

DESENVOLVIMENTO DE UM CREME DERMATOLÓGICO VEGETAL REJUVENESCEDOR FACIAL CONTENDO EXTRATO DE *Hibiscus sabdariffa*

DEVELOPMENT OF A VEGETABLE DERMATOLOGICAL CREAM REJUVENATING FACIAL CONTAINING EXTRACT OF *Hibiscus sabdariffa*

JERVESON NUNES DA SILVA¹, RÚBIA TORRES BUENO BRAGA TEIXEIRA², STEFFANY HENRIQUE SILVA RAMOS³, VIVIANE LINO DOS SANTOS⁴, CRISTINA PACHECO COELHO⁵, WILLIAM ARGOLO SALIBA^{6*}, TATIANE CRISTINA DE OLIVEIRA⁷, NATÁLIA CRISTINA DE SOUSA SILVA⁸

1. Acadêmico do curso de Engenharia Química da Faculdade Única de Ipatinga; 2. Acadêmica do curso de Engenharia Química da Faculdade Única de Ipatinga; 3. Acadêmica do curso de Engenharia Química da Faculdade Única de Ipatinga; 4. Acadêmica do curso de Engenharia Química da Faculdade Única de Ipatinga; 5. Professora do curso de Farmácia da Faculdade Única de Ipatinga; 6. Professor do curso de Engenharia Química da Faculdade Única de Ipatinga; 7. Professora do curso de Engenharia Química da Faculdade Única de Ipatinga; 8. Professora do curso de Enfermagem da Faculdade Única de Ipatinga.

* Faculdade Única de Ipatinga, Rua Salerno, 299, Ipatinga, Minas Gerais, Brasil. CEP: 35164-799, Brasil. engenhariaquimica@unicaipatinga.com.br

RESUMO

O envelhecimento cutâneo é processo biológico que se caracteriza por alterações celulares e clínicas, sendo o uso de formulações tópicas uma alternativa no combate e prevenção do estresse oxidativo, para retardar a senescência celular. Atualmente tem-se investido em formulações compostas por princípio ativo natural, de origem vegetal, de forma a obter cosméticos eficazes e seguros. O objetivo deste trabalho foi desenvolver um creme dermatológico rejuvenescedor facial contendo extrato de *Hibiscus sabdariffa*. Primeiramente realizou a triagem fitoquímica de uma amostra do extrato seco, em triplicata para verificar os compostos fitoquímicos presentes como saponinas, taninos, alcaloides, antraquinona e flavonoides, observando as classes potencialmente antioxidantes, seguido do método fotolorimétrico *in vitro* do radical livre estável DPPH(2,2-difenil-1-picrilidrazida). Posteriormente produziu-se um creme natural com o extrato analisado e essa formulação foi submetida a testes de estabilidade preconizados pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Os experimentos foram realizados no Laboratório de Farmacotécnica da Faculdade Única de Ipatinga, Minas Gerais. Os testes fitoquímicos resultaram na presença de alcaloides, taninos condensados e hidrolisados, e flavonoides. No extrato aquoso da amostra por infusão, obteve-se maior porcentagem de inibição do radical livre. O creme dermatológico desenvolvido apresentou estabilidade durante todos os testes desenvolvidos.

PALAVRAS-CHAVE: Antioxidante, creme dermatológico, envelhecimento cutâneo, estabilidade, *Hibiscus sabdariffa*.

ABSTRACT

Cutaneous aging is a biological process that occurs through cellular and clinical changes, and the use of topical formulations is an alternative in combating oxidation and oxidation, to delay cellular senescence. It has currently invested in formulations composed of natural active ingredients of vegetal origin, in order to obtain safe and safe cosmetics. The objective of this work is to develop a facial rejuvenating dermatological cream containing extract of *Hibiscus sabdariffa*. First, exchange a phytochemical of a dry extract sample in triplicate for phytochemical compounds such as saponins, tannins, alkaloids, anthraquinones and flavonoids, observing as potential antioxidants, continuation

of the *in vitro* photolorimetric method of the free radical stable DPPH (2- 2-diphenyl-1-picrylhydrazide). Subsequently a natural cream was produced with the analyzed extract and with the evaluation of a test made in the tests carried out by the National Agency of Sanitary Surveillance. The experiments were carried out at the Pharmacotechnics Laboratory of the Single Faculty of Ipatinga, Minas Gerais. Phytochemical testes resulted in the presence of alkaloids, condensed and hydrolyzed tannins, and flavonoids. In the aqueous extract of the sample by infusion, a higher percentage of free radical inhibition was obtained. The creamy cream was created within all tests developed.

KEYWORDS: Antioxidant, dermatological cream, skin aging, stability, *Hibiscus sabdariffa*.

1. INTRODUÇÃO

O envelhecimento pode ser entendido como um processo de degradação progressiva e contínuo, em que os resultados das interações bioquímicas, morfológicas e fisiológicas acometem a estética da pele. Sendo caracterizado pelas alterações celulares e moleculares que acontecem no organismo, que podem variar de um indivíduo para outro¹.

Durante o processo de envelhecimento ocorrem modificações no material genético, e a proliferação celular decresce, por consequência, o tecido perde a elasticidade, e sua capacidade de regular as trocas aquosas, conduzindo, em uma menor eficiência da replicação do tecido, resultando a formação de radicais livres (RL). Estes são átomos ou associação, altamente reativos e instáveis, possuindo um elétron não pareado na sua órbita mais externa, causando alta instabilidade e reatividade, acarretando modificações celulares e morte da célula².

