

Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de uma formulação de sabonete líquido facial à base de extrato de romã (*Punica granatum* L.)

Development and stability evaluation of a facial cleanser formulation containing pomegranate extract (*Punica granatum* L.)

Desarrollo y evaluación de la estabilidad de una formulación de jabón líquido facial a base de extracto de granada (*Punica granatum* L.)

Recebido: 23/11/2022 | Revisado: 14/12/2022 | Aceitado: 16/12/2022 | Publicado: 21/12/2022

Felix Vieira Junior

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1952-2709>
Centro Universitário Maurício de Nassau, Brasil
E-mail: felixvieiraj@gmail.com

Antonio Auberson Martins Maciel

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6935-5895>
Centro Universitário Maurício de Nassau, Brasil
E-mail: aubersonfarmaufc@gmail.com

Cybelle Façanha Barreto Medeiros Linard

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7927-9320>
Universidade Estadual do Ceará, Brasil
Universidade Estácio do Ceará, Brasil
Centro Universitário Maurício de Nassau, Brasil
E-mail: cybellelinard@yahoo.com.br

Raquell de Castro Chaves

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8208-4492>
Universidade Federal do Ceará, Brasil
Universidade Estadual de Londrina, Brasil
Centro Universitário Maurício de Nassau, Brasil
E-mail: raquellchaves@gmail.com

Resumo

O presente estudo objetivou desenvolver e avaliar a estabilidade de um sabonete líquido preparado com diferentes extratos da casca da romã (*Punica granatum* L.). Para isso, foram preparados extratos da casca da romã por duas formas de extração sólido-líquido, soxhlet e maceração. Então, desenvolveu-se formulações de sabonete líquido contendo 5% dos extratos obtidos que posteriormente foram submetidos a um estudo de estabilidade, por um período predefinido de 60 dias, armazenadas em temperatura ambiente ($25,0 \pm 3,0$ °C), sob refrigeração ($5,0 \pm 3,0$ °C) e em estufa ($40,0 \pm 3,0$ °C). Análises físico-químicas, como verificação das características organolépticas (odor, cor e aspecto geral), determinação do pH e teste de centrifugação, foram realizadas nos tempos t0, t7, t15, t30 e t60 dias após a formulação. Observou-se mudanças na coloração, pH e viscosidade das formulações submetidas ao calor, com ênfase na formulação preparada com o extrato obtido por soxhlet armazenada na estufa (SE), enquanto as formulações armazenadas a temperatura ambiente se mantiveram estáveis. Baseado nos resultados, conclui-se que as formulações em temperatura ambiente de ambos os extratos, mantiveram-se estáveis durante o período de 60 dias, quando armazenadas em média $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$. Comparando as formulações com extratos diferentes, a formulação contendo extrato obtido por maceração apresentou maior estabilidade quanto às características de viscosidade e coloração. Diante disso, estudos posteriores precisam ser realizados para avaliar as diferenças entre a composição dos extratos e impactos na estabilidade, além investigar a eficácia da formulação.

Palavras-chave: Cosmecêuticos; Tecnologia farmacêutica; Controle de qualidade; Estudo de estabilidade.

Abstract

The present study aimed to develop and evaluate the stability of a facial liquid cleanser prepared with different pomegranate peel extracts (*Punica granatum* L.). For this, pomegranate peel extracts were prepared by two forms of solid-liquid extraction, soxhlet and maceration. Then, liquid cleanser formulations were developed containing 5% of the extracts obtained, which were subsequently subjected to a stability study, for a predefined period of 60 days, stored at room temperature (25.0 ± 3.0 °C), under refrigeration (5.0 ± 3.0 °C) and in a dryer oven (40.0 ± 3.0 °C). Physicochemical analyses, such as evaluation of organoleptic characteristics (odor, color and general aspect), pH determination and centrifugation test, were performed at times t0, t7, t15, t30 and t60 days after formulation. Changes in color, pH and viscosity of the formulations subjected to heat were observed, with emphasis on the formulation

prepared with the soxhlet extract stored in the oven (SE), while the formulations stored at room temperature remained stable. Based on the results, it is concluded that the formulations at room temperature of both extracts remained stable during the period of 60 days, when stored at an average of $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$. Comparing the formulations, the formulation containing extract obtained by maceration showed greater stability in terms of viscosity and color characteristics. Therefore, further studies need to be carried out to evaluate the differences between the composition of extracts and impacts on stability, in addition to investigating the effectiveness of the formulation.

Keywords: Cosmeceuticals; Pharmaceutical technology; Quality control; Stability study.

Resumen

El presente estudio tuvo como objetivo desarrollar y evaluar la estabilidad de un jabón líquido facial preparado con diferentes extractos de cáscara de granada (*Punica granatum* L.). Para ello, se prepararon extractos de piel de granada mediante dos formas de extracción sólido-líquido, soxhlet y maceración. Luego, se desarrollaron formulaciones de jabones líquidos que contenían 5% de los extractos obtenidos, los cuales fueron posteriormente sometidos a un estudio de estabilidad, por un período predefinido de 60 días, almacenados a temperatura ambiente ($25.0 \pm 3.0^{\circ}\text{C}$), bajo refrigeración ($5.0 \pm 3.0^{\circ}\text{C}$) y en horno ($40.0 \pm 3.0^{\circ}\text{C}$). Los análisis fisicoquímicos, tales como evaluación de características organolépticas, determinación de pH y prueba de centrifugación, se realizaron en los tiempos t_0 , t_7 , t_{15} , t_{30} y t_{60} días después de la formulación. Se observaron cambios de color, pH y viscosidad de las formulaciones sometidas al calor, especialmente la formulación preparada con el extracto soxhlet almacenado en estufa (SE), mientras que las formulaciones almacenadas a temperatura ambiente se mantuvieron estables. Con base en los resultados, se concluye que las formulaciones a temperatura ambiente de ambos extractos se mantuvieron estables durante el periodo de 60 días, cuando se almacenaron a una temperatura promedio de $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$. Comparando las formulaciones, la formulación que contenía extracto obtenido por maceración mostró mayor estabilidad en términos de características de viscosidad y color. Por lo tanto, es necesario realizar más estudios para evaluar las diferencias entre la composición de los extractos y los impactos en la estabilidad, además de investigar la efectividad de la formulación.

