

## Artigo Original

# DESENVOLVIMENTO DE UMA EMULSÃO O/A ASSOCIADA AO ÓLEO ESSENCIAL DE GERÂNIO (*PELARGONIUM GRAVEOLENS*) E AO ÓLEO ESSENCIAL DE PALMAROSA (*CYMBOPOGON MARTINII*)

**Autor: Silvana de Oliveira<sup>1</sup>, Dra. Carla Aparecida Pedriali Moraes<sup>2</sup>,**

<sup>1</sup>Tecnóloga em Cosméticos pela Faculdade de Tecnologia de Diadema SP. E-mail: [silvanaoliveira.cientifique@gmail.com](mailto:silvanaoliveira.cientifique@gmail.com); <sup>2</sup>Farmacêutica Bioquímica, Doutora em Fármaco e Medicamentos na área de Produção e Controle Farmacêuticos (Cosméticos) da Universidade de São Paulo. E-mail: [capedriali@hotmail.com](mailto:capedriali@hotmail.com).

## Informações do artigo

Palavras Chave:

*Pelargonium graveolens*,  
*Cymbopogon martinii*,  
autoemulsionante teste de  
estabilidade.

## Resumo

Os óleos essenciais são metabólitos secundários das plantas, por meio do seu odor tem a capacidade de repelir animais predadores ou atrair insetos polinizadores. Em função de sua composição química, é muito utilizado na indústria farmacêutica e indústria alimentícia por sua capacidade antioxidante, antibacteriana e antifúngica, na indústria de cosméticos por sua fragrância no desenvolvimento de perfumes. O dinâmico mercado de cosméticos exige o desenvolvimento de novos produtos, mas deve ser rápido e seguro. E quanto ao aspecto da segurança é crescente o interesse por produtos naturais, pois oferecem uma proposta de sinergia entre o vegetal e o cuidado com a pele. Os óleos essenciais de gerânio (*Pelargonium graveolens*) e de palmarosa (*Cymbopogon martinii*), são reconhecidos por suas atividades antioxidantes, tal benefício é empregado em cosméticos dos mais variados tipos de finalidades, desde hidratantes a filtros solares. O objetivo deste trabalho foi desenvolver uma emulsão O/A associada ao óleo essencial de gerânio (*Pelargonium graveolens*) e ao óleo essencial de palmarosa (*Cymbopogon martinii*). Foram desenvolvidas quatro formulações e submetidas à avaliação preliminar da estabilidade e aos testes de estabilidade acelerada. Os resultados obtidos num período de 30 dias, foram que todas as formulações permaneceram dentro dos critérios dos valores de pH e das características organolépticas. As formulações desenvolvidas apresentaram características físico-químicas satisfatórias de acordo com as determinações exigidas para regulamentação de produtos cosméticos.

<sup>1</sup>Autor correspondente:

Carla Aparecida Pedriali Moraes - E-mail: [capedriali@hotmail.com](mailto:capedriali@hotmail.com) - ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8755-393X>

DOI: <https://doi.org/10.31415/bjns.v2i3.64> - Artigo recebido em: 18 de junho de 2019 ; aceito em 09 de Julho de 2019; publicado em 30 de setembro de 2019. Brazilian Journal of Natural Sciences, Vol. 2, N.3, setembro 2019. Disponível online a partir de 30 de setembro de 2019, ISSN 2595-0584. [www.bjns.com.br](http://www.bjns.com.br). Todos os autores contribuíram igualmente com o artigo. Os autores declaram não haver conflito de interesse. Este é um artigo de acesso aberto sob a licença CC - BY: <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0>

## Article ID

### Keywords:

*Pelargonium graveolens*,  
*Cymbopogon martinii*,  
self-emulsifying, stability  
test.

## Abstract

Essential oils are secondary metabolites of plants, through their odor has the ability to repel predatory animals or attract pollinating insects. Due to its chemical composition, it is widely used in the pharmaceutical industry and food industry for its antioxidant, antibacterial and antifungal properties, in the cosmetics industry for its fragrance in the development of perfumes. The dynamic cosmetics market requires the development of new products, but must be fast and safe. And as for the safety aspect, there is a growing interest in natural products, since they offer a proposal of synergy between vegetable and skin care. Essential oils of geranium (*Pelargonium graveolens*) and palmarosa (*Cymbopogon martinii*), are recognized for their antioxidant activities, such benefit is used in cosmetics of a variety of purposes, from moisturizers to sunscreens. The objective of this work was to develop an O / O emulsion associated with geranium essential oil (*Pelargonium graveolens*) and essential oil of palmarosa (*Cymbopogon martinii*). Four formulations were developed and subjected to preliminary stability assessment and accelerated stability tests. The results obtained over a period of 30 days were that all formulations remained within the criteria of pH values and organoleptic characteristics. The developed formulations presented satisfactory physico-chemical characteristics in accordance with the determinations required for the regulation of cosmetic products.

## Introdução

No Brasil o uso de cosmético faz parte dos itens de primeira necessidade, os quais de forma ampla engloba os produtos de higiene pessoal, perfumaria e cosméticos. Existem muitos cosméticos classificados como emulsões, são muito empregadas na indústria cosmética por conta da estabilidade que elas proporcionam, utilizadas por possuírem grande aplicabilidade, versatilidade e comumente seu aspecto e toque final, em uma preparação tópica, agradam ao consumidor (ISAAC et al., 2008). Os emulsionantes são moléculas de características anfífilas que se aderem na interface entre a fase dispersa e a dispersante ocorrendo o processo de emulsificação, promovendo maior afinidade permitindo formar uma emulsão estável, (ANDRADE, 2014).