A pele envelhecida se caracteriza por ser mais fina, sem elasticidade com a presença de rugas e aprofundamento das linhas de expressão, menor hidratação e perda da luminosidade, aumento da

flacidez e de tonalidade pouco uniforme. Por essa razão, muitas pessoas acabam por necessitar de produtos que atuem protegendo a pele e minimize as características do envelhecimento³.

Nos últimos anos muitas pesquisas e experimentos sobre tratamentos estéticos foram descobertos e novas técnicas apareceram, para retardar o envelhecimento cutâneo e melhorar esteticamente a pele, como eletroterapia, radiofrequência, cirurgias plásticas. O tratamento com cosméticos é uma alternativa menos invasiva que tem sido adotada. Atualmente, investe-se em formulações, compostas por princípios ativos naturais, de origem vegetal, seja um extrato ou óleo essencial, que proporciona a pele condições de equilíbrio e saúde⁴.

No Brasil existe uma enorme biodiversidade de compostos naturais com ação terapêutica. Comumente, relata-se sobre as flores e os seus efeitos medicinais⁵, um exemplo é o *Hibiscus sabdariffa*, que segundo a literatura, possui propriedades antioxidantes, que amenizam e/ou bloqueiam as reações de oxidação induzidas pelos radicais livres, podendo diminuir ou evitar o envelhecimento da pele⁶.

Esse estudo tem como objetivo verificar as propriedades antioxidantes do extrato aquoso do *Hibiscus sabdariffa*, através de uma triagem fitoquímica, e testes in vitro do radical livre estável DPPH comparando os resultados com a literatura existente. Posteriormente desenvolver um creme dermatológico facial vegetal que tem como ativo esse extrato. E por fim, testar a estabilidade dessa formulação, buscando assim um produto de qualidade.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Trata-se de uma pesquisa experimental com relação aos meios, de abordagem mista, que se concentra em coletar, analisar e misturar dados quantitativos e qualitativos num mesmo estudo.

Os testes foram realizados de acordo com a metodologia proposta por Costa (2002), e aperfeiçoada por Mendes (2015), assim como metodologia estipulado pela ANVISA (2012) no Guia de Qualidade de Produtos Cosméticos. Os mesmos foram realizados no Laboratório de Farmacotécnica, da Faculdade Única, de Ipatinga/MG^{7,8,9}.

A primeira etapa do estudo, foi avaliar a atividade antioxidante do extrato da *Hibiscus sabdariffa* através da triagem fitoquímica e teste in vitro do radical livre estável DPPH. Os testes foram realizados com um extrato seco das pétalas do *Hibiscus sabdariffa*, adquiridos em uma farmácia de manipulação em Ipatinga, Minas Gerais. Todos os testes foram realizados com o mesmo lote do produto.

Triagem Fitoquímica do Extrato

A Triagem Fitoquímica foi realizada com intuito de analisar os metabólitos presentes no *Hibiscus sabdariffa*, comparando a presença dos mesmos, com a literatura dos efeitos antioxidantes. As espécies utilizadas espécies como controle positivo, foram a

Rhammus purshiana para antraquinonas, *Baccharis genistelloides* para flavonóides, a *Pheffia paniculate* para saponinas e a *Endopleura uch*, para taninos.

Antraquinonas

A primeira análise realizada visa detectar a presença de antraquinonas, através do teste de antraquinonas livres e heterosídeos antraquinônicos.

A) Antraquinonas livres

Em tubo de ensaio adicionou-se 1 grama de extrato seco de *Hibiscus sabdariffa* e 10 ml de éter etílico. Em seguida, pipetou-se 1 ml de amônia 10% (v/v) e agitou-se a mistura. O controle positivo pode ser verificado quando ocorre a formação de coloração rósea na camada aquosa.

B) Heterosídeos antraquinônicos (reação de Borntrager direta)

Para este teste utilizou-se 1 grama de extrato seco de *Hibiscus sabdariffa* e 5 ml de amônia 10% (v/v), em tubo de ensaio. O controle positivo, também pode ser verificado quando ocorre a formação de coloração rósea na camada aquosa.

Flavonóides

A) Reação de Shinoda

Foram pesados 5g de extrato seco de *Hibiscus sabdariffa*, posteriormente realizou-se a digestão da amostra com 50 ml de solução hidroalcoólica a 75% (v/v) em um béquer de vidro. Levou-se a solução para aquecer em banho-maria por 5 minutos. Logo após, acrescentou-se 3 ml de metanol e transferiu-se a mistura para um tubo de ensaio. Adicionou-se 100 mg de magnésio em pó e 1 mL de ácido clorídrico (HCl) concentrado. O resultado positivo é comprovado pela formação de uma coloração alaranjada, indicando a presença de flavona, e avermelhado a presença de flavonol.

Saponinas

A solução extrativa foi obtida adicionando-se 100 ml de água destilada a 2g do extrato do *Hibiscus sabdariffa* seco em um béquer. A mistura foi fervida sob refluxo durante 10 minutos. Resfriou-se e posteriormente, filtrou-se a amostra utilizando um funil com algodão, vertendo-se para um tubo de ensaio.