Palabras clave: Cosmécuticos; Tecnología farmacéutica; Control de calidad; Estudio de estabilidad.

1. Introdução

Atualmente, tem-se observado uma demanda crescente da população por produtos cosméticos contendo ingredientes naturais e/ou orgânicos. É uma tendência que se ancora na preocupação mundial com futuro do planeta, conscientização ambiental, sustentabilidade e busca por um estilo de vida mais saudável. Pesquisas realizadas pela Mintel (2017) e Kantar (2018), revelaram que 29% dos brasileiros preferem comprar de empresas com práticas sustentáveis e, quando se trata de cuidados com higiene pessoal e cosméticos, metade dos consumidores optam por produtos com ingredientes de origem natural (Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos [ABIHPEC], 2019a).

A Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (ABIHPEC), traz como uma forte tendência desde 2020 o uso consciente de produtos de origem natural, buscando tecnologias que envolvam a preocupação com o meio ambiente desde a extração, transporte e material de embalagem (ABIHPEC, 2019b). Estima-se que o mercado de produtos naturais e orgânicos cresça anualmente 10,09% (2022-2026) com receita de U\$12,9 milhões só em janeiro e fevereiro de 2022 (Statista, 2022). Nesse cenário, o uso de plantas medicinais, seja através de extratos ou componentes isolados, estão cada vez mais presentes em produtos para o cuidado da pele, pois podem conter polifenóis, terpenos, ácidos graxos e vitaminas que promovem diversos efeitos que podem ser associados aos cosméticos. Formulações que apresentam propriedades antioxidantes, inibidoras da hiperpigmentação e antimicrobianas, por exemplo, podem melhorar o tom, a textura e a aparência da pele, objetivo tão buscado pelos consumidores (Bogdan et al., 2017; Fatima et al., 2013; Mohd-Nasir & Mohd-Setapar, 2018).

A *Punica granatum* (romã), pertencente à família Punicaceae, é o fruto da romãzeira, arbusto nativo da região do Irã, entretanto é adaptável a várias condições agroclimáticas. A casca de romã, parte não comestível obtida durante a preparação do suco de romã e muitas vezes descartada, contém mais compostos biologicamente ativos do que a parte comestível. Especialmente, apresenta uma rica variedade de compostos fenólicos (antioxidantes naturais) que são capazes de influenciar funções biológicas e desempenhar um papel importante no tratamento de várias condições inflamatórias e infecciosas (Ge et

al., 2021; Lee et al., 2017). Esses compostos podem ser divididos em vários subgrupos, como ácidos fenólicos, flavonoides e taninos, principalmente com base nos elementos estruturais que ligam os anéis benzênicos e o número de grupos hidroxila ligados (Fonseca-Santos et al., 2018; Ko et al., 2021; Singh et al., 2018).

A casca da romã é uma fonte valiosa de compostos bioativos, como ácidos fenólicos (ácidos hidroxicinâmicos e hidroxibenzóicos), taninos hidrolisáveis (elagitaninos e galotaninos) e flavonoides (catequina, epicatequina e rutina) (Singh et al., 2018). Esses compostos conferem atividades antioxidantes, anti-inflamatórias, antibacterianas, antifúngicas e adstringentes (Dini & Laneri, 2021; Vital, 2014) à formulação cosmética, conferindo melhora do aspecto da pele, controle de oleosidade e diminuição do processo inflamatório da pele do rosto. Devido a essas propriedades, objetivou-se desenvolver e avaliar a estabilidade de um sabonete líquido contendo extratos da casca da romã (*P. granatum* L.) obtidos por métodos diferentes de extração.

2. Materiais e Métodos

2.1 Preparo dos Extratos da Casca da Romã (*Punica granatum* L.)

A extração sólido-líquido é utilizada para preparação de amostras sólidas por partição e analitos entre as duas fases envolvidas, a matriz e o extrator. Uma forma simples e amplamente aplicável de extração sólido-líquido envolve a combinação do sólido com um solvente no qual o analito é solúvel. Com agitação, o analito particiona na fase líquida, que pode então ser separada da fase sólida por filtração (Dutta, 2009; JoVE, 2022).

Foram utilizadas 10 romãs, com pesos variados, retiradas do pomar na região central do Ceará – CE, em que se separou as cascas do bago e das sementes. As cascas foram cortadas em pedaços pequenos, secas, e posteriormente, foram trituradas utilizando um liquidificador industrial e armazenadas para preparo dos extratos. A umidade das cascas foi determinada, gravimetricamente, por perda de peso em estufa a 105° C até peso constante (Instituto Adolfo Lutz, 2008).

Foram preparados dois tipos de extratos, como segue:

No processo de extração por meio da maceração em banho termostável, não há renovação do líquido extrator. Foi utilizada uma proporção de 1:20 de amostra da casca da romã e solvente, respectivamente, expostos a temperatura de 60°C por um período de 30 min, após filtragem da parte sólida, foi evaporado o solvente e o extrato remanescente foi armazenado. O solvente utilizado foi o etanol absoluto de pureza 99,5% (EtOH, proporção 25%) e água destilada (H₂O, proporção 75%) (Ormonde et al., 2018).

