seguir.

Nomenclatura INCI	Nome comercial	Função na formulação
<i>Aqua</i>	Água deionizada	Veículo
<i>Disodium EDTA</i>	Versene Na2	Sequestrante
<i>Sodium Lauroyl Glutamate</i>	Eversoft ULS-100S	Surfactante aniônico
<i>Sodium Laureth-2 Sulfate</i>	Texapon HBN	Surfactante aniônico
<i>Cocamidopropyl Betaine</i>	Dehyton KB	Co-surfactante anfotérico
<i>Cocamide Diethanolamine</i>	Comperlan KD	Co-surfactante não iônico
<i>Linum usitatissimum L.</i>	Óleo vegetal de linhaça	Emoliente
<i>Citrus reticulata Blanco</i>	Óleo essencial de bergamota	Ativo
<i>Lavandula angustifolia Mili</i>	Óleo essencial de lavanda	Ativo
<i>Rice glycolic extract</i>	Extrato Glicólico de Arroz	Hidratante
<i>Sodium Benzoate + Potassium Sorbate</i>	ProTeg BP	Conservante
<i>Citric Acid</i>	Ácido cítrico (sol. 30%)	Regulador de pH

Tabela 1 – Proposta de formulação do sabonete líquido.

Fonte: Autores, 2023.

Nomenclatura INCI	Nome comercial	Natureza
<i>Disodium EDTA</i>	Versene Na2	Sintético
<i>Sodium Lauroyl Glutamate</i>	Eversoft ULS-100S	Natural
<i>Sodium Laureth-2 Sulfate</i>	Texapon HBN	Sintético
<i>Cocamidopropyl Betaine</i>	Dehyton KB	Natural
<i>Cocamide Diethanolamine</i>	Comperlan KD	Sintético
<i>Linum usitatissimum L.</i>	Óleo vegetal de linhaça	Natural
<i>Citrus reticulata Blanco</i>	Óleo essencial de bergamota	Natural
<i>Lavandula angustifolia Mili</i>	Óleo essencial de lavanda	Natural
<i>Rice glycolic extract</i>	Extrato Glicólico de Arroz	Natural
<i>Sodium Benzoate + Potassium Sorbate</i>	ProTeg BP	Natural

Tabela 2 – Descritivo da natureza dos componentes do sabonete líquido.

Fonte: Gova, 2007.

NOME COMERCIAL	INCI name	F1	F2	F2	F4
%					
Água Deionizada	<i>Aqua</i>	qsp	qsp	qsp	qsp
Versene Na2	<i>Disodium EDTA</i>	0,05	0,05	0,05	0,05
Eversoft ULS-100S	<i>Sodium Lauroyl Glutamate</i>	5,00	****	5,00	10,00
Texapon HBN	<i>Sodium Laureth-2 Sulfate</i>	****	16,00	10,00	****
Dehyton KB	<i>Cocamidopropyl Betaine</i>	8,00	8,00	8,00	****
Comperlan KD	<i>Cocamide Diethanolamine</i>	3,00	3,00	3,00	3,00
Óleo vegetal de linhaça	<i>Linum usitatissimum L.</i>	10,00	1,00	5,00	3,50
Óleo essencial de bergamota	<i>Citrus reticulata Blanco</i>	0,50	0,50	0,50	0,50
Óleo essencial de lavanda	<i>Lavandula angustifolia Mili</i>	0,50	0,50	0,50	0,50
Extrato Glicólico de Arroz	<i>Rice glycolic extract</i>	1,00	1,00	1,00	1,00
ProTeg BP	<i>Sodium Benzoate + Potassium Sorbate</i>	0,50	0,50	0,50	0,50
Ácido cítrico (sol. 30%)	<i>Citric Acid</i>	qs	qs	qs	qs

Tabela 3 – Formulações do sabonete líquido.

Fonte: Autores, 2023.

