

**UNIVERSIDADE DE UBERABA
CURSO DE FARMÁCIA**

NICOLE MARTINS BORGES

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE
PROTETORES SOLARES *OIL FREE* MAGISTRAIS**

UBERABA – MG

2019

NICOLE MARTINS BORGES

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE PROTETORES
SOLARES *OIL FREE* MAGISTRAIS**

Trabalho apresentado à Universidade de Uberaba, como parte dos requisitos para conclusão do curso de graduação em Farmácia.

Orientadora: Profa. Dra. Tatiana Aparecida Pereira

UBERABA – MG

2019

Nicole Martins Borges

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DE PROTETORES
SOLARES *OIL FREE* MAGISTRAIS**

Trabalho apresentado à Universidade de
Uberaba, como parte dos requisitos para
conclusão do curso de graduação em
Farmácia.

Orientadora: Profa. Dra. Tatiana Aparecida
Pereira

Uberaba, MG _____ de 2019

Orientador

A meus pais, família, amigas, professores do curso e colegas de sala por todo o apoio e parceria nessa trajetória.

AGRADECIMENTOS

Agradeço minha família, em especial, minha mãe Lilian que esteve ao meu lado em todos os momentos fora e dentro do campus, aos meus pais Emerson e Robevany, por terem colaborado com minha formação e que estiveram ao meu lado por todo o processo da graduação, sempre me apoiando. Às minhas amigas, que apesar de estarem longe, me apoiaram e estiveram comigo. Aos meus colegas de turma que são mais que especiais, foi uma honra ter sido parte de uma turma tão homogênea e dedicada como a nossa, muito obrigada por todos os momentos que passamos juntos. Aos técnicos dos laboratórios Dani e Rodolfo, que com paciência e calma me ajudaram em todo o processo dos testes nos laboratórios. Também aos professores que fizeram parte de toda minha formação e em especial minha orientadora, Tatiana, que esteve sempre disposta a ajudar e a me apoiar durante toda a pesquisa.

“É muito melhor lançar-se em busca de conquistas grandiosas, mesmo expondo-se ao fracasso, do que alinhar-se com os pobres de espírito, que nem gozam muito nem sofrem muito, porque vivem numa penumbra cinzenta, onde não conhecem nem vitória, nem derrota.”

Theodore Roosevelt

SUMÁRIO

1) INTRODUÇÃO	9
2) OBJETIVOS	11
3) MATERIAIS E MÉTODOS	
3.1) Materiais	12
3.2) Métodos	12
3.2.1) Características organolépticas	12
3.2.2) Determinação da viscosidade	12
3.2.3) Determinação da espalhabilidade	13
3.2.4) Determinação do valor de pH	14
3.2.5) Determinação do fator de proteção solar	14
3.3) Análise estatística	15
4) RESULTADOS E DISCUSSÕES	
4.1) Características organolépticas	16
4.2) Determinação da viscosidade	18
4.3) Determinação da espalhabilidade	21
4.4) Determinação do valor de pH	24
4.5) Determinação do fator de proteção solar	25
5) CONCLUSÃO	28
6) REFERÊNCIAS	29

RESUMO

O uso de protetor solar é uma das medidas de fotoproteção mais utilizadas pela população, portanto esses produtos devem oferecer eficácia na proteção contra as radiações solares além de garantir segurança e qualidade da formulação desenvolvida. O objetivo do presente trabalho foi avaliar a estabilidade físico-química e valores de FPS de formulações fotoprotetoras magistrais, produzidas por três farmácias de manipulação da cidade de Uberaba – MG, além de verificar se o FPS das formulações corresponde ao valor informado no rótulo. As três amostras de protetores solares oil free, foram submetidas a testes de estabilidade acelerada. As amostras 1, 2 e 3 foram acondicionadas em frascos de polietileno cristal, garantindo boa vedação e armazenadas a temperatura ambiente ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) e estufa ($40 \pm 2^\circ\text{C}$) apenas para amostra 1, por 90 dias. Neste período foram avaliadas suas características organolépticas e físico-químicas (viscosidade, espalhabilidade, valor de pH e Fator de proteção solar). Pode-se observar variações nas características organolépticas para a amostra 1 e 3 a partir dos 30 dias de armazenamento e para a amostra 2 a partir dos 60 dias de armazenamento. Todas as amostras apresentaram fluxo pseudoplástico, ideal para formulações cosméticas e apenas a amostra 3 mostrou um aumento da viscosidade ao final do período de armazenamento. Todas as amostras reduziram significativamente a espalhabilidade após 30 dias de armazenamento. As amostras também mostraram variação no valor de FPS e valor de pH (aumento do valor) ao final do armazenamento na estufa e temperatura ambiente. Os resultados mostram a importância do controle de qualidade nas farmácias magistrais, para que elas possam oferecer um produto de qualidade, seguro e eficaz aos seus clientes.

Palavras-chave: fotoprotetores, estabilidade, oil-free, magistrais.

ABSTRACT

The sunscreen use is one of the most used photoprotection measures by the population, so these products should offer effectiveness in protection against solar radiation and ensure safety and quality of the developed formulation. The objective of the present work was to evaluate the physicochemical stability and SPF values of masterful photoprotective formulations produced by three handling pharmacies in the city of Uberaba - MG, and to verify if the SPF of the formulations corresponds to the value informed on the label. The three samples of oil free sunscreens were subjected to accelerated stability tests. Samples 1, 2 and 3 were placed in crystal polyethylene bottles, ensuring good sealing and stored at room temperature ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) and greenhouse ($40 \pm 2^\circ\text{C}$) only for sample 1, for 90 days. During this period their organoleptic and physicochemical characteristics (viscosity, spreadability, pH value and sun protection factor) were evaluated. Variations in organoleptic characteristics can be observed for sample 1 and 3 from 30 days of storage and for sample 2 from 60 days of storage. All samples showed pseudoplastic flow, ideal for cosmetic formulations and only sample 3 showed an increase in viscosity at the end of the storage period. All samples significantly reduced spreadability after 30 days of storage. The samples also showed variation in SPF value and pH value (value increase) at the end of greenhouse and room temperature storage. The results show the importance of quality control in master pharmacies, so that they can offer a quality, safe and effective product to their customers.

Key words: sunscreens, stability, oil-free

1) INTRODUÇÃO

Os protetores solares são definidos, de acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), como qualquer preparação cosmética destinada a entrar em contato com a pele e lábios, com a finalidade exclusiva ou principal de protegê-la contra a radiação UVB e UVA, absorvendo, dispersando ou refletindo a radiação.² Os filtros solares que são responsáveis pelo mecanismo de absorção da radiação são os orgânicos (filtros UVA, filtros UVB e filtros de amplo espectro) enquanto os responsáveis pela dispersão e reflexão da radiação solar são os inorgânicos (óxido de zinco e dióxido de titânio).