A pele é um órgão que está diretamente exposto ao meio externo, conseqüentemente sofre danos oxidativos promovidos pela exposição radiação UV, responsáveis por induzir a formação de radicais livres, causando o foto envelhecimento e inclusive, o câncer de pele (GOMES; DAMAZIO, 2013). Os radicais livres promovem danos nas membranas celulares através da peroxidação lipídica, para combater os efeitos

nocivos dos radicais livres existe um sistema antioxidante que pode ser endógeno ou exógeno. Em se tratando de sistema antioxidante endógeno, ele pode ser enzimático ou não enzimático. Quanto ao sistema antioxidante exógeno, são normalmente adquiridos pela dieta, entre eles as vitaminas, os carotenoides e substâncias fenólicas derivadas de plantas (GUARATINI; MEDEIROS; COLEPICCOLO, 2017).

Os óleos essenciais são substâncias aromáticas voláteis, estão presentes em plantas aromáticas e medicinais, além de serem responsáveis pela fragrância dessas plantas, têm a função de repelir insetos e animais, atrair polinizadores e protege contra fungos e bactérias. No homem os óleos essenciais são utilizados por sua ação emocional, mental e fisiológica. Na indústria farmacêutica e alimentícia, são utilizados por sua atuação antifúngica e antibacteriana, já na indústria cosmética além desses atributos, os óleos essenciais são utilizados pela fragrância (LUPE, 2007).

Do ponto de vista estético, à medida que o consumidor vai se tornando mais informado os interesses por produtos naturais vão crescendo e de acordo com análise do *Euromonitor International*, os produtos que afirmam ser naturais ou orgânicos são um dos principais impulsionadores do dinamismo do mercado de cosmé-

ticos (EUROMONITOR, 2007). Do ponto de vista mercadológico, a utilização de ativos naturais, como extratos vegetais e óleos essenciais, em produtos cosméticos, têm se tornado alvo de grande interesse dos fabricantes e consumidores, pois remetem ao consumidor o conceito de natural e sem contraindicações. Portanto, estudos envolvendo a incorporação de ativos naturais e a avaliação da preparação cosmética fundamentado na eficácia e a qualidade do produto acabado, são importantes para comunidade, sobretudo por valorizar as riquezas naturais e atender uma tendência mundial (ISAAC et al., 2008). Logo o desenvolvimento de um produto cosmético elaborado com óleos essenciais, é excelente alternativa para atender esse nicho atual de mercado e vale também salientar além dos benefícios das substâncias químicas contidas nos óleos essenciais, seu aroma natural dispensa o uso de fragrâncias sintéticas que muitas vezes são causadores de reações alérgicas.

## Material e Método

### Formulações

Para o estudo em questão desenvolveu-se um projeto de formulação baseado na elaboração de uma emulsão óleo em água, apresentado na **Tabela 1**, utilizando um sistema autoemulsionante, o copolímero de acrilatos de sódio e lecitina. Além do sistema emulsionante, foi utilizado um umectante que tem o papel de reter a água evitando a quebra da emulsão, um agente quelante que tem a função de sequestrar metais e com isso aumenta a eficácia do conservante antimicrobiano, também presente nessa emulsão. Devido a presença de óleos nessa emulsão, foi utilizado um antioxidante que além de evitar a oxidação, também auxilia o sistema conservante frente bactérias gram-positivas e fungos (CORRÊA, 2012).

Segundo Amaral (2015) é necessário 500 kg de planta fresca para a extração 1kg de óleo essencial de gerânio, e trata-se de um óleo delicado e de alto valor agregado. Concentração usual varia de 0,5 a 1%. Portanto, para o desenvolvimento das formulações foi estabelecido pelo formulador a concentração de 1%.

FORMULAÇÕES					
Componentes	INCI Name	A	B	C	D
<b>Fase 1</b>			<b>% p/p</b>		
Água destilada qsp	Água	100,0	100,0	100,0	100,0
Glicerina	Glycerin	2,0	2,0	2,0	2,0
EDTA Dissódico	Disodium EDTA	0,1	0,1	0,1	0,1
Fenoxietanol	Phenoxyethanol	0,15	0,15	0,15	0,15
Lecigel™	Sodium Acrylates Copolymer (and) Lecithin	1,0	1,0	1,0	1,0
<b>Fase 2</b>					
Óleo Mineral	Mineral oil	2,0	2,0	2,0	2,0
Butil hidroxitolueno	BHT	0,15	0,15	0,15	0,15
Óleo Essencial Palmarosa	Cymbopogon martinii oil	-	1,0	-	1,0
Óleo Essencial de Gerânio	Pelargonium graveolens oil	-	-	1,0	1,0
<b>Fase 3</b>					
NaOH2 qsp. pH	Sodium hydroxide 18%	6,0 - 6,5	6,0 - 6,5	6,0 - 6,5	6,0 - 6,5

**Tabela 1.** Descrição qualitativa e quantitativa das formulações auto emulsionante cosméticas utilizadas no processo de desenvolvimento de 4 formulações: emulsão O/A base sem adição de ativos (A), emulsão O/A base + óleo essencial de palmarosa (B) emulsão O/A base + óleo essencial de gerânio (C) emulsão O/A base + óleo essencial de gerânio + óleo essencial de palmarosa (D). Fase 1 – corresponde a fase aquosa; Fase 2 – corresponde a fase oleosa; Fase 3 – corresponde a correção do pH.