Os protótipos foram preparados: pesagem dos componentes; mistura em béquer os componentes Versene Na2 e Eversoft ULS-100S (fase A), aquecido a 65°C em banho de água. Separadamente foi feito uma pré-mistura com os componentes Texapon HBN, Dehyton KB, Comperlan KD, Óleo vegetal de linhaça, Óleo essencial de bergamota, Óleo essencial de lavanda e a Extrato Glicólico de Arroz (fase B). A fase B foi adicionada à fase A quando a mesma atingiu 40°C, homogeneizou-se a mistura. A adição do agente conservante foi feita ao final da preparação junto do ajuste do pH com o uso do ácido cítrico. O pH foi ajustado para um valor de 5,5.

Análises físico-químicas

Características organolépticas

Nos ensaios organolépticos foram avaliados os parâmetros aspecto, cor, odor.

- Aspecto: Observou-se visualmente as características da amostra, verificando se ocorreram modificações macroscópicas em relação ao padrão estabelecido.
- Cor: Observou-se visualmente a cor da amostra.
- Odor: Sentiu-se o odor da amostra diretamente através do olfato (Brasil, 2004; Brasil, 2008).

Valor de pH

A determinação do pH foi realizada imergindo-se o eletrodo diretamente na amostra (Brasil, 2008).

Densidade

Deve-se pesar a proveta vazia e posteriormente colocar 50 mL da amostra na proveta e pesá-la na balança para fins de cálculo (Brasil, 2008).

O cálculo é feito a partir da equação $D = m(g) / v(\text{mL})$, onde: D = densidade em g/mL; m = massa da amostra em gramas, v = volume final em mililitros.

Teste de espuma, desempenho e estabilidade da espuma

Teste de espuma utiliza a técnica de Ross-Miles de forma adaptada, onde a amostra do sabonete, diluído a 5% em 50 mL de água purificada. Posteriormente é transferido para uma proveta 250 mL e a agitado de forma manual e verticalmente, 5 vezes consecutivas. A altura da espuma formada é medida, em mL, no instante após a última agitação e 5 minutos após o descanso, para avaliar a sua manutenção depois de um tempo pré-estabelecido (Abreu *et al.*, 2025; Lorca; Fonseca; Santos, 2009).

A maneira mais comum de determinar a estabilidade da espuma é medindo tanto o tempo de ruptura (tempo de vida) de toda a coluna de espuma ou o tempo de ruptura da metade da altura da coluna de espuma, $t_{1/2}$. Um parâmetro chamado de R5 é definido como a razão entre a altura da espuma no tempo de 5 minutos após a formação de espuma, h_5 , e a altura inicial, h_0 , da espuma formada. Com esses valores, faz-se o cálculo $R5 = H_5 / H_0 \times 100$, onde obtendo-se um valor maior que 50% consideram-se uma espuma estável e baixos valores de R5 indicam espumas de baixa estabilidade (Muhammad; Hamza, 2022; Lunkenheimer; Malysa, 2003).

Centrifugação

A quantidade de 5 mL de amostra é acondicionada em tubos de ensaio e centrifugada por 30 minutos a 3000 rpm. Em seguida avalia-se visualmente a amostra se houve ou não separação de fases (Brasil, 2004).

Teste de estabilidade preliminar

Teste de pré-estabilidade acelerada teve duração de quinze dias e auxiliou na triagem das formulações para continuidade dos estudos (Brasil, 2004).

As formulações em teste foram submetidas às temperaturas $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ (estufa de circulação de ar), $5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ (refrigerador) e a uma amostra padrão mantida em temperatura ambiente $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. As amostras foram analisadas no tempo zero (t_0) e no tempo 15 (t_{15}) dias (Brasil, 2004).

Proposta de novas formulações

Para melhoria das características organolépticas das formulações foram propostos 8 novos protótipos nomeados de F5 a F12 (Tabela 4).

A essas formulações repetiu-se as análises dos itens 2.3.1, 2.3.2, 2.3.3, 2.3.4, 2.3.5 e 2.4.