Os fotoprotetores são compostos por ingredientes ativos (os filtro solares) e o veículo (formulação destinada a facilitar a aplicação na pele), e sua qualidade depende de seu valor de FPS (fator de proteção solar), FPUVA (fator de proteção solar contra radiação UVA) e de suas propriedades físico-químicas (formação de uma película ideal sobre a pele, estabilidade, baixa hidrossolubilidade e hipoalergenicidade). Além disso, deve ser seguro, estável e econômico.³ Ainda, a eficácia de um fotoprotetor está intimamente ligada à sua formulação, além do tipo de filtro solar utilizado. Também possuem influência no FPS o veículo escolhido e seus componentes, bem como a espessura e uniformidade do filme formado sobre a pele. Estes requisitos podem interferir no FPS positiva ou negativamente, podendo interagir com o filtro, desestabilizando a formulação e alterando a eficácia do produto.³ Em preparações cosméticas, embora seja importante que o ativo penetre além da superfície da pele, não se deseja que o mesmo seja absorvido pela circulação sistêmica. Tratando-se de um filtro solar, é necessário que a quantidade de filtro solar aplicada na pele permaneça nas camadas mais superficiais da mesma, garantindo desta forma máxima proteção e mínima permeação cutânea.⁴

A utilização diária de fotoprotetores tornou-se imperativa atualmente na prevenção dos danos causados à pele devido sua exposição ao sol. Diversos fatores ambientais contribuem para o aumento dos efeitos nocivos da exposição da pele à radiação UV. O Brasil é o país com a maior área intertropical do planeta, cujo ângulo de incidência da radiação solar é mais perpendicular, intensificando assim os seus efeitos.⁵ Em 2017, o Brasil ocupou a 2 posição em mercado de proteção solar do mundo. Ainda, em pesquisa de fotoeducação realizada em 2018, verificou-se a necessidade de campanhas educativas que estimulem o uso de formulações fotoprotetoras como medida de prevenção ao câncer de pele e envelhecimento precoce.

De forma geral, as farmácias magistrais utilizam como base para a formulação de protetores solares, os cremes, géis, emulsões ou aerossóis. O uso de formulações fotoprotetoras manipuladas é crescente, sendo amplamente prescritas por dermatologistas. É muito importante

que estas bases sejam submetidas a testes de estabilidade, para garantir a compatibilidade dos componentes. Para isso, são recomendados estudos de estabilidade de ordem físico-química.³ A base de maior demanda comercial, está nas formulações oil-free, por possuírem melhor espalhabilidade e sensação menos pastosa. As formulações em gel são mais indicadas para peles mais oleosas e acneicas, por não ter óleo em sua formulação.

O valor de FPS e sua eficácia, são determinados de acordo com o tempo possível de exposição ao sol sem causar eritemas na pele e é necessário, por lei, a discriminação desse valor nos rótulos dos fotoprotetores desenvolvidos.

As metodologias de obtenção dos valores de FPS em formulações desenvolvidas, podem ser *in vivo* e *in vitro*, porém as metodologias *in vivo*, são complexas, demandam tempo e capital para serem empregadas no controle de qualidade dos lotes produzidos. Portanto, os métodos *in vitro* foram empregados para que a liberação desses fotoprotetores fosse possível em todos os lotes produzidos, por serem mais práticos. Os testes *in vitro*, determinam o valor de FPS baseado nas propriedades absorptivas e refletoras dos filtros usados nas formulações.

Um dos métodos mais empregados dos testes *in vitro*, foi desenvolvido por Mansur et. al em 1986, que determina o valor de FPS por espectrofotometria e os resultados obtidos têm boa correlação aos resultados e é um método rápido e eficaz.

Assim, o presente trabalho tem como objetivo (i) avaliar a estabilidade físico-química de formulações fotoprotetoras magistrais, (ii) verificar se o FPS das formulações corresponde ao valor informado no rótulo.

2) OBJETIVOS

O objetivo do presente trabalho foi avaliar a estabilidade físico-química de formulações fotoprotetoras magistrais, produzidas por três farmácias de manipulação da cidade de Uberaba – MG, além de verificar se o FPS das formulações corresponde ao valor informado no rótulo.

3) MATERIAL E MÉTODOS

3.1) Materiais

- Potenciômetro (Micronal B474)
- Tampões pH 4,0 e 7,0
- Viscosímetro Brookfield Analógico série LV
- Spindle nº 4
- Béquer (25mL e 50mL)
- Balões volumétricos (10mL e 25mL)
- Pipetas graduadas (1mL e 2mL)
- Balança semi analítica (Gehaka Modelo BG 200)
- Espátula
- Papel milimetrado
- Placa molde circular de vidro (diâmetro = 20 cm, espessura = 0,2 cm) com orifício central de 1,2 cm de diâmetro, placa suporte de vidro (20 x 20 cm).

3.2) Métodos

As 3 amostras de protetores solares base em gel oil free manipulados, foram submetidas ao teste de estabilidade acelerada. Para isso, após a aquisição, as amostras de protetores solares foram acondicionadas em frascos de polietileno cristal, garantindo boa vedação. Então, as amostras foram armazenadas em diferentes condições de armazenamento, sendo elas: temperatura ambiente ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) e estufa ($40 \pm 2^\circ\text{C}$) apenas para a amostra 1, por 90 dias.

Os parâmetros organolépticos e físico-químicos foram avaliados no tempo 0, 30, 60 e 90 dias.

3.2.1) Características organolépticas

As amostras foram avaliadas em relação a aparência física da formulação através da avaliação das características organolépticas em relação a aparência externa da formulação, homogeneidade, cor e odor.

3.2.2) Determinação da viscosidade

A viscosidade foi determinada a partir do uso do viscosímetro Brookfield série LV, spindle nº4 (Figura 1). As amostras foram analisadas nas velocidades 0,3, 0,6, 1,5, 3, 6, 12, 30 e 60 rpm, de forma crescente e decrescente. Nas velocidades 0,3, 0,6 e 1,5 o valor foi determinado após 1 volta completa do viscosímetro, já nas demais velocidades, o valor da

viscosidade foi determinado após 35 segundos de rotação. Esse método foi realizado para todas as amostras nos tempos 0, 30, 60 e 90 dias.



Figura 1: Determinação da viscosidade aparente das amostras de protetor solar.

Fonte: Próprio autor.

3.2.3) Determinação da espalhabilidade

A determinação da espalhabilidade foi realizada de acordo com metodologia previamente descrita na literatura por Knorst (1991). No equipamento utilizado, uma placa molde circular, de vidro (diâmetro = 20 cm; espessura = 0,2 cm), com orifício central de 1,2 cm de diâmetro, foi colocada sobre uma placa-suporte de vidro (20 cm x 20 cm) posicionada sobre uma escala milimetrada e uma fonte luminosa. A amostra foi introduzida no orifício da placa molde e a superfície foi nivelada com espátula. A placa molde foi cuidadosamente retirada e sobre a amostra foi colocada uma placa de vidro de peso conhecido. Após um minuto, foi realizada a leitura dos diâmetros abrangidos pela amostra, em duas posições opostas, com auxílio da escala do papel milimetrado. Posteriormente, foi calculado o diâmetro médio. Este procedimento foi repetido acrescentando-se sucessivamente outras placas, em intervalos de um minuto.¹

3.2.4) Determinação do valor de pH

A determinação do pH foi realizada com o potenciômetro devidamente calibrado com soluções tampão pH 4,0 e 7,0, após a diluição das amostras em água destilada, a uma concentração de 10% (m/m)¹.