Já na extração contínua, via soxhlet, foi-se utilizado de amostra e solvente em uma proporção de 1:35, sendo o solvente composto por uma solução hidroalcolica de proporção e razão em que, o álcool etanol absoluto pureza de 99.5% (EtOH) com proporção, 75% e (H₂O) com proporção, 25%. Ao final do processo o solvente foi evaporado em uma manta de aquecimento e o extrato rotulado e armazenado para posterior utilização (Oliveira, 2016).

2.2 Formulação do Sabonete Líquido Facial

Foram desenvolvidos dois tipos de formulação de sabonete facial conforme o Quadro 1, modificando apenas a forma de obtenção do extrato da casca de *P. granatum* por maceração (M) e via soxhlet (S).

Inicialmente, pesou-se os componentes e preparou-se a fase aquosa solubilizando o ácido etilenodiamino tetra-acético (EDTA) e o metilparabeno em água destilada, em paralelo homogeneizou-se, em um cálice de 500ml, a fase dos tensoativos: lauril éter sulfato de sódio, lauril poliglicosídeo, dietanolamida de ácido graxo de coco e cocoamidopropil betaína. Cuidadosamente foi-se adicionando a fase aquosa na fase dos tensoativos para evitar formação de espuma, até obter uma mistura homogênea. Em seguida, foi incluída a fase adicional (extrato de *P. granatum*) e ajustado o pH com a solução de ácido cítrico.

Quadro 1 - Composição qualitativa e quantitativa das formulações de sabonete líquido contendo extrato da casca de romã (*P. granatum* L.) obtido por extração sólido-líquido: maceração (M) e soxhlet (S).

| Componente | Concentração | | Função |
|--|--------------|--------------|-----------------------|
| | Formulação S | Formulação M | |
| Extrato da casca de <i>P. granatum</i> | 5% | 5% | Matéria prima |
| Lauril éter sulfato de sódio | 30% | 30% | Tensoativo não iônico |
| Cocoamidopropil betaína | 5% | 5% | Tensoativo anfótero |
| Dietanolamida de ácido graxo de coco | 4% | 4% | Tensoativo não iônico |
| Lauril poliglicosídeo | 3% | 3% | Tensoativo não iônico |
| Glicerina | 5% | 5% | Umectante |
| Metilparabeno | 0,15% | 0,15% | Conservante |
| EDTA dissódico | 0,10% | 0,10% | Quelante |
| Solução de ácido cítrico a 50% | qsp pH 6,5 | qsp pH 6,5 | Acidificante |
| Água destilada | qsp | qsp | Veículo |

Legenda: Formulação S - formulação preparada contendo o extrato obtido por soxhlet; Formulação M - formulação preparada contendo o extrato obtido por maceração. Fonte: Elaboração do autor

2.3 Caracterização das Formulações

Testes preliminares de estabilidade incluem a avaliação das características organolépticas, como cor, odor e aspecto, por inspeção visual após 24 horas em temperatura ambiente ($25,0 \pm 3,0$ °C), que foi considerado como tempo zero (t0). Para avaliação do aspecto, as formulações foram acondicionadas em vidro de relógio e colocada em um fundo branco para verificar alterações como separação de fase, precipitação e turvação. Apenas as formulações que passaram no teste de estabilidade preliminar, foram para o teste de estabilidade normal (Agência Nacional de Vigilância Sanitária [ANVISA], 2004).

2.4 Estudo de Estabilidade Normal

Foi preparada quantidade suficiente das formulações para realização do teste de estabilidade durante o período de 60 dias, incluindo análises como características organolépticas, pH e teste de centrifugação, na qual as formulações foram testadas em três níveis de temperatura: temperatura ambiente ($25,0 \pm 3,0$ °C), estufa ($40,0 \pm 3,0$ °C) e geladeira ($5,0 \pm 3,0$ °C) (ANVISA, 2008).

As formulações preparadas com os dois tipos de extratos foram acondicionadas em bisnagas de plástico incolor, fosco, com tampa de boa vedação para não ocorrer perda de gases ou vapores para o meio externo e trocas gasosas. As formulações foram identificadas como S (com o extrato obtido por soxhlet) e M (extrato obtido por maceração), assim como as temperaturas A (ambiente), E (estufa), G (geladeira). As amostras foram avaliadas nos tempos 0, 7°, 15°, 30° e 60° dia, sendo considerado o tempo zero (t0) de 24h até 48h após a preparação da formulação (ANVISA, 2004),

2.4.1 Avaliação das características organolépticas

As amostras de sabonete em cada tempo tiveram seus resultados comparadas com a amostra padrão (recém preparada) em frasco de mesma especificação, quanto as características de cor, odor, alteração na viscosidade e formação de espuma. O

produto foi classificado segundo os seguintes critérios: normal, sem alteração; levemente modificado; modificado; intensamente modificado (ANVISA, 2004).

2.4.2 Teste de centrifugação

Em um tubo do tipo eppendorf®, tomou-se 1ml de amostra de sabonete líquido e então submetida à centrifugação, por um período de 30 min., a 1000rpm. Em seguida, foi realizada a avaliação visual quanto a separação de fases. De acordo com o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos (2008) o teste de centrifugação objetiva expor a amostra a condições de estresse, aumentando a movimentação das partículas por ação da gravidade, assim, antecipando possíveis instabilidades.

2.4.3 Determinação do pH das amostras

O pH das amostras foi avaliado utilizando um pHmetro digital (Kavsi, K39-1410A) à temperatura ambiente, em que o eletrodo foi inserido diretamente nas soluções diluídas das amostras, em que 1ml da amostra foi diluída em 9ml de água purificada e homogeneizada.

3. Resultados e Discussão

3.1 Extrato da Casca Da Romã (*P. granatum*)

O processo de extração sólido-líquido depende das características da matriz, das propriedades físico-químicas dos analitos, e pela capacidade de distribuição destes entre o extratante e a matriz. Esse processo é regulado por três mecanismos essenciais: a penetração do extrator na matriz sólida, a difusividade dos analitos através da matriz e a solubilidade dos analitos no extrator. Assim, a composição do agente extratante é selecionado de acordo com a solubilidade dos analitos para aumentar o coeficiente de partição na fase líquida (Priego-Capote, 2021).