NOME COMERCIAL	F5	F6	F7	F8	F9	F10	F11	F12
	%							
Água Deionizada	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp
Versene Na2	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Eversoft ULS-100S	5,00	****	5,00	10,00	10,00	10,00	10,00	****
Texapon HBN	****	16,00	10,00	****	****	****	****	****
Dehyton KB	8,00	8,00	8,00	8,00	****	****	8,00	8,00
Comperlan KD	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	****	****	****
Óleo vegetal de linhaça	****	****	****	****	****	****	****	****
Óleo essencial de bergamota	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Óleo essencial de lavanda	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Extrato Glicólico de Arroz	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
ProTeg BP	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Ácido cítrico (sol. Aq. 30%)	q.s	q.s	q.s	q.s	q.s	q.s	q.s	q.s

Tabela 4 – Formulações F5 a F12.

Fonte: Autores, 2023.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados do estudo de análise de qualidade físico-químico e teste de estabilidade preliminar estão representados na tabela 5 e 6. A tabela representa os testes que demonstram o comportamento físico-químico, ao longo do tempo, como as características organolépticas, valor de pH, densidade, assim como o teste e estabilidade da espuma e centrifugação.

As F1, F2, F3 e F4 foram analisadas com diferentes concentrações do óleo vegetal de linhaça, visto o potencial do óleo para o uso em cosméticos e na formulação de compostos de limpeza de pele. Entretanto, verificou-se que, todas as formulações apresentaram separação de fase (Foto 1), com uma das fases apresentando um sobrenadante oleoso e outra fase aquosa.

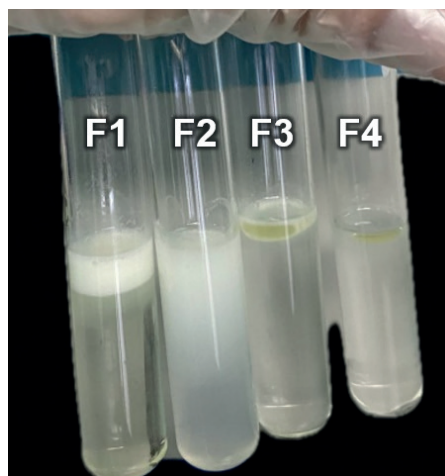


Foto 1. Aspecto das formulações F1, F2, F3 e F4 após centrifugação em t0.

Fonte: Autores, 2023.

Formulações	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9	F10	F11	F12
Testes												
Cor	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM
Odor	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM	NM
Aspecto	IM	MD	IM	IM	IM	LM	NM	NM	NM	LM	MD	NM
pH	5,40	5,10	5,20	5,30	5,50	5,00	5,45	5,31	5,40	5,01	5,03	5,09
Densidade	0,99	1,03	0,98	0,97	0,99	0,99	1,01	1,02	1,01	0,99	1,03	1,04
Teste de Espuma	T ₁ 85mL T ₂ 80mL	T ₁ 80mL T ₂ 75mL	T ₁ 95mL T ₂ 85mL	T ₁ 86mL T ₂ 70mL	T ₁ 74mL T ₂ 69mL	T ₁ 80mL T ₂ 74mL	T ₁ 85mL T ₂ 78mL	T ₁ 95mL T ₂ 90mL	T ₁ 95mL T ₂ 88mL	T ₁ 78mL T ₂ 70mL	T ₁ 80mL T ₂ 76mL	T ₁ 85mL T ₂ 80mL
Estabilidade da Espuma	94,1%	93,7%	89,4%	81,4%	93,2%	92,5%	91,8%	94,7%	92,6%	89,7%	95,0%	94,1%
Centrifugação	SP	SP	SP	SP	SP	SP	NS	NS	NS	NS	PR	NS

Tabela 5 – Resultados das análises físico-químicas das amostras F1 a F12 no t0.

Legendas: NM: normal, sem alteração; LM: levemente modificada; MD: Modificada; IM: intensamente modificada; SP: separação de fases; PR: precipitação; NS: não separou.

Fonte: Autores, 2023.

O estudo prosseguiu com a retirada do óleo vegetal de linhaça da formulação por apresentar incompatibilidade e seguiu avaliando a melhor combinação de surfactantes para o sabonete líquido.