A) Teste de espuma

Transferiu-se 1 mL da solução extrativa para tubos de ensaio, adicionou-se 10 mL de água destilada e em seguida agitou-se vigorosamente por 15 segundos. A confirmação foi realizada com a formação de espuma persistente por 20 minutos, que não desaparece à adição de 1 ml de ácido clorídrico 2 N.

B) Reação de Salkowski

Adicionou-se 10 mL da solução extrativa em uma cápsula de porcelana. Aqueceu-se a amostra até a obtenção do resíduo seco. Este foi dissolvido em 5 ml de clorofórmio e, logo após, verteu-se a mistura em um tubo de ensaio. O solvente foi removido por evaporação em banho maria. Posteriormente,

adicionou-se ao resíduo 1 ml de ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄). O teste positivo foi confirmado devido a formação de coloração castanho-escuro-avermelhado.

Taninos

Pesou-se 5g do extrato do *Hibiscus sabdariffa* seco, adicionou-se 100 ml de água destilada, e levou a mistura para aquecimento em banho-maria por 10 minutos. A solução extrativa obtida foi então dividida em 3 tubos de ensaio contendo 2, 2 e 5 mL para a realização da reação de gelatina, sais de ferro e acetato de chumbo, respectivamente.

A) Reação de gelatina

Transferiu-se 2ml da solução extrativa para um tubo de ensaio, adicionou-se duas gotas de ácido clorídrico (HCl) 0,1N e cinco gotas de solução de gelatina a 2,5%. A confirmação da presença de taninos se deu pela formação de precipitado.

B) Reação de sais de ferro

Transferiu-se 2 mL da solução extrativa juntamente com 20 ml de água destilada para um tubo de ensaio e adicionou-se quatro gotas de cloreto férrico a 1% em metanol. A coloração azul indica a presença de taninos hidrolisáveis, já a coloração verde a de taninos condensados

C) Reação de acetato de chumbo

Foi transferido para um tubo de ensaio 5 ml da solução extrativa e a esta foi adicionado 10 ml de ácido acético 10%, além de 5 ml de acetato de chumbo. A formação de um precipitado esbranquiçado indica a presença de taninos.

Avaliação antioxidante in vitro

A atividade antioxidante foi realizada pelo método fotocolorimétrico *in vitro* do radical livre estável DPPH (2,2-difenil-1-picrilidrazida). Foi utilizado uma solução 0,004 % de DPPH em etanol a 95%, utilizando o branco como controle. Para o branco adicionou-se 1mL de água e 2mL de DPPH. Foi utilizada uma amostra do extrato seco da flor de *Hibiscus*, realizando o teste em triplicata. O extrato seco foi transformado em aquoso por dois métodos, 0,250g do extrato seco da flor de *Hibiscus* em 25mL de água pelo processo de infusão e 0,250g de extrato seco da flor de *Hibiscus* em 25mL de água a 100°C, durante 10 a 15 minutos, por decocção. O tempo total de extração foi de 48 horas. Após a extração, as amostras foram filtradas com papel filtro, e adicionou-se no béquer 1ml da amostra e 2 ml da solução de DPPH 0,004%, que foram incubadas em temperatura ambiente e protegida da luz por 30 minutos. A leitura da absorbância de cada amostra foi realizada no espectrofotômetro a 517 nm (CL-3003)¹⁰.

A porcentagem de inibição (%I) foi calculada pela diferença da absorbância do DPPH (branco) (A₀) e a absorbância da amostra mais DPPH (A).

$$\%I = \frac{A_0 - A}{A_0} \times 100$$

Após os testes que comprovaram a atividade

antioxidante do extrato do *Hibiscus sabdariffa*, a formulação do creme dermatológico facial foi desenvolvida.

Desenvolvimento da fórmula

Desenvolver uma base dermatológica de qualidade é fundamental para que o produto seja aceito pelo mercado. Para tratamento facial é recomendado que o produto não seja pegajoso, oleoso e não promovam uma sensação desagradável quando aplicado na pele. A fórmula desenvolvida é uma emulsão Óleo em Água (O/A), que busca excelência sensorial, com toque aveludado e boa espalhabilidade¹¹.

A emulsão foi obtida pelo método de emulsificação invertida, onde pesou-se os componentes da fase aquosa e aqueceu até 80° C sob agitação moderada no agitador mecânico a 300 rpm, até a formação de um gel. Pesou-se separadamente a fase oleosa e aqueceu até 80°C. Verteu-se a fase oleosa na fase aquosa sob agitação moderada durante 10 minutos. A fase terciária ou complementar foi acrescentada posteriormente, após o resfriamento, sendo a trietanolamina adicionada para ajuste de pH e o extrato aquoso do *Hibiscus sabdariffa* como ativo.

O extrato seco do *Hibiscus sabdariffa* adquirido foi transformado em extrato aquoso por decocção. Produziu-se 1 kg de creme para realização de todos os testes de estabilidade. A tabela 1 mostra as matérias primas utilizadas no desenvolvimento dessa emulsão, assim como a quantidade necessária e a função de cada componente¹².