O extrato da casca de romã se destaca pela riqueza em compostos fenólicos, apresentando concentração de compostos fenólicos até 10 vezes maior que a polpa. É a principal fonte de compostos bioativos, como flavonoides, elagitaninos e proantocianidinas. Os elagitaninos são a classe fenólica predominante, sendo as punicalaginas e o ácido elágico os principais compostos presentes (Lampakis et al., 2021). Devido à polaridade dos compostos fenólicos presentes nas cascas de romã, os solventes mais utilizados são a água ou suas misturas hidroalcólicas (Singh et al., 2014), por isso a escolha dos solventes no preparo dos extratos.

Os estudos de Ormonde et al. (2018) e Tamborlin et al. (2020) encontraram que concentrações entre 25-30% de etanol são capazes de extrair a maior quantidade de compostos fenólicos totais, usando como métodos de extração a maceração e extração assistida por ultrassom, respectivamente. Já Oliveira (2016) obteve boa eficiência de extração de ácido elágico e fenóis totais utilizando uma mistura hidroalcólica de EtOH 75%: 25% H₂O, por extração contínua no soxhlet. Diante disso, é possível perceber que, além da variação no teor relacionado a condições geográficas, a eficiência na extração de compostos fenólicos é altamente dependente do tipo e concentração dos solventes, do equipamento e do método de extração utilizado.

A influência de diferentes solventes na extração de fenóis totais é resultado das diferenças de polaridade entre os distintos componentes fenólicos presentes. Assim, o solvente utilizado para a extração é determinante para o perfil químico final do extrato (More & Arya, 2021; Rababah et al., 2010). Consequentemente, as concentrações relativas e absolutas dos compostos extraídos também afetarão significativamente sua atividade biológica. Infelizmente, o presente estudo não foi capaz de caracterizar e quantificar a composição dos diferentes extratos para comparação.

O teor de umidade da casca foi de 77,76%, demonstrando uma considerável quantidade de água presente na casca. A redução de água livre permite reduzir a ocorrência de algumas reações, como as reações de hidrólise, além de dificultar a colonização de bactérias durante o processo de armazenamento (Cecchi, 2003). Além disso, o teor de umidade da matriz

desempenha um papel crucial na performance do processo de extração, visto que a secagem é particularmente requerida para a extração de compostos polares para evitar o efeito do teor de umidade (Priego-Capote, 2021). Por esse motivo, se utilizada *in natura* para elaboração de extratos, pode influenciar nos seus teores e rendimentos.

Os estudos conduzidos por Nogueira e colaboradores (2012) permitiram observar o efeito da secagem nas propriedades antioxidantes das cascas de romã e constataram que a amostra dessecada apresentou atividade antioxidante maior que a amostra fresca, justificando a secagem das cascas antes do preparo dos extratos.

3.2 Formulação do Sabonete Líquido Facial

A limpeza é o ato mais importante de cuidados com a pele, removendo impurezas, sebo e suor da superfície do corpo. Selecionar o sabonete adequado é fundamental para manter a integridade do manto ácido e preservar a saúde da pele. O manto ácido, ou manto hidrolipídico, localiza-se acima da camada córnea e funciona como uma função de barreira, bem como auxilia na regulação da microbiota bacteriana residente. Logo, um bom sabonete facial deve proporcionar uma limpeza ideal da pele, minimizando os danos à barreira (Reis & Reis-filho, 2017).

Na prática, os consumidores desejam associar a limpeza com hidratação e espuma abundante. Por isso, a escolha correta dos componentes da formulação é de suma importância, pois influenciam na experiência do consumidor, nas certificações de qualidade do produto, estabilidade e prazo de validade (Corrêa, 2012).

Os sabonetes líquidos contêm pelo menos um surfactante, ou tensoativo, uma classe de moléculas que possuem domínios hidrofílicos e hidrofóbicos. Os tensoativos são responsáveis por sua ação de limpeza, auxiliando na remoção de sujeira e solubilização de compostos gordurosos. A interação desses com as proteínas e lipídios do estrato córneo pode ter efeitos deletérios, causar ressecamento, danos à barreira, vermelhidão, irritação e coceira (Draelos, 2018).

Os tensoativos aniônicos, que apresentam carga negativa na cabeça hidrofílica, são a maior classe de compostos utilizados na indústria cosmética. São geralmente empregados na formulação de xampus, sabonetes líquidos, solução de limpeza e outras formulações cuja principal finalidade seja desengordurar. São excelentes para limpar pele e cabelos, garantindo a abundante formação de espuma, porém, sua ação desengordurante pode agredir essas estruturas com o uso excessivo desses tensoativos. O lauril éter sulfato de sódio (LESS) é o surfactante primário preferido em várias formulações, devido ao seu bom poder de limpeza e seu baixo custo, mesmo com potencial irritante. O ideal é sempre associar esse tipo de tensoativo com outros de outras classes, a fim de suavizar a ação da formulação e conferir um sensorial agradável (Baki & Alexander, 2015).

Os tensoativos anfóteros exibem as propriedades de aniônicos ou dos catiônicos de acordo com o pH da solução. Em particular, um dos agentes mais comuns neste grupo é a cocoamidopropil betaína, que é amplamente utilizado em combinações para aumentar a suavidade da formulação, devido a alta tolerabilidade e compatibilidade com os diferentes pHs, além de doar viscosidade e estabilizar a espuma da formulação (Reis & Reis-filho, 2017).