Verificou-se que após a remoção do óleo vegetal de linhaça, as F5 e F6 continuaram a apresentar separação de fases. A separação de fases (*cloud-point* ou também chamada, coacervação) é um fenômeno exibido em solução micelar aquosa de surfactante, em que mediante alteração apropriada (por exemplo, mudança de temperatura, pressão, adição de sais ou de aditivo), a separação de fases da solução ocorre em uma fase concentrada contendo a maior parte do surfactante (denominada rica em surfactante, micelar ou fase coacervada), e outra fase aquosa diluída contendo baixa concentração de surfactante (Chaiben, 2023; Hinze; Pramauro, 1993).



Foto 2. Separação de fases (formação de coacervação) das amostras F5 e F6 após centrifugação em t0.

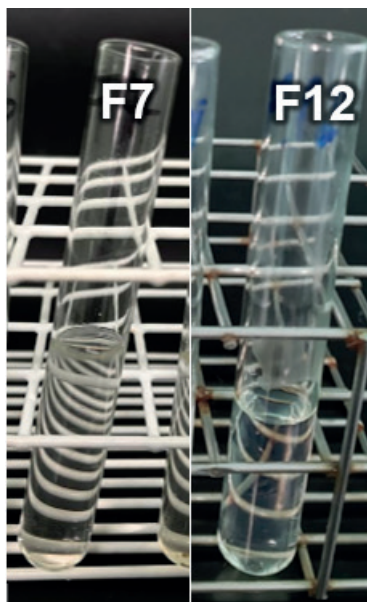


Foto 3. Aspecto das formulações F7 e F12 descontinuadas após centrifugação em t0.

Fonte: Autores, 2023.

A F7, apesar de aprovada no teste de centrifugação, foi descontinuada do estudo por apresentar uma quantia superior a desejada de adjuvantes sintéticos. Com isso se manteve o objetivo desse estudo para a produção de um sabonete líquido natural. A substituição de surfactantes sintéticos como o *Sodium Laureth-2 Sulfate* (SLES) por um natural contribui para a sustentabilidade devido à sua maior biodegradabilidade, além de minimizar riscos de irritações cutâneas por possuir um surfactante suave, sendo um produto inovador livre de parabenos e fragrâncias

sintéticas (Chandra; Tyagi, 2013; Santos, 2024). A formulação 12, também aprovada no teste de centrifugação, não avançou para o teste de estabilidade preliminar por se tratar de uma solução contendo um único surfactante, o *cocamidopropyl betaine* (CAPB), visto a melhoria das propriedades fornecidas pela combinação de surfactantes.

A associação do surfactante *sodium lauroyl glutamate* (SLG) apresentou na F11 interação com o co-surfactante CAPB que, após o teste de centrifugação, precipitou. Kume, Gallotti e Nunes (2008), explicam que se tem um comum engano na classificação do CAPB como anfótero, já que ele possui uma carga positiva permanente, podendo apresentar carga negativa em pH elevado. No entanto, como nunca apresentam carga negativa única, eles não podem ser considerados anfóteros. O CAPB em um pH <4,2 se torna menos viscoso e mais turvo, se comportando como um surfactante catiônico. O complexo de surfactante aniônico/catiônico pode ter sido o responsável por formar o precipitado na F11 (Ferreira, Assis, Percebom, 2022; Kume, Gallotti e Nunes, 2008).



Foto 4. Precipitação apresentada na F11 após centrifugação em t0.

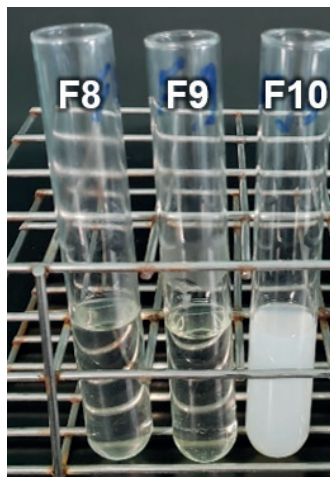


Foto 5. Aspecto das formulações F8, F9 e F10 após centrifugação ao final do teste de estabilidade preliminar em t15.

Fonte: Autores, 2023.