Figura 2: Representação das amostras para avaliação do valor de pH.

Fonte: Próprio Autor

3.2.5) Determinação do fator de proteção solar

O fator de proteção solar (FPS) foi determinado segundo metodologia *in vitro* proposta por Mansur *et al.* (1986), utilizando-se um espectrofotômetro UV/VIS. As formulações foram diluídas com álcool absoluto (Figura 3). As absorbâncias das soluções foram determinadas na faixa de 290 a 320 nm, com intervalos de 5 nm, tendo sido feitas três determinações para cada comprimento de onda.



Figura 3: Representação da diluição das amostras para determinação do FPS das amostras de protetor solar.

Fonte: Próprio autor.

3.3) Análise estatística

Os estudos foram analisados de acordo com o método de análise de variância ANOVA, seguido pelo teste de Tukey, com $p < 0,05$ como nível mínimo de significância.

4) RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1) Características organolépticas

As características organolépticas são importantes na aceitabilidade do consumidor em relação ao produto desenvolvido. A análise da estabilidade dessas características permite com que o formulador possa observar as possíveis alterações que possam acarretar qualquer diferença na formulação, avaliar o estado das formulações e realizar qualquer correção necessária para aumentar a aceitabilidade do produto no mercado.

As características organolépticas (cor, odor e aspecto) das amostras 1, 2 e 3 de protetor solar submetidas ao teste de estabilidade podem ser observadas nas Tabelas 1, 2, 3 e 4.

Tabela 1: Características organolépticas da amostra 1 de protetor solar, armazenada a temperatura ambiente, nos tempos de 0, 30, 60 e 90 dias.

Amostra 1	Cor	Odor	Aspecto
Dia 0	Branca	Característico	Viscosidade alta
Dia 30	Branca	Alterado	Viscoso
Dia 60	Branca	Alterado	Viscoso
Dia 90	Branca	Alterado	Viscoso

Tabela 2: Características organolépticas da amostra 1 de protetor solar, armazenada na estufa, nos tempos de 0 a 90 dias.

Amostra 1 Estufa	Cor	Odor	Aspecto
Dia 0	Branca	Característico	Viscosidade alta
Dia 30	Branca	Alterado	Viscoso
Dia 60	Branca	Alterado	Viscoso
Dia 90	Branca	Alterado	Viscoso

Tabela 3: Características organolépticas da amostra 1 estufa de protetor solar, armazenada a temperatura ambiente, nos tempos de 0, 30, 60 e 90 dias.

Amostra 2	Cor	Odor	Aspecto
Dia 0	Amarelada	Aromatizado	Viscosidade alta
Dia 30	Amarelada	Aromatizado	Viscosidade alta
Dia 60	Amarelada com partículas	Aromatizado	Viscosidade alta
Dia 90	Amarelada com partículas	Aromatizado	Viscosidade alta

Tabela 4: Características organolépticas da amostra 3 de protetor solar, armazenada a temperatura ambiente, nos tempos de 0, 30, 60 e 90 dias.

Amostra 3	Cor	Odor	Aspecto
Dia 0	Branca	Característico	Viscoso
Dia 30	Branca	Alterado	Viscoso
Dia 60	Branca	Alterado	Viscoso
Dia 90	Branca	Alterado	Viscoso

Foram observadas algumas alterações durante os 90 dias de avaliação das amostras. A alteração mais observada e bem característica em todas as amostras foi a alteração do odor, exceto na amostra 2, que manteve com seu odor original por todo o processo das análises. A amostra 1 armazenada na estufa ($40 \pm 2^\circ\text{C}$) apresentou uma maior alteração de odor.

Na amostra 1, tanto no ambiente quanto na estufa, sofreram uma diminuição da viscosidade. A viscosidade em emulsões e géis de fluxo pseudoplástico, é concedida pelo envelado de macromoléculas que armazenam moléculas de água entre si. A diminuição da viscosidade pode ter ocorrido pelo aumento do tamanho do glóbulo da emulsão, consequentemente, diminuindo a viscosidade.

A amostra 2 adquiriu algumas partículas amareladas que puderam ser observadas a partir da observação do tempo 60, partículas essas que podem ser resultantes da oxidação de um dos componentes do fotoprotetor.

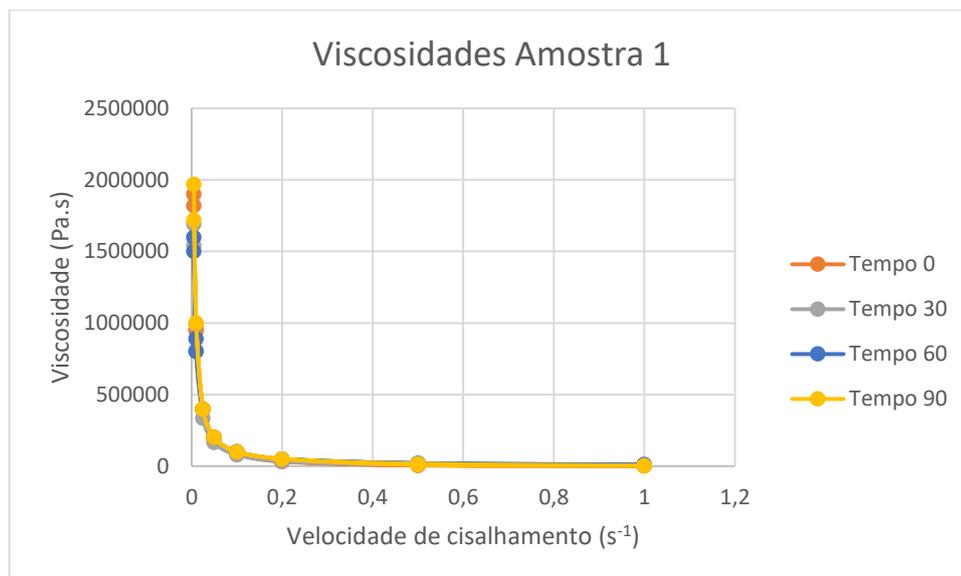
4.2) Determinação da viscosidade

Viscosidade é a resistência de um fluido ao movimento ou fluxo, quanto maior for a viscosidade, menor é sua fluidez. Ela caracteriza reologicamente um sistema⁶, indica a consistência ou fluidez de um produto e pode indicar o comportamento de um produto ao longo de um período, ou seja, sua estabilidade.