Com o objetivo de reduzir a irritabilidade, a composição do sabonete inclui tensoativos não iônicos, como a dietanolamida de ácido graxo de coco e o lauril poliglicosídeo, que apresentam um potencial de irritabilidade baixo. Dessa forma, podem ser utilizados devido suas características marcantes de espessamento e de estabilização de espuma, proporcionando espuma úmida, compacta, estável e conferindo um excelente sensorial no momento do banho (Corrêa, 2012). Assim, a adição desses componentes, principalmente o lauril poliglicosídeo, permitiu obter uma viscosidade adequada sem a necessidade de inclusão de cloreto de sódio como espessante. A adição deste sal pode, além de favorecer um quadro de irritação, afetar as propriedades dos tensoativos e interferir na solubilização, micelização e reologia (Staszak et al., 2015).

A presença dos extratos da *P. granatum* pode desempenhar um papel benéfico em formulações de limpeza facial, principalmente quando há excesso de atividade sebácea que favorece a proliferação de bactérias, desencadeando um processo

inflamatório na pele do rosto. Além disso, a importante atividade antioxidante, conferida pela alta concentração de compostos fenólicos, pode sequestrar radicais livres e reduzir o estresse oxidativo, importante fator envolvido no processo de envelhecimento precoce e fotoenvelhecimento (Jurenka, 2008).

3.3 Estudo De Estabilidade Normal

Segundo a ANVISA (2004), o estudo de estabilidade de uma formulação cosmética permite obter informações sobre o comportamento do produto nas mais variadas condições ambientais a que possa estar sujeito, da fabricação até a finalização do período de validade. Dessa forma, o processo de avaliação de um produto cosmético garante que os atributos se mantenham de acordo com as diretrizes aplicáveis. Modificações dentro de limites determinados podem não configurar motivo para reprovação.

A estabilidade varia com o tempo e depende de fatores que influenciam de forma a acelerar ou retardar alterações nos parâmetros do produto, principalmente calor e umidade (Oriqui et al., 2013). Deve-se ter ciência que o produto cosmético deve manter tanto suas características funcionais ao longo do tempo, como também sua aparência, odor e sensorial inalteráveis ao consumidor. Portanto, os testes devem avaliar as características estéticas além das propriedades funcionais. Esta é uma consideração importante porque os produtos cosméticos podem modificar de várias maneiras, o que pode afetar a percepção do consumidor (Romanowski & Schueller, 2006).

O quadro 2 traz os resultados da análise de características organolépticas das formulações. A amostra SE (Soxhlet Estufa) submetida ao calor, apresentou algumas alterações, apresentando maior viscosidade e coloração escurecida a partir do t07. No t30, já não houve mais formação de espuma e a formulação apresentou-se bem espessa. Essas diferenças não foram observadas nas formulações preparadas com o extrato obtido por maceração nas mesmas condições de armazenamento.

O escurecimento observado na amostra armazenada em estufa, provavelmente se deve pela oxidação, pois a exposição à luz, ao oxigênio e ao calor pode desencadear ou acelerar reações de oxidação e decomposição (Higioka & Barzotto, 2013).

Quadro 2 - Resultados da análise das características organolépticas das formulações de sabonete líquido contendo 5% de extrato da casca de romã (*P. granatum* L.) obtido por maceração (M) e soxhlet (S) nos tempos 0, 7, 15, 30 e 60 dias após a formulação.

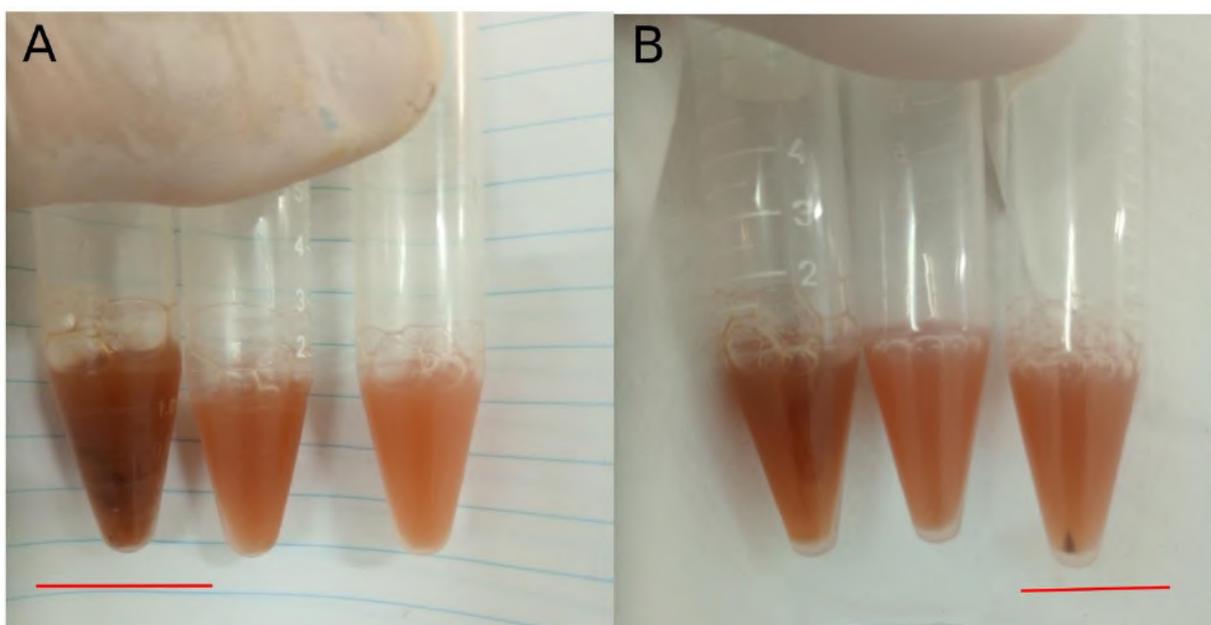
| Formulações | t0 | t7 | t15 | t30 | t60 |
|-------------|--------|----------------------|------------|------------------|------------------|
| SE | Normal | Levemente modificado | Modificado | Muito modificado | Muito modificado |
| SG | Normal | Normal | Normal | Normal | Normal |
| AS | Normal | Normal | Normal | Normal | Normal |
| ME | Normal | Normal | Normal | Normal | Normal |
| MG | Normal | Normal | Normal | Normal | Normal |
| MA | Normal | Normal | Normal | Normal | Normal |

Legenda: Formulações SE (Soxhlet Estufa - 40°C ± 3°C), SG (Soxhlet Geladeira - 05°C ± 3°C), SA (Soxhlet Ambiente - 25°C ± 3°C), MG (Maceração Geladeira - 05°C ± 3°C), ME (Maceração Estufa - 40°C ± 3°C) e MA (Maceração Ambiente - 25°C ± 3°C). Fonte: Elaborado pelos autores.