As F8, F9, F10 foram aprovadas no teste de centrifugação, mantendo-se homogêneas, a partir disso foram submetidas ao teste de estabilidade preliminar para avaliar a estabilidade em condição de tempo e temperaturas variáveis.

A tabela 6 representa os resultados das análises realizadas no final do teste de estabilidade preliminar com duração de 15 dias, sendo representado por t15.

Nesse estudo, avaliaram-se as características organolépticas (cor, odor e aspecto) e as análises foram realizadas comparando as amostras submetidas ao estudo de pré-estabilidade com uma amostra de referência estabelecida. A amostra de referência corresponde a amostra exposta à temperatura ambiente controlada ($25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$). Observaram-se mudanças nas características organolépticas da F10 apresentando-se levemente modificada, como apresentado na tabela 6 em comparação a tabela 5, apontando formação de coacervação. As características organolépticas das demais formulações não apresentaram diferenças.

Formulações		F8				F9				F10			
Tempo	t0	t15				t0	t15			t0	t15		
Temperatura 25°C		5°C	25°C	40°C	25°C	5°C	25°C	40°C		25°C	5°C	25°C	40°C
Testes													
Cor	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	LM	LM
Odor	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS
Aspecto	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	LM	LM
pH	5,31	5,46	5,35	5,50	5,40	5,55	5,35	5,74	5,01	5,08	4,86	5,10	
Densidade	1,02	1,02	1,05	1,07	1,01	1,02	1,10	1,11	0,99	1,13	1,04	1,04	
Teste de espuma	T ₁ 95mL T ₂ 90mL	T ₁ 135mL T ₂ 130mL	T ₁ 150mL T ₂ 138mL	T ₁ 135mL T ₂ 130mL	T ₁ 95mL T ₂ 88mL	T ₁ 127mL T ₂ 110mL	T ₁ 150mL T ₂ 138mL	T ₁ 130mL T ₂ 115mL	T ₁ 78mL T ₂ 70mL	T ₁ 115mL T ₂ 110mL	T ₁ 76mL T ₂ 70mL	T ₁ 140mL T ₂ 130mL	
Estabilidade da Espuma	94,7%	96,2%	93,7%	96,2%	92,6%	86,6%	92,0%	88,4%	89,7%	96,6%	89,7%	92,8%	
Centrifugação	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS	NS

Tabela 6 – Resultados das análises físico-químicas no t0 e t15.

Legendas: NM: normal, sem alteração; LM: levemente modificada NS: Normal sem alteração.

Fonte: Autores, 2023.

As amostras submetidas ao estudo de estabilidade preliminar apresentaram mudanças no pH. A média dos valores obtidos entre as condições de tempo e temperatura indicaram que houve variação de $\text{pH} \pm 0,03$ a 0,34. É importante fazer o controle do pH visto a reduzida eficácia do conservante *sodium benzoate + potassium sorbate* em pH superior a 5,5. Além disso, é desejável que o valor do pH da amostra permaneça entre 4,8 e 5,5 por apresentar um pH equivalente ao da pele e não elevar a carga positiva do CAPB. Também foi possível observar na F8 que, mudando o pH de 5,50 para 5,31, houve um aumento da viscosidade. Esse fenômeno foi também observado por Bratovcic *et al.* (2018) como resultado da mistura dos surfactantes CAPB e do *Cocamide Diethanolamine* (DEA), onde a viscosidade aumentou de 1030 para 1300 mPas em relação a diminuição do pH de 5,57 para 5,30.

Os resultados da densidade representados nas tabelas 5 e 6 não apresentaram mudanças relevantes, com valor variando em $\pm 0,10$ a $0,14$.

As formulações apresentam uma combinação de surfactantes formando um sistema de surfactantes mistos, os quais as misturas deles são muito utilizadas para melhorar suas propriedades. Os resultados das medidas do teste de espuma estão representados na tabela 5 e um valor percentual pôde ser obtido após determinar o valor de R5. Todas as amostras obtiveram altos valores de R5, formando espumas estáveis, variando entre 86% e 96%. Em comparação à tabela 6, foi possível observar que não houve diferença nas amostras avaliadas no t15.