Tabela 1. Fórmula creme rejuvenescedor facial desenvolvido

Componentes	Quantidade	Função
Fase Aquosa		
Água deionizada	qsp 100%	Veículo
Carbômero		
Hidroxietilcelulose	3%	Espessante
Edta dissódico	0,05%	Agente quelante
Fenoxietanol	0,05%	Conservante
Glicerina	2%	Umectante, Solvente
Polietilenoglicol (PEG 150)	1,5%	Emulsionante, umectante
Fase Oleosa		
Álcool Decílico Etoxilado	2%	Emulsionante, tensoativo não iônico
Álcool etoxilado Cetosteárilico -20	25	Emulsionante, tensoativo não iônico
Etoxidiglicol	0,5	Promotor químico de permeação cutânea
Lecitina de soja	2%	Emulsificante
Metilisotiazolinona	0,05%	Conservante
Oleo de canola	1,5%	Emoliente
Óleo Primula officinalis	2,5%	Emoliente
Triglicerido Caprílico	2%	Emoliente
Fase terciária		
Trietanolamina	qsp pH ~ 6	Corretor de pH
Extrato aquoso de <i>Hibiscus sabdariffa</i>	5%	Ativo

Fonte: Autores

Testes de estabilidade do creme rejuvenescedor

O estudo da estabilidade fornece indicações sobre o comportamento do produto, em determinado intervalo de tempo, frente a condições ambientais a que possa ser submetido, desde a fabricação até o término da validade¹³.

Antes de iniciar os Estudos de Estabilidade, submeteu-se o produto ao teste de centrifugação. Cinco gramas da amostra pesada, em balança semi-analítica, foram submetidos a rotações crescentes de 980, 1800 e 3000 rpm, em centrífuga, durante 15 minutos em cada rotação, à temperatura ambiente. O produto permaneceu sem sinal de instabilidade. Aplicou-se os seguintes testes no produto:

Estabilidade preliminar

A amostra foi submetida a condições extremas de temperatura, com ciclos alternados de resfriamento e aquecimento, gerando um estresse térmico. A duração foi de 15 dias, sendo a primeira avaliação realizada no tempo um (t_1), que correspondeu a 24 horas após a manipulação, para que o produto adquirisse viscosidade e consistência final. As outras avaliações foram realizadas diariamente, durante os 15 dias.

Os valores adotados para temperaturas elevadas foram:

Estufa: $T = 37 \pm 2^\circ\text{C}$

Estufa: $T = 40 \pm 2^\circ\text{C}$

Estufa: $T = 45 \pm 2^\circ\text{C}$

Estufa: $T = 50 \pm 2^\circ\text{C}$

Os valores geralmente adotados para baixas temperaturas foram:

Geladeira: $T = 5 \pm 2^\circ\text{C}$

C Freezer: $T = -5 \pm 2^\circ\text{C}$

Os ciclos de congelamento e descongelamento alternaram 24 horas em temperaturas elevadas e 24 horas em temperaturas baixas, com os seguintes conjuntos: ambiente e $-5 \pm 2^\circ\text{C}$; $40 \pm 2^\circ\text{C}$ e $4 \pm 2^\circ\text{C}$; $45 \pm 2^\circ\text{C}$ e $-5 \pm 2^\circ\text{C}$ e $50 \pm 2^\circ\text{C}$; $-5 \pm 2^\circ\text{C}$.

Estabilidade Acelerada

Com esse teste, foi possível determinar o tempo de vida útil e compatibilidade da formulação com o material de acondicionamento¹⁴. As amostras foram acondicionadas em frasco de vidro neutro, transparente, com tampa que garanta uma boa vedação, em paralelo, foi utilizada a embalagem plástica de acondicionamento final, antecipando-se, assim, a avaliação da compatibilidade entre a formulação e a embalagem. O teste de estabilidade acelerada teve duração de seis meses. Os valores adotados para as variações de temperaturas são os mesmos da estabilidade preliminar.

O produto, também foi exposto à fonte de iluminação solar por seis meses. A periodicidade da avaliação da amostra avaliada inicialmente no tempo zero, 24 horas e ao 7º dia, 15º dia, 30º dia, 60º dia, 90º dia, 120º dia, 150º dia e 180º dia.

Teste de Prateleira

O teste de prateleira, estabilidade de longa duração ou Shelf life, comprovou o prazo de validade. A amostra foi condicionada em embalagem apropriada e mantida à temperatura ambiente, analisando periodicamente, até o término do prazo de validade.

Análise de parâmetros

A amostra foi avaliada, comparando-a um produto padrão, a fim de analisar as características macroscópicas para verificação de sinais de instabilidade. A não ocorrência de separação de fases, de precipitação, de turvação, deve ser indicativa de estabilidade da amostra ensaiada. Os parâmetros avaliados foram: as características organolépticas como aspecto, cor, odor; características físico-químicas como valor de pH, densidade, viscosidade e espalhabilidade. Todas as avaliações dos parâmetros foram realizadas em triplicata, depois de cada etapa citada acima.

Cor

A colorimetria foi realizada pela comparação visual, sob condições de luz branca comparando a cor da amostra com a cor do padrão, armazenado nas mesmas condições e embalagem que a amostra.

Pesou-se 5g da amostra, acondicionou-a em triplicata em frascos iguais, e utilizando a luz branca natural comparou com a cor padrão.