## Preparo

1. Separou-se as matérias-primas da Fase 1 (Fase Aquosa) e Fase 2 (Fase Oleosa) para as 4 formulações. A **Formulação (A)** foi a base sem ativos; a **Formulação (B)** continha o óleo Essencial de Palmarosa da marca WNF; a **Formulação (C)** continha o Óleo Essencial de Gerânio da marca WNF e a **Formulação (D)** é **associação do** Óleo Essencial de Palmarosa e do Óleo Essencial de Gerânio. Em todas as formulações houve o acerto de pH com, quando necessário, conforme descrito na Fase 3 com hidróxido de sódio 18% - Fatec;

2. Pesou-se em balança analítica - Q500B210C QUIMIS todas as matérias-primas de Fase 1 aquosa (água, glicerina - Farmax, EDTA dissódico - Mapric, fenoxietanol - Fatec e Lecigel™ - AQIA) individualmente, utilizando vidros de relógio;

3. Pesou-se em balança analítica - Q500B210C QUIMIS todas as matérias-primas de Fase 2 oleosa (óleo de mineral - Nativita) para **Formulação (A)**, para a **Formulação (B)** pesou-se o óleo mineral juntamente com o Óleo Essencial de Palmarosa afim de evitar a volatilização, **Formulação (C)** pesou-se o óleo mineral juntamente com o Óleo Essencial de Gerânio para evitar a volatilização e **Formulação (D)** pesou-se o óleo mineral juntamente com o Óleo Essencial de Palmarosa e o Óleo Essencial de Gerânio a fim de evitar a volatilização, utilizando o vidro de relógio previamente higienizados;

4. Em um béquer de polipropileno de 600ml - Nalgon, adicionou-se as matérias-primas de Fase 1 aquosa (água, glicerina, EDTA dissódico, fenoxietanol) e levou-se ao Agitador elétrico - Q250M2 QUIMIS para agitação constante acima de 1200rpm, verteu-se aos poucos o Lecigel™.

5. Em agitação constante de cerca 1200rpm, verteu-se a Fase 2 oleosa sobre a Fase 1 aquosa mantendo a agitação até a formação da emulsão;

6. Após a emulsão pronta, utilizou-se o pHmetro - Q400AS QUIMIS para verificação do pH;

7. Utilizado quando necessário, o hidróxido de sódio para elevar o pH até 6,5;

8. Armazenou-se a emulsão em béquer de vidro 600ml - Uniglas, fechou-se com filme osmótico e reservou-se para futura análise de estabilidade.

## Sistema Auto emulsionado Cosmético

Lecigel™ é um agente gelificante com propriedades de base autoemulsionante e que possui propriedades capazes de promover o aumento da viscosidade e a estabilidade das formulações (STOUT; MURPHY, 2017). É compatível com a maioria dos emulsionantes e é estável em uma ampla faixa de pH. Especialmente adaptado para a formulação de gel-cremes, proporciona o típico “toque de fosfolipídeos” caracterizado por proporcionar uma sensação de pele sedosa, macia e não gordurosa (STOUT; MURPHY, 2017).

Segundo CORTE (2006), emulsões que contêm lecitina como agente emulsionante pode apresentar em sua estrutura cristais líquidos. O estudo do sistema emulsionante com vistas ao desenvolvimento de um produto cosmético oferece maior garantia da qualidade e de acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2004), as características organolépticas determinam os parâmetros de aceitação do produto pelo consumidor, a medida que esta análise permite identificar que as possíveis alterações que possam ocorrer no produto não irão interferir na percepção e garantir que não ocorra perda da qualidade e benefícios do produto (MORAES, 2012).

## Avaliação Preliminar da Estabilidade

Após a preparação das formulações, elaboradas segundo as descrições quali e quantitativas registradas na Tabela 3 e seguindo as recomendações da ANVISA (2004), que deve aguardar um período de repouso de 24h do preparo, as formulações foram submetidas à avaliação preliminar da estabilidade, empregando os testes do estresse térmico, da centrifugação e o teste de ciclos congelamento e descongelamento.

### Teste de ciclos congelamento e descongelamento

Foram pesados, em balança analítica - Q500B210C da marca QUIMIS, cerca 20,000g de cada formulação que foram submetidos a seis ciclos de congelamento e descongelamento, durante 12 dias, nas temperaturas ( $-4 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e ( $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

### Teste do estresse térmico

Cerca de 5g das formulações foram pesadas e transferidas para tubos de ensaio. As amostras foram submetidas ao estresse térmico em Banho Maria de Bocas Microprocessado Q334M-28 QUIMIS, nos

intervalos de temperatura 40°C, 50°C e 60°C com progressão de elevação da temperatura a cada 30 minutos, sendo as formulações avaliadas macroscopicamente a cada intervalo de temperatura. Este teste foi aplicado em 24 horas, 7 dias e 15 dias.