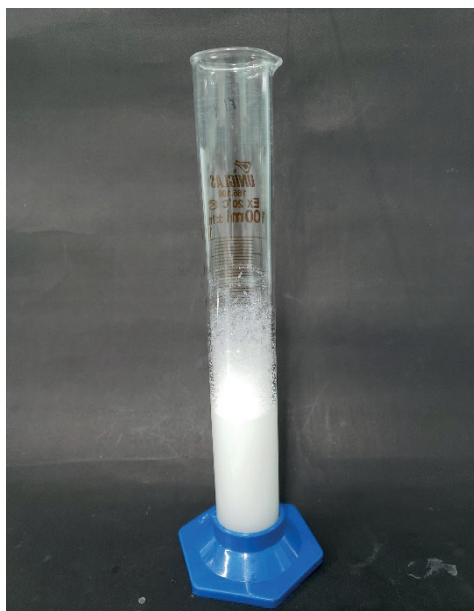


Foto 6. Exemplo do teste de espuma e caracterização da espuma.

Fonte: Autores, 2023.

A combinação dos surfactantes caracteriza a espuma como cremosa, uniforme e estável, sendo considerado um importante parâmetro de avaliação para o consumidor. Também é interessante manter essas características da espuma, visto o uso de frasco com válvula *pump* como embalagem final do produto.

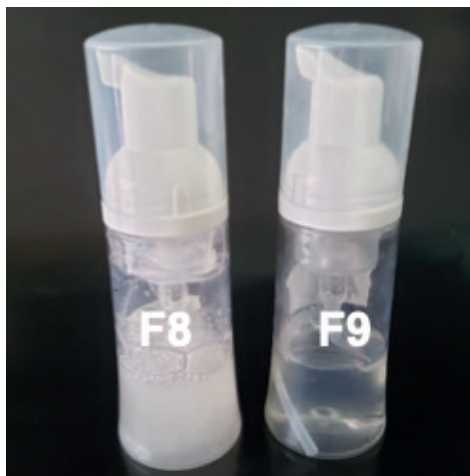


Foto 7. Formulações F8 e F9 que foram aprovadas em pré-estabilidade.

Fonte: Autores, 2023.

CONCLUSÃO

Os resultados obtidos confirmaram que as formulações F8 e F9 demonstraram-se estáveis, sendo viável a produção de um sabonete líquido natural acrescido de óleos essenciais e de surfactantes de origem natural. As formulações F1, F2, F3 e F4 demonstraram incompatibilidade com o óleo vegetal de linhaça, e a formação de coacervações nas F6 e F7. Também foi possível observar a incompatibilidade entre o surfactante SLG e CAPB.

Apesar das formulações se apresentarem estáveis, ainda é necessária realização do estudo de estabilidade acelerada (90 dias) das formulações F8 e F9, como também estudar o comportamento da formulação com surfactante único.

REFERÊNCIAS

ABREU, T. V. D. *et al.* **Xampu sólido vegano detox à base de argila verde e óleo da castanha-do-brasil (*bertholletia excelsa*)**. 1. ed. Belo Horizonte: Editora Poisson, 2025.

ACHAW, O.; DANSO-BOATENG, E. Soaps and detergents. In: **Chemical and process industries: With examples of industries in Ghana**. Cham: Springer International Publishing, 2021.

ANDRADE, A. M. *et al.* Mapeamento Tecnológico da utilização de óleos essenciais para a produção de cosméticos. **Cadernos de Prospecção**, v. 7, n. 3, p. 416-420, 2014.

BLAŁOŃ, M. *et al.* Chemical composition of two different lavender essential oils and their effect on facial skin microbiota. **Molecules**, v. 24, n. 18, art. 3270, 2019.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Diário Oficial da União, Poder Executivo, Brasília, DF. 2004.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). **Guia de controle de qualidade de produtos cosméticos: uma abordagem sobre os ensaios físicos e químicos**. Diário Oficial da União, Poder Executivo, Brasília, DF. 2008.