Odor

O odor da amostra ensaiada foi comparado ao odor do padrão, diretamente através do olfato.

pH

A determinação do pH foi feita em uma dispersão aquosa a 10% (p/p) da amostra ensaiada em água recém destilada, usando pHmetro digital, avaliando a diferença de potencial entre dois eletrodos imersos na amostra. Os valores mantidos entre 5,5 e 6,5, compatíveis com o pH cutâneo, foram usados como critério de estabilidade.

Densidade

A determinação da densidade específica foi realizada em picnômetro, acoplado com termômetro, previamente pesado vazio. A amostra foi inserida no picnômetro e a temperatura ajustada para 20°C , quando, então, o picnômetro foi pesado. A diferença entre a massa do picnômetro com a amostra e do picnômetro vazio é a massa da amostra. A relação entre a densidade absoluta da amostra e a densidade absoluta de uma substância usada como padrão é a densidade relativa. O valor de referência para esse tipo de emulsão é 0,850- 0,900g/ml

Viscosidade

Foi determinada em viscosímetro Brookfield, com spindle médio. As velocidades de rotação foram entre 50 à 100rpm, os testes foram realizados em triplicata e

os resultados expressos em centipoise (cP). Foram analisados 15g de amostra, com o sensor mergulhado diagonalmente na mesma, sob velocidades crescentes, obtendo assim a leitura das viscosidades. O valor de referência é de 7500 – 13000 cPs¹⁵.

Espalhabilidade

Cerca de 0,3g da amostra, foi colocada entre duas placas de vidro, com 10 x18cm e 0,5cm de espessura, sendo uma delas disposta sobre um papel milimetrado, colado em uma placa de madeira. A adição de pesos de 250, 500, 750 e 1000g, a cada três minutos, na placa superior, promoveu o espalhamento do produto, que pode ser medido como extensibilidade, em centímetros. A determinação da espalhabilidade da amostra foi realizada a partir da leitura dos diâmetros abrangidos pela amostra em um sistema formado por uma placa molde circular de vidro com orifício central, sobre uma placa suporte de vidro posicionada sobre uma escala milimetrada¹⁶.

3. RESULTADOS

Analisando a triagem Fitoquímica do Extrato do *Hibiscus sabdariffa* L pode-se notar a presença de Alcalóides, Flavonóides e Taninos. Já as antraquinonas e as saponinas não foram detectadas pelos métodos utilizados como mostra a tabela 2.

Tabela 2. Resultado da triagem fitoquímica do *Hibiscus sabdariffa* L.

Classes	Reações	A	B	C
Antraquinonas	Antraquinonas livres	-	-	-
	Heterosídeos antraquinônicos (reação de Borntrager direta)	-	-	-
Alcalóides	Mayer	+	+	+
	Wagner	+	+	+
Flavonóides	Reação de Shinoda	+	+	+
Saponinas	Reação de Salkowski	-	-	-
	Teste de Espuma	-	-	-
Taninos	Reação de gelatina	+	+	+
	Reação de sais de ferro	+	+	+
	Reação de acetato de chumbo	+	+	+

A, B, C- amostra de *Hibiscus sabdariffa* L em triplicata.;(+) positivo (-)negativo. **Fonte:** Autores

Quanto à atividade antioxidante in vitro, determinado pelo método do 2,2 difenil-1-picril hidrazil radical (DPPH), os resultados se encontram na Tabela 3.

Tabela 3: Resultados do método DPPH

	Infusão			Decocção		
	A	B	C	A	B	C
[]0,01						
(%I)	17%	17,2%	17,4%	19,1%	19%	19,3%
DP±	0,2%	0,3%	0,2%	0,4%	0,3%	0,3%
CV%	1,3%	1,4%	1,2%	0,9%	0,8%	1,0%

[] concentração do extrato; (%I) porcentagem de inibição de radicais livres; (DP) desvio padrão; CV coeficiente de variação. **Fonte:** Autores

Os testes de estabilidade foram realizados após o teste de centrifugação em que o creme produzido se mostrou-se estável. Depois da centrifugação, foi feito o teste de exposição à radiação luminosa onde ocorreu uma alteração da cor no sexto mês, deixando o produto com aspecto mais claro que no início dos testes. O odor característico do produto manteve-se o mesmo durante todos os testes.

O pH do creme permaneceu na faixa aceitável durante a realização de todos os testes, variando entre o valor de 6 a 6,2. A densidade do sistema emulsionado estudado na estabilidade preliminar, diminuiu de 0,8873 (g/ml) para 0,8865 (g/ml) no 15º dia, como demonstrado na figura 1.

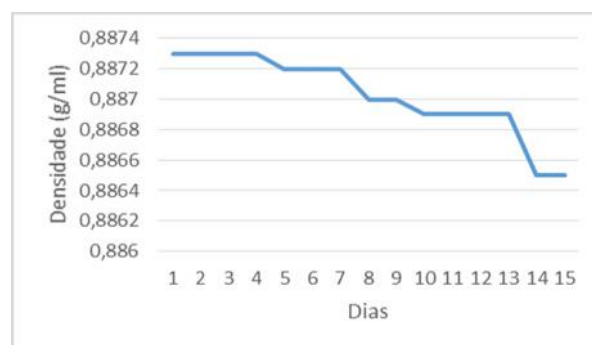


Figura 1. Densidade do creme rejuvenescedor durante o teste de estabilidade preliminar. **Fonte:** Autores

A densidade do sistema emulsionado estudado na estabilidade acelerada, diminuiu de 0,8863 (g/ml) para 0,8860 (g/ml) no 6º mês, como representado na figura 2.