### Teste de centrifugação

Foram pesadas cerca de 5g de cada formulação e transferidas para um tubo de centrífuga. As amostras foram submetidas ao teste de centrifugação em Centrífuga – Q222T1 QUIMIS na velocidade de rotação de 3000rpm durante 30 minutos. Este teste foi aplicado em 24 horas, 7 dias e 15 dias.

Após os Testes de Ciclos, Testes de Estresse Térmico e Testes da Centrifugação, as formulações foram analisadas macroscopicamente quanto ao aspecto, cor e odor.

### Testes de Estabilidade Acelerada

Através da avaliação preliminar da estabilidade foi possível determinar as formulações adequadas a serem conduzidas na aplicação do Teste de Estabilidade Acelerada, após 24 horas ( $t_0$ ) do repouso que determina o ciclo da emulsão, foram pesados 3g das formulações-testes, acondicionadas em um pote de plástico leitoso com 5,50 cm de diâmetro e 1,50 cm de altura e capacidade média de 15g (MORAES, 2012).

Foram produzidas um total de 96 amostras, as quais 24 foram submetidas ao ambiente, 24 ao aquecimento em estufas, no resfriamento 24 foram submetidas em freezer e 24 na geladeira nos períodos de 7 dias ( $t_7$ ), 15 dias ( $t_{15}$ ) e 30 dias ( $t_{30}$ ). Abaixo os valores de temperaturas adotados:

- Ambiente ao abrigo da luz e umidade  $22,0 \pm 2,0^\circ\text{C}$  ==> durante 30 dias (análise no 7º, 15º e 30º dias);

- Freezer em Refrigerador Consul 2 Portas CRM51 Frost Free - 405 Litros -  $18,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$  ==> durante 30 dias (análise no 7º, 15º e 30º dias);

- Geladeira em Refrigerador Consul 2 Portas CRM51 Frost Free - 405 Litros -  $4,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$  ==> durante 30 dias (análise no 7º, 15º e 30º dias);

- Estufa – Q316M5 QUIMIS -  $40,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$  ==> durante 30 dias (análise no 7º, 15º e 30º dias).

Nos intervalos que compreendem os períodos ( $t_7$ ,  $t_{15}$ ,  $t_{30}$ ) de aplicação dos testes, foram avaliados o aspecto, cor, odor de cada amostra e o pH. Para ava-

liação do pH, após a calibração do pHmetro Q400AS da marca QUIMIS com solução padrão (pH 7 e pH 4), foi preparada a dispersão a 10% p/v da formulação em água recém destilada, homogeneizada e analisado o valor de pH, à temperatura ambiente ( $22,0 \pm 2,0^\circ\text{C}$ ), sendo esse processo realizado com cada uma das amostras em duplicata de **A, B, C e D**.

### Crítérios para aprovação da avaliação da estabilidade

Os parâmetros avaliados e definidos pelo formulador estabelecido pela dependência das características do produto, compatibilidade dos ingredientes utilizados nas formulações, englobam condições físico-químicas e físicas, determinados através das análises realizadas à temperatura ambiente ( $22,0 \pm 2,0^\circ\text{C}$ ) e conferido as características organolépticas, sendo eles o aspecto, cor, odor e valor de pH, tendo como critérios adotados para a aprovação ou rejeição das amostras avaliadas, conforme determinação da AN-VISA (2004):

- **Aspecto:** Normal (N) quando não houver alteração do aspecto inicial e levemente modificado (LM). É aceito o aspecto levemente alterado em temperaturas extremas como o frio e calor.

- **Cor e odor:** normais (N) durante o armazenamento à temperatura ambiente e leves modificações (LM) foram aceitas em temperaturas elevadas;

- **Valor de pH:** a aceitação da variação foi de  $\pm 5\%$ , comparadas com o valor inicial em todas as condições de armazenamento.

A determinação do pH oferece parâmetros importantes no desenvolvimento de um produto ao ponto que avalia alterações estruturais da formulação, como possíveis alterações químicas, onde o decréscimo dos valores pode sinalizar oxidação da fase oleosa ou, até mesmo precipitação de princípios ativos (MASMOUDI et al, 2005). A variação aceitável dos valores de pH que se enquadra no limite de aceitação para o parâmetro de pH é na faixa de  $\pm 5\%$ .

### Resultado

Para o desenvolvimento das formulações realizado neste estudo utilizou-se o Óleo Essencial de Palmarosa e o Óleo essencial de Gerânio, ambos fornecidos pela empresa WNF *Essential Oils*. Conforme dados fornecidos pela empresa no início do desenvol-

vimento: o nome INCI (International Nomenclature of Cosmetic Ingredients) referente ao Óleo Essencial de Palmarosa foi o *Cymbopogon martinii oil* e ao Óleo Essencial de Gerânio foi o *Geranium macrorrhizum herb oil*.

No decorrer do estudo a empresa comunicou que devido aos estudos realizados por avaliação botânica o Óleo Essencial de Gerânio fornecido era do Óleo Essencial de *Pelargonium graveolens*.

Os resultados da análise química realizados por cromatografia gasosa do Óleo Essencial de *Pelargo-*

*nium graveolens* foram apresentados na **Tabela 2**. Pode-se observar que o óleo essencial de *Pelargonium graveolens* contém como substâncias majoritárias o Geraniol (33,98%), Linalool (11,95%), Citronellol (11,61%) e iso Menthone (7,54%). Além disso, encontra-se presente, em quantidades visíveis o 2,6 - Guaia diene, Ácido Decanóico, o g-Eudesmol, o a-Terpineol e o Geranyl tiglate. Outros componentes do óleo testado estavam presentes em pequenas quantidades inferiores a 1%. No total foram identificados 110 compostos que representam 92,92% do peso total do óleo.