BRATOVCIC, A. *et al.* The influence of type of surfactant on physicochemical properties of liquid soap. **International Journal of Material and Chemistry**, v. 8, n. 2, p. 31-37, 2018.

CALDEIRA, G. *et al.* **Formulação e elaboração de shampoo substituindo tensoativos sulfatados por tensoativos de origens naturais**, 2022. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Técnico em química) – Escola Técnica Estadual ETEC de Cidade Tiradentes, São Paulo, 2022.

CARDIA, G. F. E. *et al.* **Effect of lavender (*Lavandula angustifolia*) essential oil on acute inflammatory response**. Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine, Maringá, 2018.

CHAIBEN, S. C. S. **Coacervação em sistemas de surfactantes aniônicos e polímeros catiônicos aplicáveis em hair care**. Orientador: Ana Maria Percebom. 2023. Dissertação (Mestrado em Química) – Departamento de química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2023.

CHANDRA, N.; TYAGI, V. K. Synthesis, properties, and applications of amino acids-based surfactants: a review. **Journal of dispersion science and technology**, v. 34, n. 6, p. 800 – 808, 2013.

CORRÊA, M. A. **Cosmetologia: ciência e técnica**. São Paulo: Medfarma, 2012.

FERREIRA, M. O.; ASSIS, H. F. C.; PERCEBOM, A. M. Cocamidopropyl betaine can behave as a cationic surfactant and electrostatically associate with polyacids of high molecular weight. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 654, art. 130123, 2022.

FIGUEIRA, M. M.; GUIDONI, M.; FRONZA, M. Atividade antioxidante e antibacteriana de óleos vegetais. **Múltiplos Acessos**, v. 8, n. 4, p. 122-140, 2023.

FILHO, E. A. S.; SENA, G. L. **Propriedades Físico-Químicas dos Tensoativos em Sabonete Líquido**. 2008. Disponível em: <https://cosmetoguia.com.br/article/read/area/IND/id/800/>. Acesso em: 16 abr. 2023.

GOVA, D. **Surfactants at a glance**. 2007. Disponível em: <https://www.gova-benelux.com/wp-content/uploads/2020/10/ProductList-Surfactants-Table-2007.pdf>. Acesso em: 05 de dez. 2023.

HETTWER, S. *et al.* Equilíbrio da Microbiota para Benefício da Pele. **Cosmetics & Toiletries**. v. 30, n. 4, p. 48–54, 2018.

HINZE, W. L.; PRAMAURO, E. A critical review of surfactant-mediated phase separations (cloud-point extractions): theory and applications. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 24, n. 2, p. 133-177, 1993.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 3515:2002(en) Oil of lavender (*Lavandula angustifolia* Mill.)**. p. 3, 2002.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 3528:2012(en) Essential oil of mandarin, Italian type (*Citrus reticulata* Blanco)**. p. 3, 2012.

JUNIOR, F. V. *et al.* Development and stability evaluation of a facial cleanser formulation containing pomegranate extract (*Punica granatum* L.). **Research, Society and Development**, v. 11, n. 17, p. e72111738435, 2022.

KHAN, M. A.; ALI, M.; ALAM, P. Phytochemical investigation of the fruit peels of *Citrus reticulata* Blanco. **Natural Product Research**, v. 24, n. 7, p. 610–620, 2010.

KUME, G.; GALLOTTI, M.; NUNES, G. Review on anionic/cationic surfactant mixtures. **Journal of Surfactants and Detergents**, v. 11, n. 1, p. 1-11, 2008.

LEONARDI, G. R.; GASPAR, L. R.; CAMPOS, P. M. B. G. 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 brasileiro de Dermatologia**, v. 77, p. 563-569, 2002.

LOPES, A. C. *et al.* ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA COMPARATIVA DE SABONETES LÍQUIDOS. **Visão Acadêmica**, v. 19, n. 2, p. 84-89, 2018.