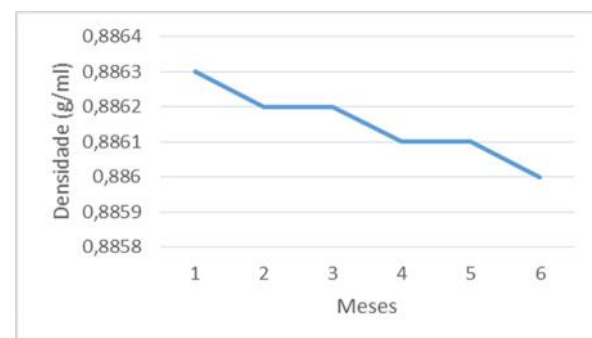


Figura 2: Densidade do creme rejuvenescedor durante o teste de estabilidade acelerada. **Fonte:** Autores

A viscosidade aumentou no decorrer dos testes, mas de forma insignificante. Nos testes de estabilidade preliminar a viscosidade passou de 8700 cPs para 8800 cPs como demonstra a figura 3.

No teste de estabilidade acelerada a viscosidade aumentou de 8800 cPs para 9500cPs, conforme ilustrado na figura 4. Vale ressaltar que o valor de referência para esse tipo de formulação é de 7500 – 13000 cPs.

A espalhabilidade da emulsão também se encontrou estável, uma média de 1,90 cm na amostra inicial, antes das realização dos testes, 1,85 cm após o testes de estabilidade preliminar e 1,80cm após os testes de estabilidade acelerada.

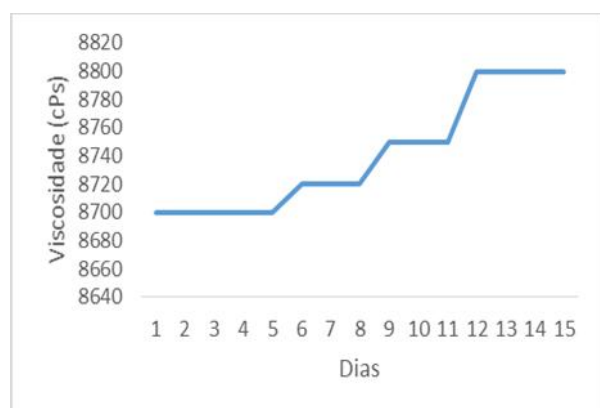


Figura 3: Viscosidade do creme rejuvenescedor durante o teste de estabilidade preliminar. **Fonte:** Autores

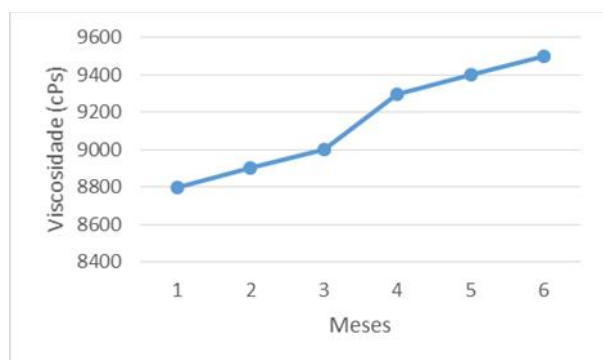


Figura 4: Viscosidade do creme rejuvenescedor durante o teste de estabilidade acelerada. **Fonte:** Autores

4. DISCUSSÃO

Atualmente a indústria cosmética tem lançado produtos contendo matérias primas naturais, que vêm de uma fonte vegetal renovável, como extratos vegetais, óleos vegetais, óleos essenciais e seus derivados⁴. No Brasil, estão localizadas cerca de vinte por cento das duzentas e cinquenta espécies medicinais catalogadas pela UNESCO, tal realidade serviu para muitas investigações científicas, na elaboração de novas fórmulas farmacêuticas e cosméticas¹⁷.

A investigação da eficácia do material vegetal é essencial para obtenção de um produto final de qualidade¹⁸. O *Hibiscus sabdariffa* é uma importante planta pertence à classe das Dicotiledôneas, família das Malváceas e gênero *Hibiscus*, com caráter antioxidante encontrado na sua composição, auxilia na prevenção do envelhecimento cutâneo¹⁹.

O uso do *Hibiscus* se popularizou em formulações cosméticas artesanais, justificada pelos seus efeitos rejuvenescedores²⁰. Alguns estudos relacionam seus princípios ativos com a prevenção do envelhecimento, assim foi necessário a realização de uma triagem fitoquímica do extrato utilizado. Mendes (2015), realizou uma triagem do *Hibiscus sabdariffa*, mas como o teor dos compostos podem mudar por diversos fatores como região, época da colheita, solo e outros, o mesmo teste foi realizado para o lote adquirido no experimento⁷.

A triagem fitoquímica realizada em extrato seco de

flores do *Hibiscus sabdariffa*, detectou a presença de Alcalóides, Flavonóides e Taninos, que são princípios ativos vegetais relacionados às atividades antioxidantes²¹. Medina (2013) afirma que o alto teor de antocianina que é uma das subclasses dos flavonóides, os principais constituintes da flor de *H. sabdariffa* é o responsável pelo efeito antioxidante²⁰.