Quando a temperatura aumenta, a intensidade das forças intermoleculares diminui. Assim, a interação entre duas moléculas de tensoativo no filme interfacial será mais fraca, uma vez que, em altas temperaturas, as moléculas possuem maior energia de translação e rotação, permitindo vencer as barreiras energéticas de interações intermoleculares com maior facilidade, levando a filmes mais expandidos. Assim, em temperaturas mais altas, apresentam um comportamento de fase mais estendida, enquanto, para temperaturas mais baixas, o comportamento é de fase mais condensada. Dessa forma, essa modificação no filme interfacial pode impactar na viscosidade da formulação (Amado, 2020).

O teste de centrifugação foi realizado com as amostras de sabonete líquido (S e M) em todos os tempos. Observou-se sedimentação apenas nas amostras contendo extratos obtidos por maceração. Na figura 1 é possível observar a presença de precipitado nas formulações armazenadas na estufa no t30 e t60. Já a amostra MG, a precipitação foi observada apenas após 60 dias (Figura 1B). A presença de um precipitado castanho pode ser referente à resíduos decorrentes do processo de extração da casca da romã, cujos fragmentos mais finos da casca podem ter passado pela peneira após a maceração.

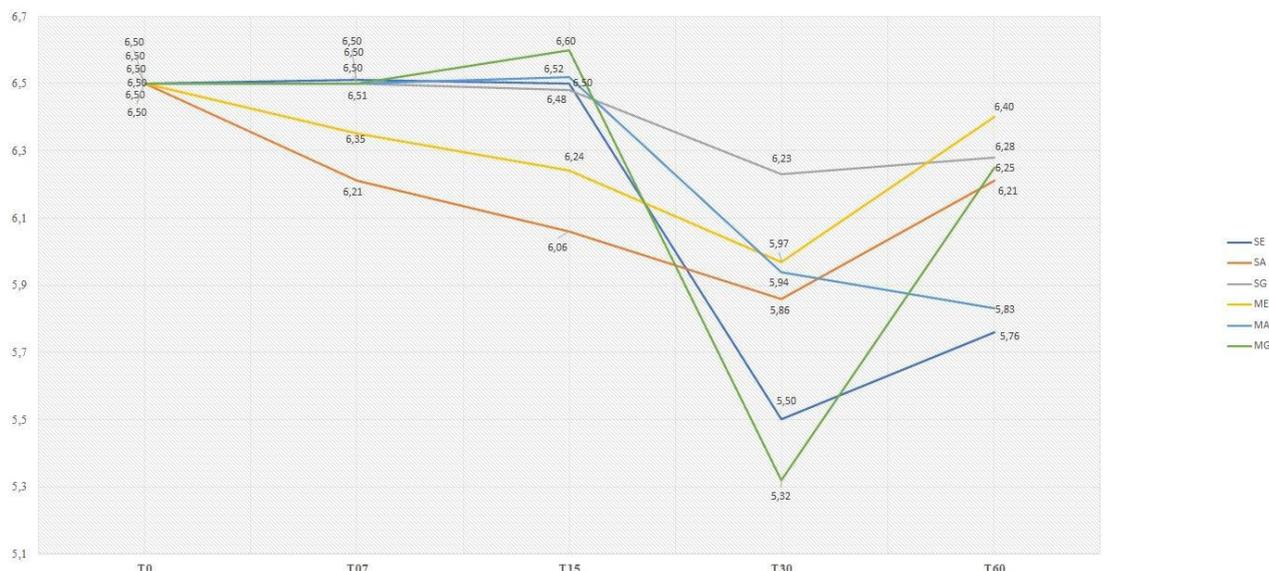
Figura 1 – Resultado do teste de centrifugação das formulações de sabonete líquido contendo 5% de extrato da casca de romã (*P. granatum* L.) obtido por maceração (M) nos tempos t30 (A) e t60 (B).



Legenda: Formulações de sabonete líquido submetidas ao teste de centrifugação por 30 minutos a 1000 rpm, avaliadas 30 dias (A) e 60 dias (B) após a formulação. Da esquerda para direita: ME (Maceração Estufa - $40^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$), MA (Maceração Ambiente - $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$), e MG (Maceração Geladeira - $05^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$). Fonte: Elaborado pelos autores.

O pH das formulações preparadas apresentou variação, podemos citar acentuadamente: amostra SE (Soxhlet Estufa) de pH 6,5 para 5,50, assim como MG (Maceração Geladeira) 6,5 para 5,32, tornando-se mais ácidas. Contudo, as amostras em temperatura ambiente apresentaram uma menor variação de pH, cujas formulações reduziram de pH 6,5 para 5,86 (SA - Soxhlet Ambiente) e 5,94 (MA - Maceração Ambiente), conforme pode ser visto na Figura 2.

Figura 2 – Resultados da análise do pH das formulações de sabonete líquido contendo 5% de extrato da casca de romã (*P. granatum* L.) obtido por maceração (M) e soxhlet (S) nos tempos 0, 7, 15, 30 e 60 dias após a formulação.