LOPES, R. V. V. **Poliuretanas obtidas a partir dos óleos de linhaça (*Linum usitatissimum* L.) e maracujá (*Passiflora edulis* Sims f. *flavicarpa* Degener)**. Orientador: Maria José Araújo Sales, 2009. Tese (Doutorado em Química) – Instituto de Química, Universidade de Brasília, Brasília, 2009.

LORCA; B. S. S.; FONSECA, L. B. S.; SANTOS E. P. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de sabonete granulado suave. **Revista Brasileira de Farmácia**, v. 90, n. 1, p. 10-13, 2009.

LUNKENHEIMER, K.; MALYSA, K. Simple and generally applicable method of determination and evaluation of foam properties. **Journal of surfactants and detergents**, v. 6, n. 1, p. 69-74, 2003.

MASHRABBOYEVNA, A. M. *et al.* The composition of soaps and its effect on soap quality. **ACADEMIA: An International Multidisciplinary Research Journal**, v. 12, n. 1, p. 398-402, 2022.

MIGUEL, L. M. Tendências do uso de produtos naturais nas indústrias de cosméticos da França. **Revista Geográfica de América Central**, v. 2, p. 1-15, 2011.

MIJALJICA, D.; SPADA, F.; HARRISON, I. P. Skin cleansing without or with compromise: soaps and syndets. **Molecules**, v. 27, n. 6, p. 2010, 2022.

MORAES, L. Sabonetes: inovando no desenvolvimento com tecnologia. **Cosmetics & Toiletries**, v. 19, p. 62-71, 2007.

MUHAMMAD, U. S.; HAMZA, M. F. Fenugreek surfactant: Extraction, Synthesis and Evaluation of Foam Properties for Application in Enhanced Oil Recovery. **Applied Science and Technology Express**, v. 2022, p. 1-9, 2022.

OLIVEIRA, A. C. S. D. *et al.* Composição química, atividades larvicida e leishmanicida in vitro do óleo essencial da casca do fruto de *Citrus reticulata* Blanco. **Brazilian Journal of Biology**, v. 83, p. e247539, 2021.

PARKER, O. **Soap How**. [S. l.] (sine loco): Independently published, 2021. E-book.

PAULA, B. K. L.; TRIGUEIROS, L. M. B. M.; MARQUES, M. F. F. Controle de qualidade em dermocosméticos: estudo de estabilidade exploratória de um sabonete líquido a base de probióticos e óleos essenciais puros. **Revista Eletrônica da Estácio Recife**, v. 8, n. 1, 2022.

PEREIRA, G. C. *et al.* Análise da estabilidade de um shampoo produzido com adição de óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus officinalis*). **Revista Eletrônica TECEN**, v. 13, n. 1, p. 2-7, 2020.

RIBEIRO, L. C.; AMARAL, T. D. S. **O desenvolvimento de sabonete líquido esfoliante a partir de produtos naturais**. Trabalho de conclusão de curso (Curso Superior de Tecnologia em Processos Químicos) – Faculdade de Tecnologia, Campinas, 2021.

SAKKARAVARTHI, V. History of soap. **Cosmoderma**, v. 2, 2022.

SANTOS, M. A. D. Novos surfactantes em produtos cosméticos: mapeamento tecnológico. Trabalho de conclusão de curso (Curso Superior de Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2024.

SOUSA, M. H. *et al.* **Elaboração de um sabonete líquido para as mãos no contexto de um projeto de extensão**: da formulação à caracterização físico-química. 2007. Trabalho de Projeto de Extensão - Centro Universitário UNIEURO, Brasília, 2007.

SOUSA, T. S. B. *et al.* Análise dos parâmetros físico – químicos e organolépticos de sabonetes líquidos íntimos. **Brazilian Journal of Natural Sciences**, v. 2, n. 3, p. 115-115, 2019.

SPITZ, L. **Soap manufacturing technology**. 2. ed. Amsterdam: Elsevier, 2016.

TRUCOM, C. **A importância da linhaça na saúde**. 1. Ed. São Paulo: Alaúde, 2009.

VAISEY-GENSER, M.; MORRIS, D. H. Introduction: history of the cultivation and uses of flaxseed. In: **Flax**. CRC Press, 2003. p. 13-33.