**Tabela 2 - Análise do óleo essencial de gerânio - *Pelargonium graveolens* do Brasil.**

Pico	T-R	área	Substância
#	[min]	%	
8	1.289	0,05307	a-Pinene
13	1.505	0,22767	Geranium oxide
16	1.697	0,23581	Myrcene
17	1.728	0,43354	a-Phellandrene
18	1.794	0,01988	a-Terpinene
21	1.903	0,23455	Limonene
22	1.956	0,24092	cis-Ocomene
23	2.083	0,27694	trans-Ocimene
25	2.204	0,37112	p-Cymene
26	2.347	0,1141	Terpinolene
29	2.721	0,03685	cis-3-Hexenyl acetate
34	3.437	0,06451	Rose oxide
35	3.517	0,02803	cis-3-Hexenol
38	4.326	0,03748	Linalool oxide
39	4.785	0,27813	Menthone
41	5.1	0,03358	Citronellal
42	5.306	7,53823	iso Menthone
43	5.379	0,3834	a-Copaene
46	5.865	0,37825	b-Bourbonene
48	6.689	11,94693	Linalool
51	7.367	0,74979	b-Caryophyllene + a-Guaiene
52	7.898	4,63034	2,6-Guaiadiene
54	8.315	0,33148	g-Cadinene
55	8.586	0,12793	Menthol
59	9.53	0,30056	a-Citral
63	10.389	1,14737	a-Terpineol
64	10.429	0,93695	Germacrene D
66	11.067	0,49315	Bicyclgermacrene
69	11.904	0,673	b-Citral

70	12.268	0,4572	Geranyl acetate
71	12.83	11,61494	Citronellol
72	13.493	0,44474	Nerol
73	13.959	0,15548	Citronellyl butyrate
74	14.335	0,4873	Geranyl propionate
75	14.449	0,94927	Geranyl iso butyrate
76	15.485	33,97688	Geraniol
79	16.598	0,81319	Geranyl butyrate
88	20.919	0,12926	Nerolidol
89	21.323	0,73225	Geranyl caproate
90	21.617	0,05999	Cubanol
92	22.136	2,70483	g-Eudesmol
96	23.28	2,45239	Geranyl tiglate
101	25.08	0,78872	Phenyl ethyl tiglate
105	26.21	0,06241	Valerianol
106	26.317	0,07872	b-Eudesmol
108	27.718	0,59818	Citronellic acid
110	28.082	3,96263	Decanoic acid

**Fonte:** material fornecido pela WNF *Essential Oil*. **Legenda:** (T-R) Tempo de retenção em minutos [min]. Área % expressa as concentrações das substâncias do analito.

### Análise da Estabilidade Preliminar

As formulações desenvolvidas apresentaram características adequadas quanto ao estudo de estabilidade preliminar. Na **Figura 1**, a **imagem A** registra a aparência das amostras no início da aplicação do banho-maria, sendo estabelecida como o padrão, o qual possibilita comparar o resultado obtido na **imagem B** da **Figura 1** referente ao final do teste de banho-maria. Quanto ao aspecto, cor e odor, consideraram-se aprovadas as amostras submetidas ao estresse térmico. No ensaio da centrifugação, verificou-se que

a partir do padrão estabelecido representado na **imagem A** em comparação com a **imagem B** (**Figura 2**) foi possível observar que não houve a ocorrência de modificações macroscópicas. A síntese dos resultados está na **Tabela 3**.

A **figura 1** demonstra o registro de fotos da Formulação A (1), da Formulação B (2), da Formulação C (3) e Formulação D (4) divididas em **Imagem A** (tempo 0 do ensaio de estresse térmico por banho-maria) e **Imagem B** (tempo final do ensaio de estresse térmico por banho-maria)

**Figura 1.**



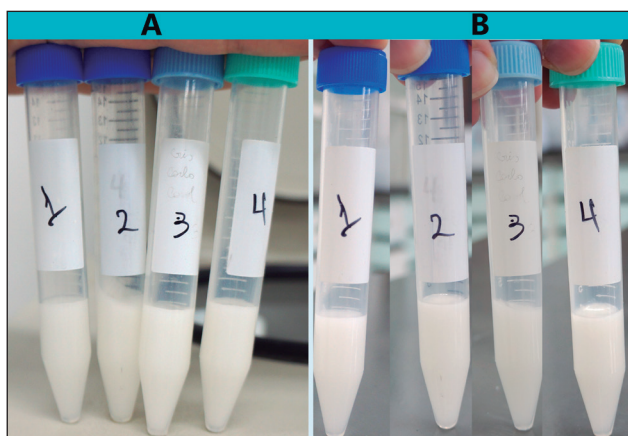
**Figura 1.** - formulação base sem óleo essencial; 2 - formulação com adição de óleo essencial de Palmarosa; 3 - formulação com adição de óleo essencial de Gerânio; 4 - formulação com adição de óleo de essencial de Gerânio + óleo essencial de Palmarosa.

**Tabela 3** - Resultados do Estudo de Estabilidade Preliminar da Formulação A (FA), da Formulação B (FB), da Formulação C (FC) e Formulação D (FD).