Legenda: SE (Soxhlet Estufa - 40°C ± 3°C), SA (Soxhlet Ambiente - 25°C ± 3°C), SG (Soxhlet Geladeira - 05°C ± 3°C), ME (Maceração Estufa - 40°C ± 3°C), MA (Maceração Ambiente - 25°C ± 3°C) e MG (Maceração Geladeira - 05°C ± 3°C). Fonte: Elaborado pelos autores.

Vale ressaltar que as formulações submetidas ao calor da estufa (SE/ME) e resfriamento da geladeira (SG/MG), a partir do t07, mostraram mudanças no pH mais discrepante que as amostras submetidas a temperatura ambiente (SA/MA). A temperatura é capaz de alterar a cinética de reação de degradação de compostos químicos (Antelo & da Silva, 2021), o que pode levar a modificações no pH da formulação.

As alterações no pH são referentes a estabilização eletrônica no anel benzeno do composto fenólico presente no extrato por meio da ressonância. Aumento de temperatura faz com que a ligação hidrogênio – oxigênio da hidroxila fique mais frágil e a ressonância estabiliza a molécula, tornando-a mais ácida (Soares, 2002). Essas alterações podem ser consideradas aceitáveis, pois o pH da pele humana é mais ácido, variando entre 4,0 e 6,5 (Reis & Reis-filho, 2017). Além do mais, estudos conduzidos por Hawkins e colaboradores (2021) concluíram que a suavidade da formulação de limpeza depende mais das interações entre os tensoativos e a pele que o pH da formulação.

Assim, o perfil de estabilidade pode impactar diretamente no desempenho, segurança e eficácia, além de sua aceitação pelo consumidor. Além dos componentes da formulação, o processo de fabricação, o material de embalagem e as condições ambientais de armazenamento e de transporte podem influenciar a estabilidade. Por isso, estudos mais aprofundados devem ser realizados para avaliar de forma mais profunda a interferência de outros parâmetros na estabilidade das formulações preparadas.

4. Considerações Finais

Os resultados mostraram que ambos os extratos obtidos da casca da romã (*P. granatum*) foram satisfatoriamente incorporados nos sabonetes. As formulações de sabonete líquido manipuladas se mantiveram estáveis durante o período de 60 dias, quando armazenadas na temperatura ambiente. Comparando as formulações com extratos diferentes, a formulação contendo extrato obtido por maceração apresentou maior estabilidade quanto às características de viscosidade e coloração.

Perante o exposto, estudos posteriores precisam ser realizados para caracterizar os extratos obtidos pelos diferentes métodos e verificar, de forma mais estreita, a relação entre o teor de compostos fenólicos, os solventes extratores e o uso da

temperatura no processo e seus impactos na estabilidade da formulação cosmética. Além disso, torna-se relevante investigar a eficácia da formulação em modelos *in vitro* e *in vivo*.

Referências

- Agência Nacional de Vigilância Sanitária. (2004). Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos [Série Qualidade em Cosméticos]. Brasília: ANVISA.
- Agência Nacional de Vigilância Sanitária. (2008). Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos (2a ed.). Brasília: ANVISA.
- Amado, J. M. (2020). Characterization of langmuir monolayers of cosmetics surfactants. Tese de doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- Antelo, F., & da Silva, L. (2021). Effects of temperature in degradation kinetics of anthocyanin from jamun fruit (*Eugenia jambolana*) using the arrhenius, eyring and ball models. *Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos*, 37(2). doi:<http://dx.doi.org/10.5380/bceppa.v37i2.65323>
- Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (2019a). Panorama do Setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos. São Paulo: ABIHPEC.
- Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (2019b). Caderno de tendências 2019-2020: Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos. São Paulo: ABIHPEC.
- Baki, G. & Alexander (2015). Introduction to Cosmetic Formulation and Technology. John Wiley & Sons, Inc.
- Bogdan, C., Iurian, S., Tomuta, I., & Moldovan, M. (2017). Improvement of skin condition in striae distensae: development, characterization and clinical efficacy of a cosmetic product containing Punica granatum seed oil and Croton lechleri resin extract. *Drug design, development and therapy*, 11, 521–531.
- Cecchi, H. M. (2003). Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos (2a ed.). Editora da UNICAMP.
- Corrêa, M. A. (2012). Cosmetologia: Ciência e Técnica. Medfarma.
- Dini, I., & Laneri, S. (2021). The New Challenge of Green Cosmetics: Natural Food Ingredients for Cosmetic Formulations. *Molecules* (Basel, Switzerland), 26(13), 3921. <https://doi.org/10.3390/molecules26133921>
- Draeos, Z. D. (2018). The science behind skin care: Cleansers. *Journal of cosmetic dermatology*, 17(1), 8-14.
- Dutta, B. K. (2009). Principles of mass transfer and separation processes (3rd Ed.). New Delhi: PHI.
- Fatima, A., Alok, S., Agarwal, P., Singh, P. P., & Verma, A. (2013). Benefits of herbal extracts in cosmetics: a review. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 4(10), 3746.
- Fonseca-Santos, B., Corrêa, M. A. & Chorilli, M. (2015). Sustainability, natural and organic cosmetics: Consumer, products, efficacy, toxicological and regulatory considerations. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 51(1), 17–26.
- Ge, S., Duo, L., Wang, J., Yang, J., Li, Z., & Tu, Y. (2021). A unique understanding of traditional medicine of pomegranate, *Punica granatum* L. and its current research status. *Journal of Ethnopharmacology*, 271, 113877.
- Hawkins, S., Dasgupta, B. R., & Ananthapadmanabhan, K. P. (2021). Role of pH in skin cleansing. *International Journal of Cosmetic Science*, 43(4), 474-483.
- Higioka, A. S. & Barzotto, I. L. M. (2013). Desenvolvimento e controle físico-químico de sabonete líquido com digluconato de clorexidina. *Revista de ciências farmacêuticas básica e aplicada*, 34 (4), 537-543.
- Instituto Adolfo Lutz (2008). Zenebon, O., Pascuet, N. S. & Tiglea, P. (Coord.). Métodos físico-químicos para análise de alimentos (4ª Edição - 1ª Versão eletrônica). São Paulo: Instituto Adolfo Lutz.
- JoVE Science Education Database (2022). Organic Chemistry. Solid-Liquid Extraction. JoVE, Cambridge, MA.
- Jurenka, J. (2008). Therapeutic Applications of Pomegranate (*Punica granatum* L.): A Review. *Alternative Medicine Review*, 13(2), 128–144.
- Ko, K., Dadmohammadi, Y., & Abbaspourrad, A. (2021). Nutritional and bioactive components of pomegranate waste used in food and cosmetic applications: A review. *Foods*, 10(3), 657.
- Lampakis, D., Skenderidis, P. & Leontopoulos, S. (2021) Technologies and Extraction Methods of Polyphenolic Compounds Derived from Pomegranate (*Punica granatum*) Peels. A Mini Review (Phenolic Profiling and Antioxidant Capacity in Agrifood Products). *Processes*, 9, 236. <https://doi.org/10.3390/pr9020236>
- Lee, C.-J., Chen, L.-G., Liang, W.-L., & Wang, C.-C. (2017). Multiple Activities of *Punica granatum* Linne against *Acne Vulgaris*. *International Journal of Molecular Sciences*, 18(1), 141. <https://doi.org/10.3390/ijms18010141>
- Mohd-Nasir, H. & Mohd-Setapar, S. H. (2018). Natural ingredients in cosmetics from Malaysian plants: a review. *Sains Malaysiana*, 47(5), 951-959.
- More, P. R. & Arya, S. S. (2021) Intensification of bio-actives extraction from pomegranate peel using pulsed ultrasound: Effect of factors, correlation, optimization and antioxidant bioactivities, *Ultrasonics Sonochemistry*, 72, 105423.