A atividade antioxidante também foi comprovada pelo método fotolorimétrico *in vitro* do radical livre estável DPPH (2,2-difenil-1-picrilidrazida). Ressaltando que o extrato seco foi transformado em extrato aquoso, por dois métodos, decocção e infusão. A porcentagem de inibição de radicais livres na decocção em relação à infusão foi maior, o que pode ser relacionado com a quebra das moléculas de taninos condensados provocando um aumento de flavanol, sugerindo que temperaturas acima de 100°C podem ser melhor para a extração de antioxidante da flor seca do hibisco¹⁸.

O extrato da flor *H. sabdariffa* poderá ser ainda mais efetivo como antioxidante por meio de aprimoramento nos processos de extração dos compostos fenólicos e de flavonoides, devido à grande presença desses compostos²².

A padronização de extratos vegetais deverá ser realizada a fim de ser conhecido o teor de um ou mais constituintes. Desenvolver um cosmético a base de produtos vegetais exige conhecimento, para obtenção de um produto de qualidade e com boa apresentação comercial.

O creme dermatológico desenvolvido foi uma emulsão água em óleo, com característica hidratante, mas não pegajosa, e suave, já que se trata de uma formulação facial. Contém como veículo água deionizada; como espessante carbômero de Hidroxietilcelulose; Glicerina e Polietilenoglicol como agentes emulsionantes; Álcool Decílico Etoilado, Álcool etoilado Cetoestearílico -20 e Lecitina de soja como emulsionantes; Fenoxietanol e Metilisotiazolinona como conservantes; Edta dissódico de agente quelante; para promover melhor permeação cutânea usou-se o Etoxidiglicol; como emolientes utilizou-se óleo de canola, Óleo *Primula officinalis* e Triglicerido Caprílico; para correção de pH a trietanolamina; e *Hibiscus sabdariffa* em extrato aquoso como princípio ativo.

A preparação da emulsão ocorreu facilmente, e não houve quebra da mesma durante o processo. A coloração do creme foi rosa homogêneo, e se alterou somente no final dos testes, no sexto mês, ficando mais clara, perdendo sua tonalidade inicial.

O odor do produto se manteve o mesmo durante os experimentos, o que indica a eficácia dos conservantes utilizados, visto que contaminações microbianas geralmente alteram o odor de emulsões.

O valor do pH do produto elaborado neste trabalho, não sofreu alteração significativa, variando entre o valor de 6,0 à 6,2. Se mantendo dentro do limite aceitável em relação ao pH cutâneo, 5,5 e 6,5. Valores baixos de pH podem estar relacionados ao

aparecimento de irritação dérmica cumulativa²³.

A densidade do sistema emulsionado não apresentou variação significativa. Na estabilidade preliminar, durante os 15 dias houve uma variação mínima diminuiu de 0,8873 (g/ml) para 0,8865 (g/ml). Na estabilidade acelerada, a densidade diminuiu de 0,8863 (g/ml) para 0,8860 (g/ml) no 6º mês. A alteração de densidade das amostras não foi suficiente para determinar se esta propriedade promoveu instabilidade nas preparações ensaiadas.

Houve um aumento da viscosidade, mas nada que pudesse interferir na qualidade do produto. Passando de 8700cPs no início do experimento para 9500cPs no final. Esse aumento surgiu devido à perda de água no decorrer dos testes.

Sendo assim, o produto pode ser classificado como normal, sem alterações que pudessem interferir na qualidade da emulsão e estável aos testes.

5. CONCLUSÃO

A indústria cosmética tem desenvolvido inúmeros ativos e bases dermatológicas de origem vegetal, no entanto, é fundamental a realização de pesquisas científicas para garantir a eficácia e segurança desses produtos, visto que existem poucos estudos fitoquímicos perante a imensa biodiversidade existente.

A flor do *Hibiscus sabdariffa*, segundo a pesquisa possui atividade antioxidante, comprovou-se pelo método do DPPH e pela presença de taninos, alcaloides e flavonoides, detectados pela triagem fitoquímica. Sendo a presença de flavonoides, o principal responsável pela atividade antioxidante segundo a literatura.

Foi desenvolvida uma emulsão óleo em água específica para incorporação do extrato do *Hibiscus sabdariffa*. A emulsão foi em forma de um creme facial, com componentes vegetais e menos agressivos possíveis a pele, preferindo os tensoativos não iônicos.

Sendo uma matéria prima pouco explorada nesse aspecto, o extrato foi incorporado ao creme e submetido a vários testes de estabilidade preconizados pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária, os quais permitiram concluir que o creme dermatológico facial desenvolvido se manteve estável em relação a características físico-químicas e organolépticas. Permitindo assim um maior conhecimento para orientar e auxiliar outros estudos quanto ao desenvolvimento e ação antienvhecimento desse fitocosmético.

REFERÊNCIAS

[1] Santana GLS, et al. Envelhecimento Cutâneo Extrínseco. Revista Conexão Eletrônica – Três Lagoas, MS. 2018; 15(1).

[2] Sandoval S, et al. Avaliação *in vivo* e *in vitro* da eficácia de um produto com associação de vitamina C, ácido hialurônico fragmentado e manose na prevenção do envelhecimento cutâneo. Surg Cosmet Dermatol 2015;7(1):37-44.