Método	FA	FB	FC	FD
B/M	N	N	N	N
C	N	N	N	N
Ciclos	N	N	N	N

**Legenda:** FA – formulação base sem óleo essencial; FB - formulação com adição de óleo essencial de Palmarosa; FC - formulação com adição de óleo essencial de Gerânio; FD - formulação com adição de óleo de essencial de Gerânio + óleo essencial de Palmarosa; B/M: Banho-Maria; C: Centrifuga; N: Normal.

A **Figura 2** mostra o registro de fotos da Formulação A (1), da Formulação B (2), da Formulação C (3) e Formulação D (4) divididas em **Imagem A** (tempo 0 do ensaio de estresse por centrifugação) e **Imagem B** (tempo final do ensaio de estresse por centrifugação)



**Figura 2:** 1 - formulação base sem óleo essencial; 2 - formulação com adição de óleo essencial de Palmarosa; 3 - formulação com adição de óleo essencial de Gerânio; 4 - formulação com adição de óleo de essencial de Gerânio + óleo essencial de Palmarosa.

#### Análise da Estabilidade Acelerada

As formulações A, B, C e D submetidas em temperatura ambiente ( $22,0 \pm 2,0^\circ\text{C}$ ) como controle padrão. Analisando os dados obtidos quanto ao aspecto, todas as formulações submetidas ao freezer ( $-18,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ ), geladeira ( $4,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ ) e ambiente ( $22,0 \pm 2,0^\circ\text{C}$ ), nos períodos  $t_7$ ,  $t_{15}$ ,  $t_{30}$  não sofreram alterações visíveis.

Referente ao pH, as variações ficaram na faixa de  $\pm 5\%$ , um parâmetro aceitável que não representa uma significância que comprometa a qualidade do produto (ANVISA, 2004), permaneceram inalteradas durante o período de 30 dias não apresentando separação de fases ou a presença de precipitados. Os

resultados dos aspectos organolépticos (aparência, cor e odor) das amostras analisadas seguem descritos na **Tabela 4**.

As formulações A, B, C e D que foram submetidas à estufa ( $40,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ ) apresentaram problemas quanto às características organolépticas onde ocorreu diminuição expressiva do volume, alteração nos parâmetros de cor e do odor em todos os períodos de análise,  $t_7$ ,  $t_{15}$ ,  $t_{30}$ . Dessa forma, com estes resultados, observou-se que a base autoemulsionante apresentou sensibilidade a temperatura de  $40^\circ\text{C}$ .

Em decorrência da degradação ocorrida nas amostras das formulações submetidas na estufa ( $40,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ ), a título de confirmação da sensibilidade da base à temperatura, foi realizado um novo teste com as emulsões A, B, C e D, as quais foram envasadas em bisnagas e submetidas na estufa ( $40,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ ) no tempo  $t_{15}$ , e foram feitos os testes organolépticos e físico-químicos. Os resultados referentes aos aspectos das formulações podem ser observados na **figura 3**.

A escolha adequada no desenvolvimento de um produto é de suma relevância a fim de manter a integridade do produto. No Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos (ANVISA, 2004), ressalta que ocorrer interação e migração entre o produto e os componentes da embalagem, outra característica a ser avaliada é a capacidade de vedação da embalagem que se não for eficiente pode comprometer a integridade do produto.

Nesse estudo foi identificado que a compatibilidade com o material de acondicionamento foi comprometida à medida que a embalagem comprometeu a integridade da formulação, quando avaliado o peso, a vedação e a funcionalidade.

**Tabela 4** - Resultados dos aspectos organolépticos (aparência, cor e odor) das amostras analisadas no período de 30 dias.



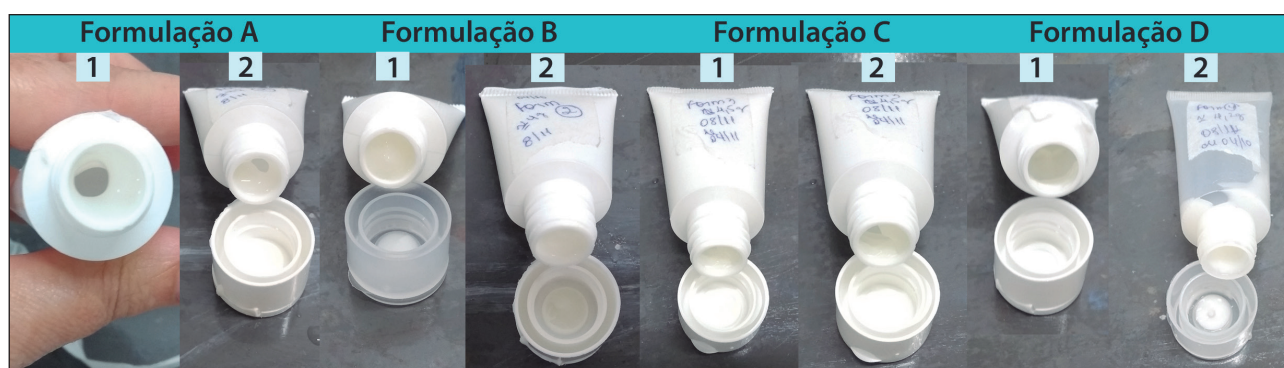
Fórmula A		CONDIÇÕES DE ARMAZENAMENTO								
		ambiente (22,0 ± 2,0°C)			geladeira (4,0 ± 0,5°C)			freezer (- 18,0 ± 0,5°C)		
Variável	t0	t7	t15	t30	t7	t15	t30	t7	t15	t30
pH	6,3	6,3	6,4	6,3	6,4	6,3	6,4	6,4	6,3	6,4
% pH		-	1,6	-	1,6	-	1,6	1,6	-	1,6
Aspecto		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Cor		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Odor		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Fórmula B										
pH	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,4	6,4	6,5	6,5	6,6
% pH		-	-	-	-	1,6	1,6	3,2	3,2	4,8
Aspecto		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Cor		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Odor		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Fórmula C										
pH	6,3	6,2	6,3	6,3	6,4	6,4	6,2	6,3	6,2	6,0
% pH		-1,6	-	-	1,6	1,6	-1,6	-	-1,6	-4,8
Aspecto		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Cor		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Odor		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Fórmula D										
pH	6,4	6,3	6,4	6,3	6,2	6,4	6,3	6,5	6,3	6,2
% pH		-1,5	-	-1,5	-3,1	-	-1,5	1,6	-1,5	-3,1
Aspecto		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Cor		N	N	N	N	N	N	N	N	N
Odor		N	N	N	N	N	N	N	N	N