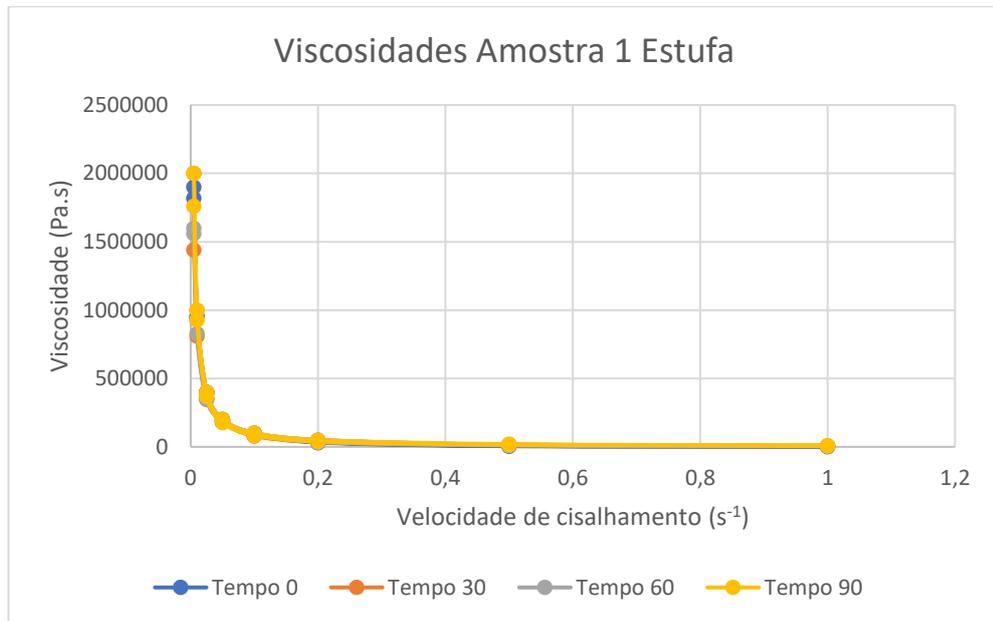
A análise das características reológicas de um fotoprotetor é importante para prever possíveis alterações, efeitos da formulação e suas características, garantindo qualidade e estabilidade para a formulação. A viscosidade em uma formulação fotoprotetora é importante para a adesão do produto e para a liberação e biodisponibilidade dos ativos na pele do consumidor para uma proteção eficaz.

O comportamento reológico das amostras de fotoprotetores pode ser observado na Figura 3. As amostras mostraram fluxo pseudoplástico, ou seja, ao com o aumento da força de cisalhamento aplicada houve uma diminuição do valor da viscosidade que é concedido pelo alinhamento das moléculas ao fluxo. Esse tipo de fluxo é desejável a formulações cosméticas pois enquanto elas estão em sua embalagem original a formulação possui uma consistência maior e, uma vez que elas estão na pele sofrendo uma força de cisalhamento, sua espalhabilidade é melhor, já que a viscosidade diminui.

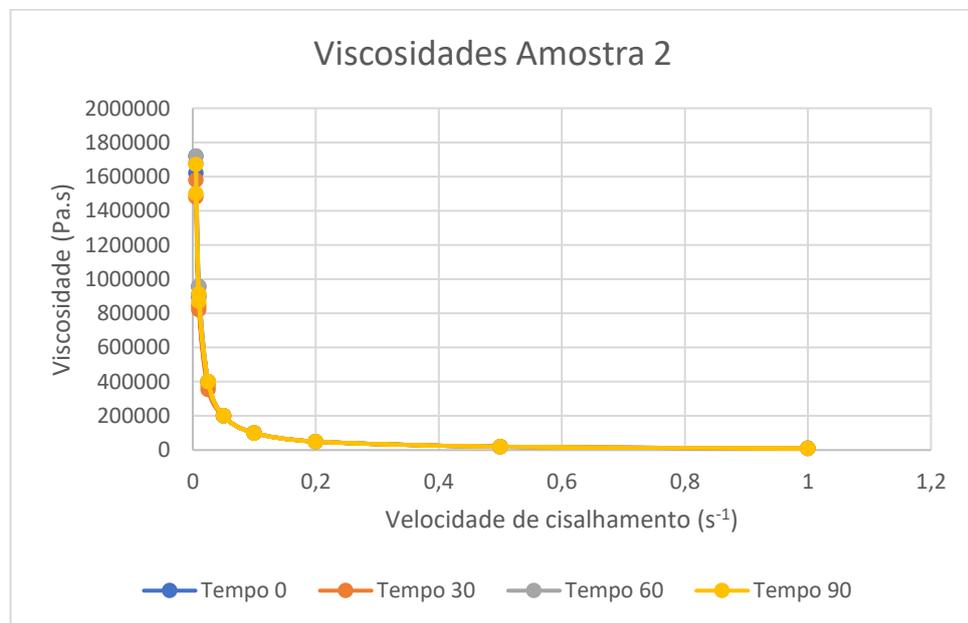
A)



B)



C)



D)

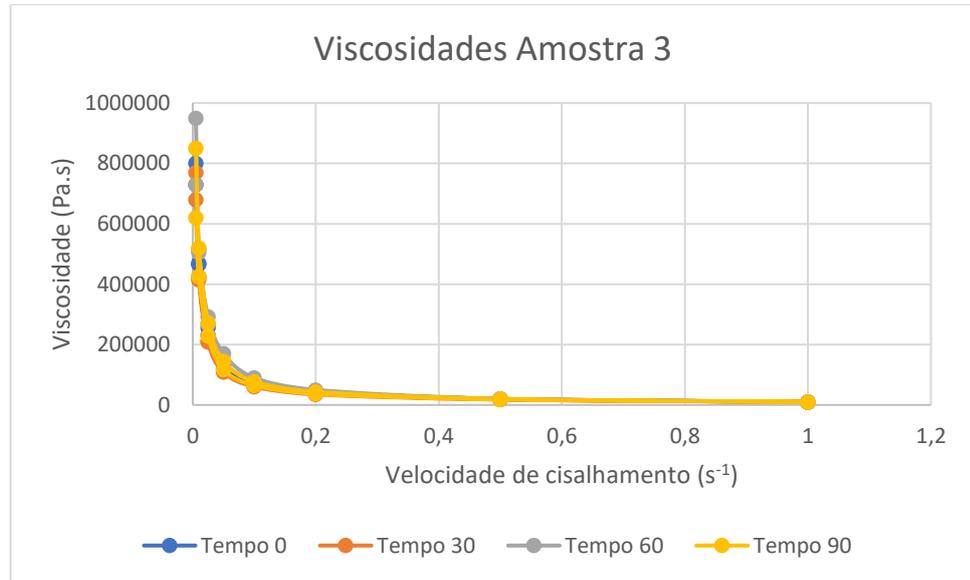


Figura 4: Comportamento reológico das amostras de protetor solar armazenadas a diferentes condições de armazenamento (temperatura ambiente e estufa) por 90 dias. A) amostra 1 armazenada a temperatura ambiente, B) amostra 1 armazenada na estufa, C) amostra 2 armazenada a temperatura ambiente e D) amostra 3 armazenada a temperatura ambiente.

Na Figura 4 podemos observar a variação da viscosidade das formulações em função das condições e tempo de armazenamento.