[3] Soares JJ. Avaliação da atividade antioxidante *in vitro* e *in vivo* de extratos preparados a partir das folhas de *Syzygium cumini* (L.) Skeels. (tese). Uruguiana. Universidade Federal do Pampa. 2013.

[4] Ruivo JSP. Formulações, compostas por princípio ativo natural, de origem vegetal, seja um extrato ou óleo essencial, que proporciona a pele condições de equilíbrio e saúde. (Monografia). Porto, Universidade Fernando Pessoa. 2012.

[5] Figueiredo BK, et al. Desenvolvimento e estabilidade preliminar de um fitocosmético contendo extrato de chá verde (*Camellia sinensis*) (L.) Kuntze (Theaceae). Revista Brasileira Farmácia. 2014; 95(2):770-788.

[6] Moraes ALF. Propriedades Antioxidantes de bebidas e Chás preparados a partir de diferentes formulações. (Tese) Porto, Universidade do Porto. 2011.

[7] Costa K. Avaliação fitoquímica e antioxidante de plantas medicinais, métodos de realização. Research Gate, Janeiro. 2002.

[8] Mendes O.R. Avaliação da Atividade Antioxidante da Flor de (*Hibiscus Sabdariffa* L.) Comercializada no Município de Palmas – TO. (Monografia) Tocantins. Centro Universitário Luterano de Palmas. 2015.

[9] Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos / Agência Nacional de Vigilância Sanitária. -- 2. ed. -- Brasília: ANVISA. 2012; 2:61.

[10] Nascimento JC, et al. Determinação da atividade antioxidante pelo método DPPH e doseamento de flavonóides totais em extratos de folhas da *Bauhinia variegata* L. Revista Brasileira de Farmácia. 2011; 92(4):327-332.

[11] Coutinho CSS, Santos EP. Cremes e loções: visão geral. Universidade Federal do Rio de Janeiro, RJ. Cosmetics & Toiletries. 2014; 26.

[12] Moraes JM. Desenvolvimento e avaliação no processo de obtenção de emulsões múltiplas A/O/A em etapa única empregando óleo de canola e tensoativo não iônico derivado do óleo de rícino. (tese) Riberão Preto, Universidade de São Paulo. 2008.

[13] Aquino JS, et al. Estudo da Estabilidade de Géis contendo Vitamina C Manipulados em Farmácias da Cidade de Maringá-PR VII EPCC – Encontro Internacional de Produção Científica, Cesumar CESUMAR, Centro Universitário de Maringá Editora CESUMAR Maringá, Paraná. 2011. Acesso em 20 de Março 2018. Disponível em: http://www.cesumar.br/prppge/pesquisa/epcc2011/anais/julimary_suematsu_aquino.pdf.

[14] Sant'Anna TB. A interferência do material de embalagem na estabilidade de um medicamento – estudo de caso (Dietilcarbamazina 50mg). (Monografia). Rio de Janeiro, Instituto de Tecnologia em Fármacos. 2013.

[15] Dallarmi L, Miguel MD, Cansian FC. Desenvolvimento de Emulsão Dermatocósmética contendo Manteiga de Manga (*Mangifera Indica* L.) *Anacardiaceae*. Visão Acadêmica, Curitiba. 2012; 13(1).

[16] Souza JG. Desenvolvimento de formulações cosméticas contendo Goji berry (*Lycium barbarum*). (Monografia), Palmas, Tocantins. Centro Universitário Luterano de Palmas. 2015.

[17] Isaac VLB, et al. Protocolo para ensaios físico-químicos de estabilidade de fitocosméticos. Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicadas. 2008; 29(1):81-96.

[18] Sobota JF, Pinho MG, Oliveira VB. Perfil físico-

- químico e atividade antioxidante do cálice da espécie *Hibiscus sabdariffa* L. a partir do extrato aquoso e alcoólico obtidos por infusão e decocto. *Revista Fitos*, Rio de Janeiro. 2016; 10(1):1-93.
- [19] Vasconcelos TC de, *et.al.* O Uso do Hibisco (*Sabdariffa* L.) na Prevenção do Envelhecimento Cutâneo. *Revista Científica Multidisciplinar Núcleo do Conhecimento*. 2018; 1(2):05-20.
- [20] Medina-Carrillo RE, Sumaya-Martínez MT, Machucasánchez ML, Sánchez-Herrera LM, Balois-Morales R, Jiménezruiz EI. Actividad antioxidante de extractos de cálices deshidratados de 64 variedades de jamaica (*hibiscos sabdariffa* l.) em función de fenólicos y antocianinas totals. *Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias*. 2013; 22(esp):41-44.
- [21] Rodrigues AC. Estudo Químico das pétalas, folhas, cálices e sementes de *Hibiscus sabdariffa* L. (Tese), Uberaba. Universidade Federal do Triangulo Mineiro. 2017.
- [22] Ribeiro AAM. Avaliação da atividade antioxidante de diferentes marcas de chá de *Hibiscus sabdariffa* L. (Monografia), Brasília, Universidade de Brasília – UnB. 2017.
- [23] Mendes MCS, Delineamento de um fitomedicamento a partir de 1,3-diestearil-2-oleil-glicerol isolado de *Platonia insignis* Mart: avaliação da atividade cicatrizante. (tese), Teresina, Piauí. Universidade Federal do Piauí. 2013.