**Legenda:** **Formulação A** - formulação base sem óleo essencial; **Formulação B** - formulação com adição de óleo essencial de Palmarosa; **Formulação C** - formulação com adição de óleo essencial de Gerânio; **Formulação D** - formulação com adição de óleo de essencial de Gerânio + óleo essencial de Palmarosa. **N** - normal.

Diante do resultado reprovado no teste da estufa, entendeu-se que era necessário aplicar uma nova análise. Após novos testes realizados no período de 15 dias, os quais as formulações foram submetidas na estufa (40,0 ± 0,5°C), foi verificado que as formulações **A, B, C e D (Figura 3)** se mantiveram dentro dos parâmetros aceitáveis confirmando que a qualidade

e estabilidade desse tipo de emulsão depende de um acondicionamento adequado, em embalagens capazes de promover uma maior vedação. Os resultados obtidos seguem na **Tabela 5**.

**Figura 3** – Resultados do Teste de Estabilidade Acelerada: das formulações **A, B, C e D** em duplicata submetidas na estufa (40,0 ± 0,5°C) em t<sub>15</sub>



**Figura3:** **Formulação A1** – formulação base sem óleo essencial; **Formulação A2** – formulação base sem óleo essencial; **Formulação B1** - formulação com adição de óleo essencial de Palmarosa; **Formulação B2** - formulação com adição de óleo essencial de Palmarosa; **Formulação C1** - formulação com adição de óleo essencial de Gerânio; **Formulação C2** - formulação com adição de óleo essencial de Gerânio; **Formulação D1** - formulação com adição de óleo de essencial de Gerânio + óleo essencial de Palmarosa; **Formulação D2** - formulação com adição de óleo de essencial de Gerânio + óleo essencial de Palmarosa.

**Tabela 5** - Resultados dos aspectos organolépticos (aparência, cor e odor) das Formulações A, B, C e D submetidas à estufa ( $40,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ ) em  $t_{15}$

Formulação A	estufa ( $40,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ )		Formulação C	estufa ( $40,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ )	
Variável	t0	t15	Variável	t0	t15
pH	6,3	6,2	pH	6,3	6,6
Aspecto		N	Aspecto		N
Cor		N	Cor		N
Odor		N	Odor		N
Formulação B			Formulação D		
pH	6,3	6,4	pH	6,4	6,8
Aspecto		N	Aspecto		N
Cor		N	Cor		N
Odor		N	Odor		N

**Tabela5 :** **Formulação A** – formulação base sem óleo essencial; **Formulação B** - formulação com adição de óleo essencial de Palmarosa; **Formulação C** - formulação com adição de óleo essencial de Gerânio; **Formulação D** - formulação com adição de óleo de essencial de Gerânio + óleo essencial de Palmarosa. N - normal, LM - leve modificação da aparência.

Os dados propostos no seguinte estudo permitem concluir que os ensaios propostos garantem a estabilidade físico-química e a qualidade de emulsão O/A com Óleos Essenciais, servindo de embasamento para estudos futuros.

## Discussão

Diante das condições experimentais, concluiu-se que o uso de Óleo Essencial de Gerânio (*Pelargonium*

*graveolens*) e o Óleo Essencial de Palmarosa (*Cymbopogon martinii*) em emulsões apresentaram características físico-químicas satisfatórias sendo estáveis no tempo de estudo.

As pesquisas levantadas sugeriram que os constituintes majoritários dos Óleos Essenciais de Gerânio e de Palmarosa possuem atividade antioxidante. Farukh e colaboradores (2014) também mencionaram que o Óleo Essencial de Gerânio (*Pelargonium graveolens*) é considerado um importante óleo de cuidados

na limpeza de peles oleosas e com poros dilatados.

Para Babar e colaboradores (2015), o Óleo Essencial de Gerânio (*Pelargonium graveolens*) é indicado para dermatite, eczema, envelhecimento cutâneo, algumas infecções fúngicas, problemas relacionados à ansiedade e ao estresse. A atividade antioxidante do óleo essencial pode ser atribuída em parte pela presença de compostos tais como  $\beta$ -citronellol e o geraniol, sua capacidade de atuação de ataque aos radicais livres ocorre pela neutralização de EROs antes que possam afetar a nível celular.