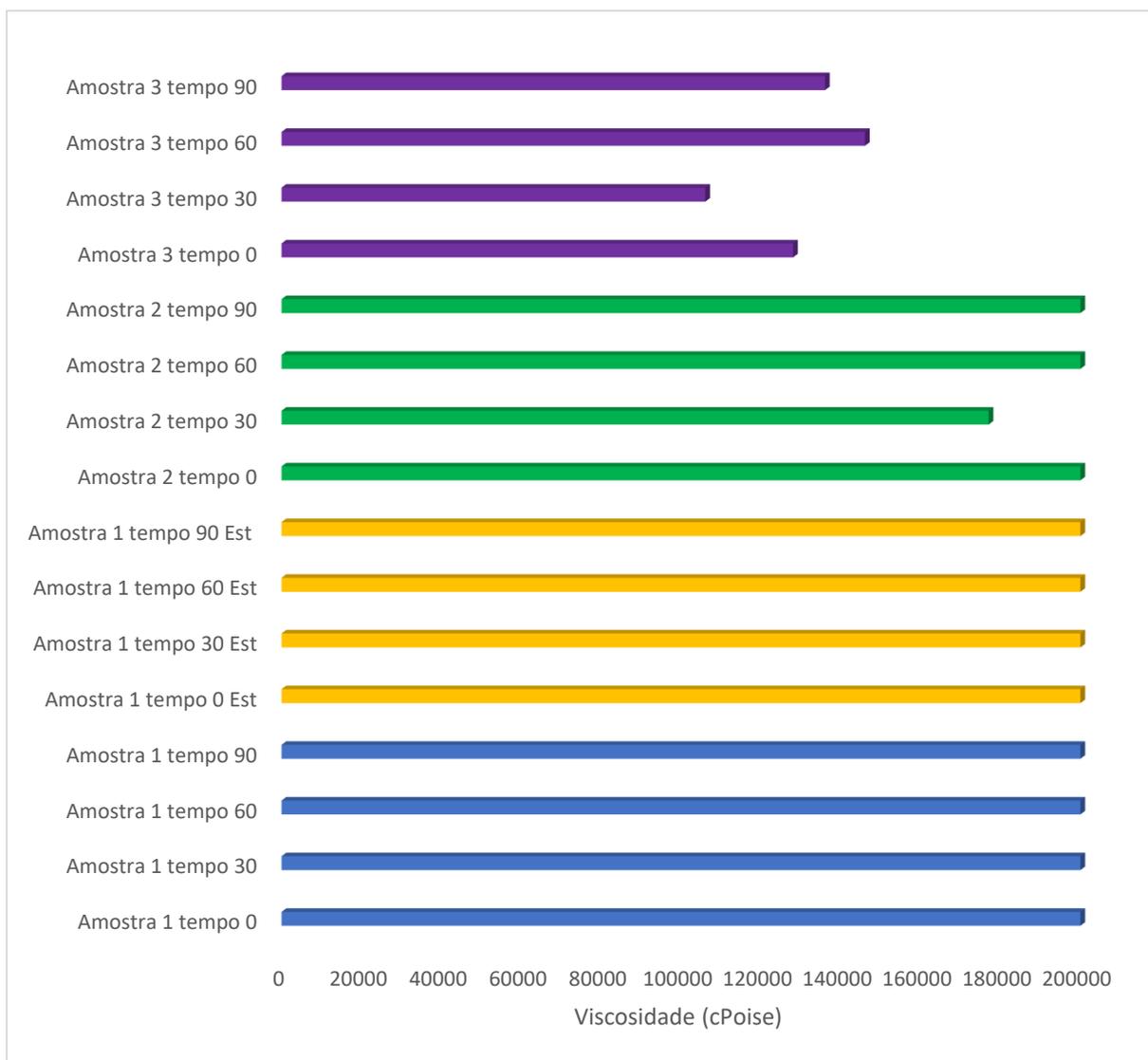


Figura 5: Variação da viscosidade das amostras de protetor solar armazenadas em diferentes condições de armazenamento por 90 dias. A viscosidade foi obtida na velocidade de cisalhamento de 1,5 rpm. Os resultados correspondem a média de duas determinações (n=2).

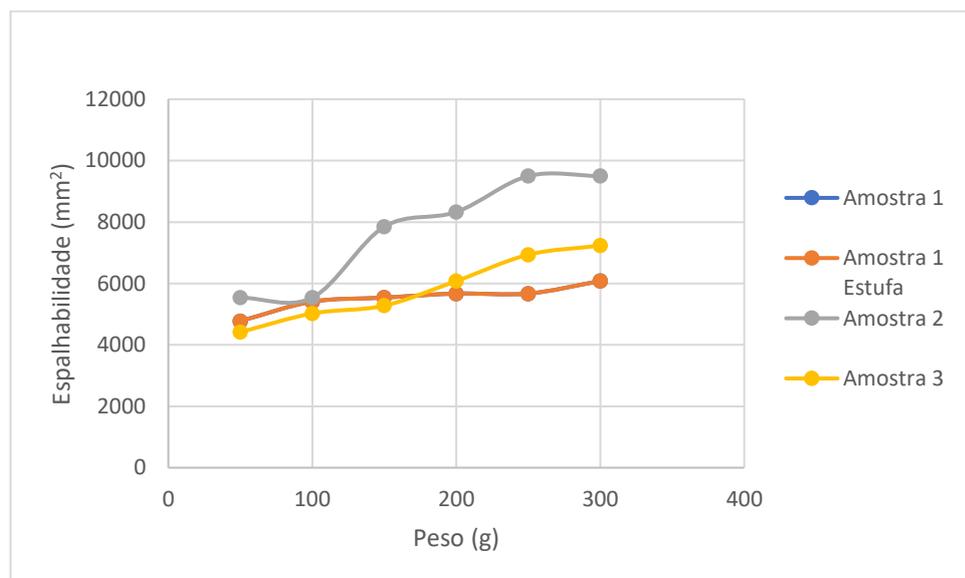
Podemos observar que não houve alteração da viscosidade para a amostra 1 armazenada na temperatura ambiente e estufa por 90 dias e para a amostra 2 armazenada na temperatura ambiente por 90 dias. Por outro lado, podemos observar um leve aumento da viscosidade para a amostra 3 armazenada na temperatura ambiente. O aumento da viscosidade em emulsões pode estar relacionado com a perda de água das formulações durante o tempo de armazenamento.