- Nogueira, R. I., Falcão Paim, D. R. S., Cornejo, F. E. P., Mariano, E. S., Barreto, A. S., Freitas, S. P. (2012). Drying Kinetics of Pomegranate (*Punica Granatum*) Peels. International conference of agricultural engineering: agriculture & engineering for a healthier life, Valencia, Spain, 2012.
- Oliveira, L. M. L. (2016). *Punica granatum*: quantificação de polifenóis de extratos e potencial antifúngico contra *Candida albicans*. Tese de doutorado. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Araçatuba, SP, Brasil.
- Ormonde, B., Nunes, J. & Ribeiro, O. (2018). Extração de Compostos Fenólicos a Partir da Casca de Romã (Relatório de pesquisa/2018), Coimbra, Portugal, Operações Unitárias em Biotecnologia, Escola Superior Agrária, Politécnico de Coimbra.
- Priego-Capote, F. (2021) Solid-liquid extraction techniques. In R. Lucena & S. Cárdenas (Ed.) Analytical sample preparation with nano- and other high-performance materials (Chap. 6). Cambridge, MA: Elsevier.
- Rababah, T. M., Banat, F., Rababah, A., Ereifej, K. & Yang, W. (2010). Optimization of extraction conditions of total phenolics, antioxidant activities, and anthocyanin of oregano, thyme, terebinth, and pomegranate. *Journal of Food Science*, 75 (7), C626-C632.
- Reis, C. M. S., & Reis-Filho, E. (2017). Cleansers. In M. C. A. Issa & B. Tamura (Eds.) *Daily Routine in Cosmetic Dermatology (Series Clinical Approaches and Procedures in Cosmetic Dermatology)*. Cham, Switzerland: Springer.
- Romanowski, P. & Schueller, R (2006). Stability testing of cosmetic products. In M. Paye, A. O. Barel & H. I. Maibach (Eds.). *Handbook of cosmetic science and technology* (Chap. 50). Boca Raton, FL: CRC Press.
- Singh, B., Singh, J. P., Kaur, A., & Singh, N. (2018). Phenolic compounds as beneficial phytochemicals in pomegranate (*Punica granatum* L.) peel: A review. *Food chemistry*, 261, 75-86.
- Singh, M., Jha, A., Kumar, A., Hettiarachchy, N., Rai, A. K., & Sharma, D. (2014). Influence of the solvents on the extraction of major phenolic compounds (punicalagin, ellagic acid and gallic acid) and their antioxidant activities in pomegranate aril. *Journal of food science and technology*, 51(9), 2070-2077.
- Soares, S. E. (2002). Ácidos fenólicos como antioxidantes. *Revista de nutrição*, 15, 71-81.
- Staszak, K., Wiczorek, D., & Michocka, K. (2015). Effect of sodium chloride on the surface and wetting properties of aqueous solutions of cocamidopropyl betaine. *Journal of Surfactants and Detergents*, 18(2), 321-328.
- Statista (2022). Natural Cosmetics - Worldwide | Statista Market Forecast. Recuperado em 11 março, 2022, de <https://www.statista.com/outlook/cmo/beauty-personal-care/cosmetics/natural-cosmetics/worldwide>
- Tamborlin, L., Sumere, B. R., de Souza, M. C., Pestana, N. F., Aguiar, A. C., Eberlin, M. N., Simabuco, F. M., Rostagno, M. A., & Luchessi, A. D. (2020). Characterization of pomegranate peel extracts obtained using different solvents and their effects on cell cycle and apoptosis in leukemia cells. *Food science & nutrition*, 8(10), 5483-5496.
- Vital, K. L. (2014). Extração e quantificação dos compostos fenólicos da romã. Monografia. Fundação Educacional do Município de Assis - FEMA - Assis, SP, Brasil.