Quanto ao Óleo Essencial de Palmarosa (*Cymbopogon martinii*), o estudo sugere um significativo potencial da inibição da peroxidação lipídica. Para CHEN; VILJOEN, 2010; LAWRENCE et al, 2012, o Óleo Essencial de Palmarosa (*Cymbopogon martinii*) ação hidratante e regeneradora sendo indicado para uso em produtos antienvhecimento.

O estudo também comprovou através do teste de estabilidade acelerada que produtos desenvolvidos com uma base autoemulsionante composta de fosfolípidos necessitam de embalagens que promovam acondicionamento e vedação adequada capazes de evitar a perda de volume e degradação do sistema.

Apesar de existirem relatos do uso de óleos essenciais desde a antiguidade por cientistas renomados, atualmente são utilizados, nas áreas farmacêutica, alimentícias e na área cosmética, empregados na perfumaria. Há uma controvérsia no uso de óleos essenciais em cosméticos devido ao seu custo elevado de produção, geralmente são necessárias grandes quantidades de plantas para extrair pouco volume de óleo essencial.

Por outro lado, existe uma tendência mundial do uso de produtos naturais, por serem mais saudáveis para a pele e a saúde. Diante desse cenário, esse estudo comprovou que os óleos essenciais apresentaram estabilidade adequada, mantendo as características organolépticas exigidas para regulamentação de produtos cosméticos, possibilitando uma alternativa no desenvolvimento de cosméticos naturais. Desta forma, associar óleos essenciais em cosméticos por sua atividade antioxidante pode ser relevante, neste caso, será necessário, para implementação de resultados, novas pesquisas.

## Referências

AGÊNCIA Nacional de Vigilância Sanitária (BR).

Guia de estabilidade de produtos cosméticos. Brasília: ANVISA, 2004. (1): 47. <http://bvsmms.saude.gov.br/bvs/publicacoes/cosmeticos.pdf>

AMARAL, F. Técnicas de aplicação de óleos essenciais, terapias de saúde e beleza. São Paulo: Cengage Learning; 2015. 235 p.

ANDRADE, B.F.M.T, et al. Effect of Inhaling *Cymbopogon martinii* Essential Oil and Geraniol on Serum Biochemistry Parameters and Oxidative Stress in Rats. *Biochemistry Research International*. 09 dez. 2014; Article ID 493183: 1-8.

<https://repositorio.unesp.br/handle/11449/130994>

BABAR A, et al. Essential oils used in aromatherapy: A systemic review. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*. 2015, 5(8): 601–611.

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2221169115001033>

CHEN W, VILJOEN A.M. GERANIOL — A review of a commercially important fragrance material. *South African Journal of Botany*. 2010. 76 (4): 643-651.

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254629910001559>

CORRÊA MA. *Cosmetologia Ciência e Técnica*. 1. ed. São Paulo: Editora Medfarma, p. 338-354, 2012.

CORTE TWF. Desenvolvimento e avaliação da eficácia de emulsões cosméticas para xerose senil [internet]. Porto Alegre; 2006. <http://tede2.pucrs.br/tede2/handle/tede/2762>

EUROMONITOR. Benefits predicted under a more regulated natural cosmetics category [internet]. 2007. <https://blog.euromonitor.com/benefits-predicted-under-a-more-regulated-natural-cosmetics-category/>.

GOMES, R.K., DAMAZIO M.G. *Cosmetologia: descomplicando os princípios ativos*. 4. ed. São Paulo: Livraria Médica Paulista Editora; 2013. 475 p.

GUARANTINI T., MEDEIROS M.H.G., COLEPICOLO P. Antioxidantes na manutenção do equilíbrio redox cutâneo: uso e avaliação de sua eficácia [internet]. *Química Nova* 2007. <http://www.scielo.br/pdf/%0D/qn/v30n1/32.pdf>.

ISAAC V.L.B., et al. Protocolo para ensaios físico-químicos de estabilidade de fito cosméticos. *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada*. 2008, 29(1): 81-96.

<https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/70617/2-s2.0-54349121836.pdf?sequence=1>

LUPE F.A., Estudo da composição química de óleos essenciais de plantas aromáticas da Amazônia [internet]. Repositório da Produção Científica e Intelectual da Unicamp. [s.n.] Campinas, 2007. <http://repositorio.unicamp.br/handle/REPOSIP/248371>

MASMOUDI H, DRÉAU YLE, PICCERELLE P, KISTER J. The evaluation of cosmetics and pharmaceutical emulsions aging process using classical techniques and a new method: FTIR. *International Journal of Pharmaceutics* 2005; 289(1-2): 117-131. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15652205>.

MORAES CAP. Síntese e avaliação da segurança in vitro da rutina e do succinato de rutina visando sua incorporação em formulações fotoprotetoras eficazes associados a filtros químicos e físico. São Paulo. Tese [Doutorado em Produção e Controle Farmacêuticos] – Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo; 2012. <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/9/9139/tde-07032013-092315/pt-br.php>

STOUT, H S; MURPHY, K.A., inventor; Maple Mountain Group Inc., cessionary. Skin rejuvenation and defense system. United States US20170049692 A1. 23/02/17.