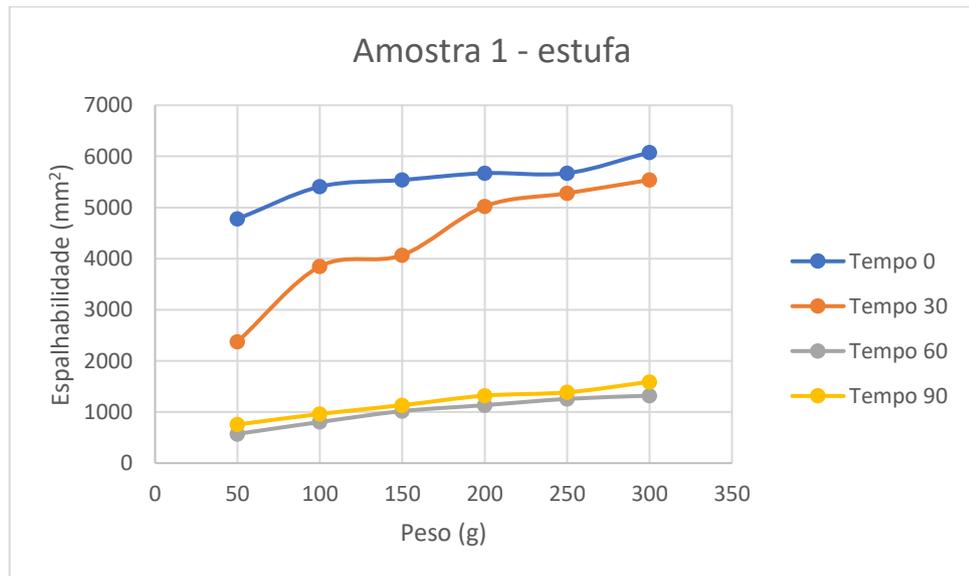
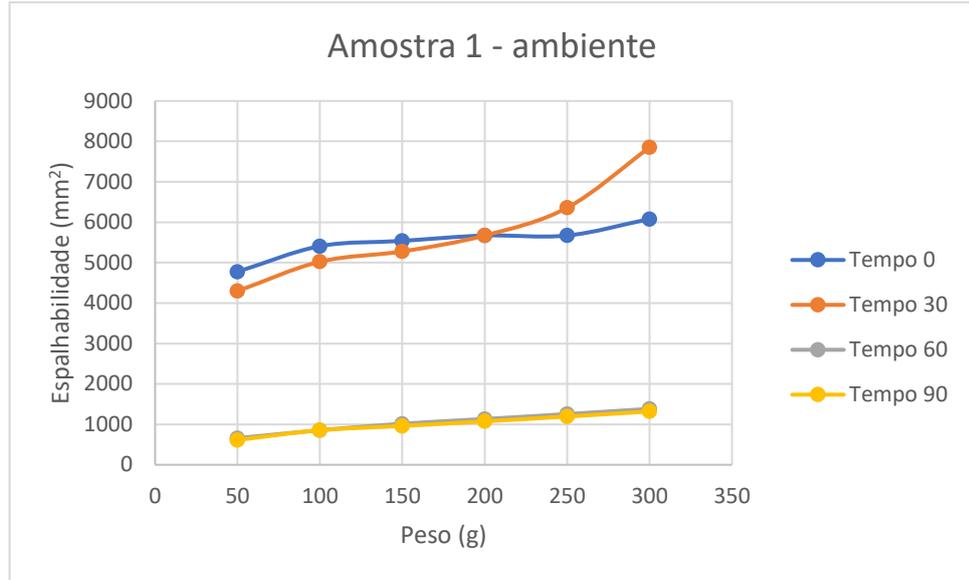
4.3) Determinação da espalhabilidade

A espalhabilidade tem como definição a expansão sobre uma superfície após um período de tempo.¹ É de suma importância para formulações cosméticas pois ela está ligada diretamente à aplicação das formulações na pele, principalmente nas formulações fotoprotetoras é a espalhabilidade que irá determinar o espalhamento dos filtros, a cobertura protetora dos filtros na pele e conseqüentemente a proteção e a garantia do FPS descrito.

Os valores de espalhabilidade obtidos para as formulações fotoprotetoras em função do peso adicionado, estão representados na Figuras 6A e revela comportamentos paralelos para estas formulações, embora a formulação 2 tenha apresentado valores de espalhabilidade significativamente superiores.

A)





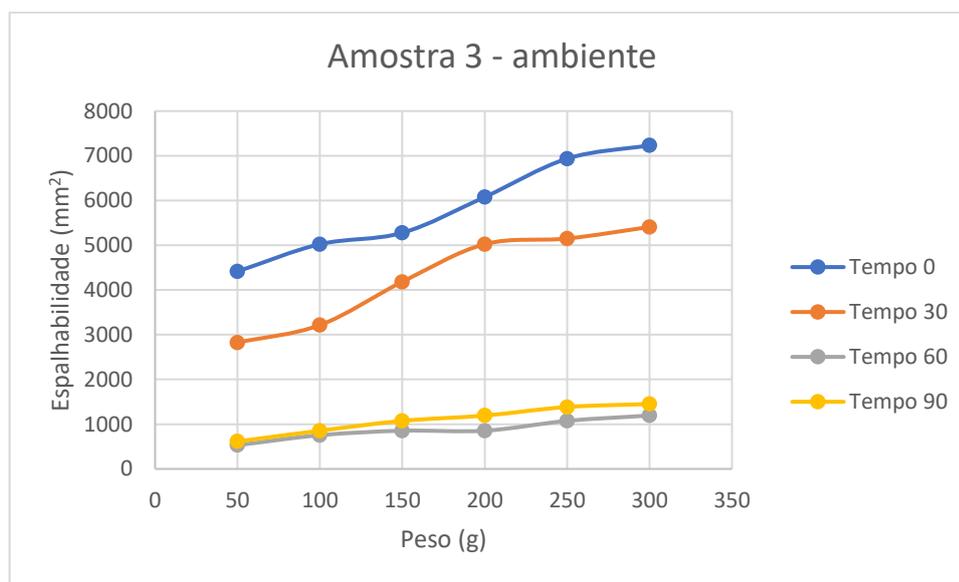
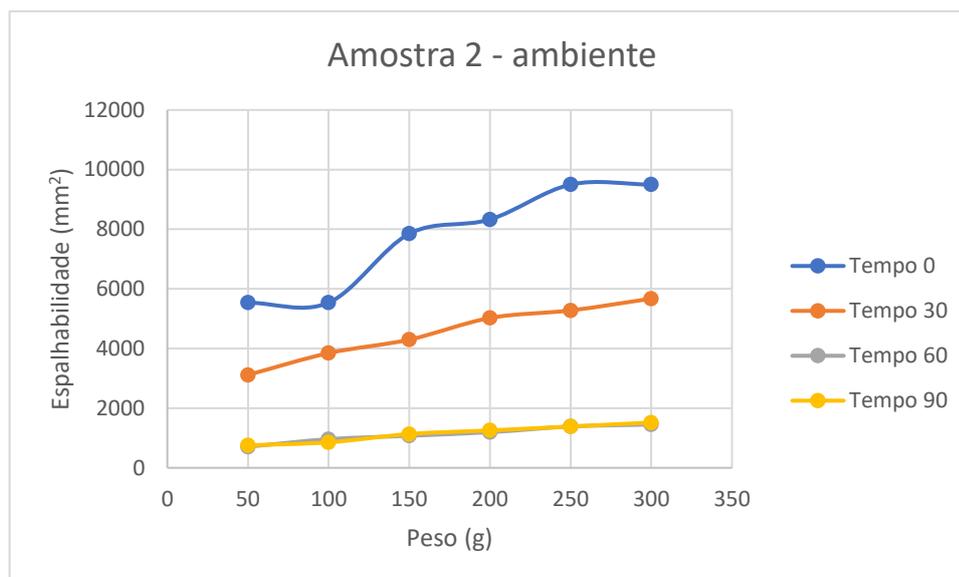


Figura 6: Variação da espalhabilidade das amostras de protetor solar armazenadas em diferentes condições de armazenamento por 90 dias.

Por outro lado, foram observadas alterações significativas ($P < 0,05$) nos perfis de espalhabilidade das formulações ao longo do estudo. A espalhabilidade da amostra 1, quando armazenada a temperatura ambiente mostrou uma diminuição significativa de 78% da espalhabilidade no 90º dia de armazenamento. O mesmo comportamento pode ser observado para a amostra 1 quando armazenada na estufa, tendo uma diminuição de 74% da espalhabilidade no tempo 90. Nas amostras 2 e 3, foram observadas diminuições na espalhabilidade de 84% e 80% no tempo 90, respectivamente

4.4) Determinação do valor de pH

Potencial hidrogeniônico, mais conhecido como pH, mede o grau de acidez, neutralidade ou alcalinidade de uma determinada solução, referindo-se à concentração de H^+ .⁷ O estudo da estabilidade dos valores de pH é importante para que as formulações cosméticas tópicas apresentem sempre o pH compatível com o da pele, pois qualquer alteração, pode causar danos e reações ao consumidor.

A Figura 7 mostra a variação do valor de pH para as amostras de fotoprotetor solar magistrais em função do armazenamento por 90 dias.

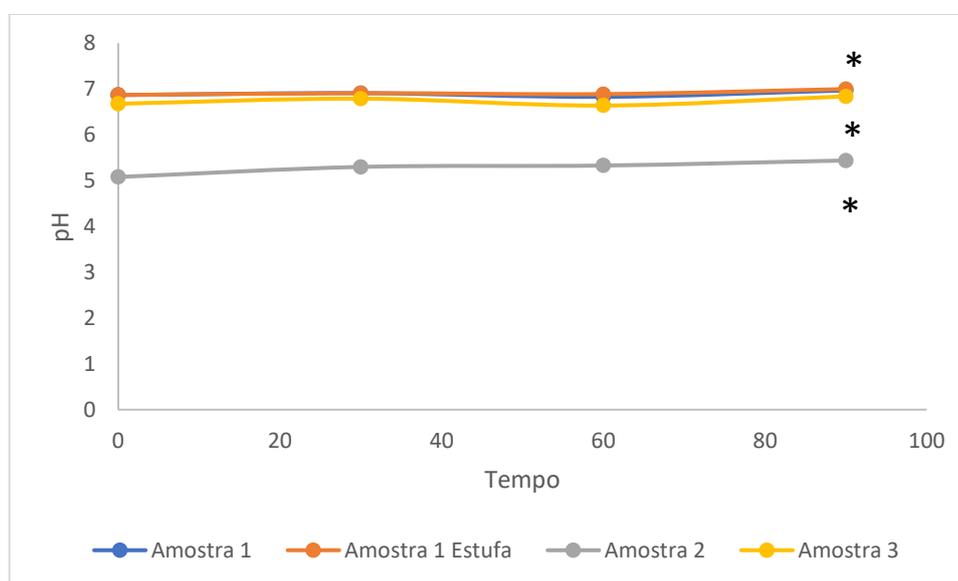


Figura 7: Valor de pH das amostras de protetor solar armazenadas em diferentes condições de armazenamento por 90 dias. * vs tempo 0.

O pH da pele se encontra entre os valores de 4,7 e 5,75. Desta forma, o ideal é que as formas farmacêuticas de aplicação tópica apresentem valores de pH semelhantes ao valor de pH da pele. No tempo 0, apenas a amostra 2 apresentou valor de pH compatível com o pH da pele. Já as demais amostras tiveram seus valores de pH próximos ao pH básico (7,0) não estando na faixa do pH fisiológico da pele.

Quando armazenadas em diferentes condições, pode-se observar uma variação estatisticamente significativa ($p < 0.05$) do valor de pH das amostras no decorrer de 90 dias de armazenamento. O aumento do valor de pH pode ter ocorrido devido a uma degradação de um

dos compostos das formulações, possivelmente os filtros solares, que alcalinizou as formulações pela liberação do grupamento hidroxila.

4.5) Determinação do valor de fator de proteção solar

O fator de proteção solar (FPS) é o principal dado para a quantificação da eficácia dos filtros solares. O método é baseado na Dose Eritematosa Mínima (DEM) da pele protegida pelo fotoprotetor e a DEM da pele não protegida, sendo a menor quantidade de energia necessária para causar eritemas na pele.⁸ É ele que vai determinar a qualidade e eficácia de um protetor solar juntamente com suas características físico-químicas.

Uma das metodologias, foi desenvolvida pela *Food and Drugs Administration (FDA)*. Nela, FPS é avaliado através da média do FPS alcançado a partir da aplicação do produto nas costas de 20 voluntários, e estes devem ser expostos a uma fonte de luz artificial (simulando a radiação solar). A média final obtida não pode ser inferior ao FPS que consta na embalagem do produto e a variação de 20 amostras obtidas não pode ser maior que 5%. Outra metodologia usada foi desenvolvida pela *European Cosmetics Association*, e neste método aplica-se o produto em um determinado número de voluntários (no mínimo 10 e no máximo 20) e os expõe à fonte de luz artificial. Como na metodologia do FDA, o FPS é obtido a partir da média dessas medições. Os critérios para a aprovação do produto permitem $\pm 20\%$ de variação em relação ao FPS declarado.³

As metodologias já citadas são complexas, caras e demoradas para serem realizadas, portanto foram desenvolvidos métodos *in vitro* baseados nas características absorptivas e refletoras dos filtros solares. Um dos métodos mais empregados foi desenvolvido por Mansur et al. em 1986 que permite determinar o valor de FPS por espectrofotometria, utilizando a região UV, de maneira rápida e eficaz.³

Em formulações magistrais, esses testes são importantes para garantia do valor de FPS e a qualidade do produto, já que os mesmos podem se alterar dependendo dos componentes de sua formulação, do veículo usado, assim como a espessura e uniformidade do filme formado na pele.

Podemos observar na Figura 8 a variação do valor de FPS das formulações fotoprotetoras magistrais em função do armazenamento por 90 dias

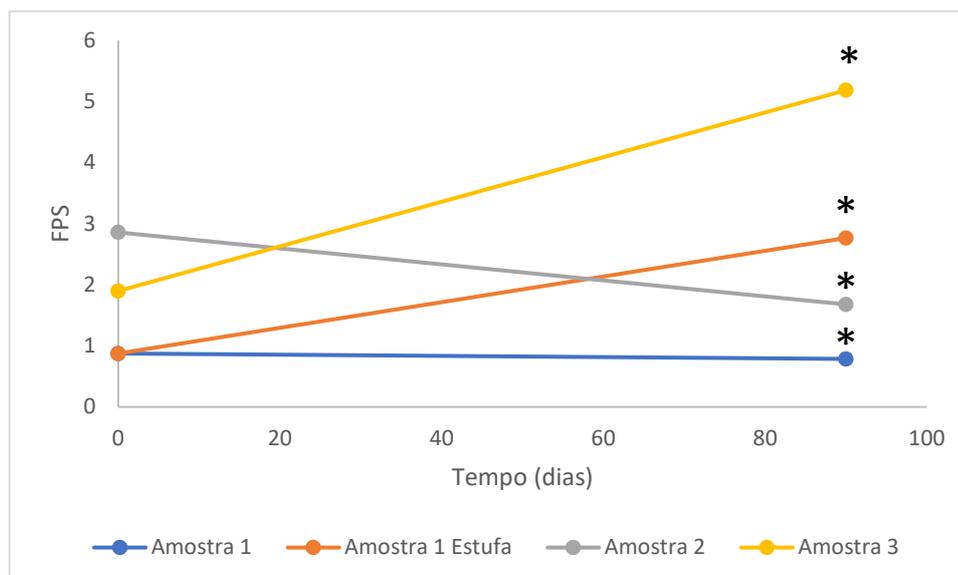


Figura 8: Variação do FPS de protetores solares armazenados em diferentes condições de armazenamento por 90 dias. * vs tempo 0.

O valor declarado pelas farmácias magistrais nos fotoprotetores analisados foi de FPS 30. Como pode ser observado na Figura 7, os valores não chegaram nem a 20% do valor declarado. Vários fatores podem ter interferido para a obtenção destes resultados, como o veículo usado, os componentes da formulação, assim como foi citado anteriormente. Testes comparativos não puderam ser realizados, uma vez que as farmácias magistrais não declararam a composição das formulações, em relação aos filtros solares, em seus rótulos. Ainda, o método *in vitro* quantifica apenas os filtros químicos, e não os filtros físicos presentes na formulação. Diante disso, foi analisado a estabilidade, ou seja, a variação do valor de FPS obtido no teste de determinação *in vitro* em função das condições de armazenamento.

Pode-se observar que as amostras, 1 quando armazenada na estufa e amostra 3 armazenada a temperatura ambiente, mostraram um aumento de 216% e 173% no valor de FPS, respectivamente. Por outro lado, as amostras 1 e 2, armazenadas a temperatura ambiente mostraram uma diminuição de 10% e 41% no valor de FPS após 90 dias de armazenamento, respectivamente. Essa variação no valor de FPS pode ser atribuída a uma interação entre os componentes das formulações ou a degradação destes dos componentes, incluindo os filtros solares que muitas vezes se apresentam instáveis a maiores temperaturas. Nenhum dos produtos adquiridos para o estudo continham as informações sobre a composição de suas formulações em seus rótulos, não possibilitando assim, um estudo mais conclusivo das causas.

5) CONCLUSÃO

Todas as amostras apresentaram alterações tanto nas características organolépticas quanto nas características físico-químicas que comprometem a eficácia dos filtros solares, durante os 90 dias de armazenamento. No entanto, as maiores alterações ocorreram com as formulações 2 e 3 armazenadas à temperatura ambiente. Isso mostra a importância do controle de qualidade nas farmácias magistrais para que elas possam oferecer um produto de qualidade, seguro e eficaz aos seus clientes.

6) REFERÊNCIAS

- 1- BORGHETTI, Greice Stefani. KNORST, Miriam Teresinha. **Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física de loções O/A contendo filtros solares.** Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas, v. 42, n.4, ou/dez., 2006. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/rbcf/v42n4/a08v42n4.pdf> > Acesso em: 29 jun. 2019.
- 2- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. (ANVISA). **Resolução da Diretoria Colegiada - RDC nº 30**, de 1 junho de 2012. Disponível em: < http://portal.anvisa.gov.br/documents/10181/3134554/RDC_30_2012_.pdf/c600a91b-f20f-40f9-9c0c-28724725bb21 >. Acesso em: 29 jun. 2019.
- 3- FERREIRA, Fabiana Sari et al. **Avaliação *in vitro* do fator de proteção solar de protetores solares manipulados em um município do Paraná.** Boletim Informativo Geum, v. 8, n. 2, p. 8-15, abr./jun., 2017. Disponível em: < <https://ojs.ufpi.br/index.php/geum/article/view/5983/3872> >. Acesso em: 19 fev. 2019.
- 4- ROGGIA, Isabel et al. **Validação de metodologia analítica para a determinação de benzofenona-3 nanoencapsulada incorporada em creme gel e estudo da estabilidade físico química.** Rev Ciênc Farm Básica Apl. V.35(2), p.223-232, 2014. Disponível em: < http://serv-bib.fcfar.unesp.br/seer/index.php/Cien_Farm/article/view/2898/2898 >. Acesso em: 14 mar. 2019.
- 5- LAGATTA, M.A.S; KLEIN, T. **Avaliação da estabilidade físico-química de filtros solares em gel manipulados na cidade de Ponta Grossa PR.** Visão Acadêmica, Curitiba, v.16, n. 4, Out. – Dez.,2015. Disponível em: < <https://revistas.ufpr.br/academica/article/view/44073/27964> >. Acesso em: 29 jun. 2019.
- 6- Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos** / Agência Nacional de Vigilância Sanitária. -- 1. ed. -- Brasília: ANVISA, 2004. 52 p.

- 7- CRUZ, Isa, LORENZO, Joana, MAGANO, Sandra. **Determinação do pH de diversas substâncias.** Disponível em: < <http://www.cienciaviva.pt/estagios/jovens/ocjf2005/isel/pH.pdf> >. Acesso em: 31 out. de 2019.
- 8- SCHALKA, S.; REIS, V. M. S. **Fator de proteção solar:** significado e controvérsias. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/abd/v86n3/v86n3a13.pdf> >. Acesso em: 29 jun. de 2019.
- 9- SOUZA, Carla. **Desenvolvimento e avaliação da eficácia clínica de fotoprotetores com ação em toda a região do espectro solar.** Ribeirão Preto, 2016. Disponível em: < https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/60/60137/tde-12122016-152647/publico/Tese_simplificada_corrigida.pdf >. Acesso em: 11 fev. 2019.
- 10- CIMM. **Definição – O que é viscosidade.** Disponível em: < <https://www.cimm.com.br/portal/verbetes/exibir/496-viscosidade> >. Acesso em: 31 out. de 2019.
- 11- OMEL. **Viscosidade.** Disponível em: < <http://www.omel.com.br/artigos-tecnicos/escola-de-bombas/artigos-tecnicos/viscosidade/> >. Acesso em: 31 out. de 2019.
- 12- FOGAÇA, Jennifer Rocha Vargas Fogaça. **Conceito de pH.** Disponível em: < <https://www.manualdaquimica.com/fisico-quimica/conceito-ph.htm> >. Acesso em: 31 out. de 2019.
- 13- MAHMOOD, Tariq et al . Fabrication, physicochemical characterization and preliminary efficacy evaluation of a W/O/W multiple emulsion loaded with 5% green tea extract. **Braz. J. Pharm. Sci.**, São Paulo , v. 49, n. 2, p. 341-349, June 2013 . Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1984-82502013000200016&lng=en&nrm=iso>. Acesso em: 21 nov. de 2019.

14- KIM, Joaquim Yuji Usukura. Degradação de filtros solares selecionados, ureia e desinfecção de água de piscina por fotoeletrocatalise combinada com ozonização.

Disponível em: <
[https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/153461/kim_jyu_me_araiq_int.pdf](https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/153461/kim_jyu_me_araiq_int.pdf?sequence=3)
>. Acesso em: 21 de nov. de 2019.

15- SANTOS, Vinícius Machado. Preparação de filtros solares em nanosistema visando à maior ação protetora. Disponível em: < <http://objdig.ufrj.br/59/teses/683057.pdf> >.

Acesso em: 21 de nov. de 2019.