

UNIVERSIDADE DO ESTADO DO AMAZONAS
ESCOLA SUPERIOR DE TECNOLOGIA
CURSO ENGENHARIA QUÍMICA

ANA BEATRIZ FONTENELLE RIBEIRO

ESTUDO DA ESTABILIDADE DE EMULSÃO COSMÉTICA
CONTENDO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL (*Bertholletia excelsa*)

MANAUS

2023

ANA BEATRIZ FONTENELLE RIBEIRO

**ESTUDO DA ESTABILIDADE DE EMULSÃO COSMÉTICA
CONTENDO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL (*Bertholletia excelsa*)**

**Monografia apresentada ao Curso de Graduação
em Engenharia Química da Escola Superior de
Tecnologia da Universidade do Estado do
Amazonas, para obtenção do título de Bacharel
em Engenharia Química.**

Orientador: Profa. Dra. Patrícia Melchionna Albuquerque

Coorientador: Prof. Dr. Geverson Façanha da Silva

MANAUS

2023

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Sistema Integrado de Bibliotecas da Universidade do Estado do Amazonas.

A532ee Ribeiro, Ana Beatriz Fontenelle
ESTUDO DA ESTABILIDADE DE EMULSÃO
COSMÉTICA CONTENDO ÓLEO DE CASTANHA-DO
BRASIL (*Bertholletia excelsa*) / Ana Beatriz Fontenelle
Ribeiro. Manaus : [s.n], 2023.
59 f.: color.; 297 cm.

TCC - Graduação em Engenharia Química -
Universidade do Estado do Amazonas, Manaus, 2023.
Inclui bibliografia
Orientador: Albuquerque, Patrícia Melchionna
Coorientador: Silva, Geverson Façanha da

1. Cosmetologia. 2. EHL. 3. Tensoativo. 4.
Agitação. 5. Estabilidade. I. Albuquerque, Patrícia
Melchionna (Orient.). II. Silva, Geverson Façanha da
(Coorient.). III. Universidade do Estado do Amazonas. IV.
ESTUDO DA ESTABILIDADE DE EMULSÃO
COSMÉTICA CONTENDO ÓLEO DE CASTANHA-DO
BRASIL (*Bertholletia excelsa*)

ANA BEATRIZ FONTENELLE RIBEIRO

**ESTUDO DA ESTABILIDADE DE EMULSÃO COSMÉTICA
CONTENDO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL (*Bertholletia excelsa*)**

**Monografia de Conclusão de Curso para obtenção do título de Engenheiro,
Habilitação em Engenharia Química – Escola Superior de Tecnologia, Universidade do
Estado do Amazonas**

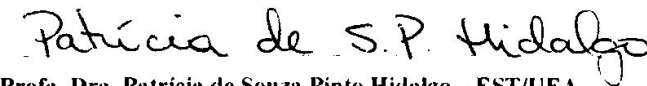
Banca Examinadora:



Profa. Dra. Patricia Melchionna Albuquerque – Orientadora



MSc. Edson Queiroz da Fonseca Junior – Centro Universitário do Norte



Profa. Dra. Patricia de Souza Pinto Hidalgo – EST/UEA

Conceito:

Manaus, 20 de março de 2023.

AGRADECIMENTOS

À minha mãe Maria do Socorro Facundes Fontenelle e madrinha Maria Lúcia Santos da Silva por todo amor e apoio durante o período de graduação, ou melhor, durante a minha vida inteira. Obrigada por sempre me incentivarem a investir no meu conhecimento e nos meus sonhos. Se estou onde estou, foi pela força e batalha das duas mediante minha criação.

À minha irmã de coração Eduarda Regis por ser o meu porto seguro. É extremamente gratificante compartilhar a vida com você e poder estar perto da sua graça e luz. És inspiração pessoal e profissional e espero que a vida te retorne nem que seja 1% do amor que emana diariamente.

À minha amiga e companheira de graduação Thaysa Mendes por sempre me acompanhar em todos os momentos, sejam eles os mais tranquilos e felizes ou os mais complexos e hesitantes. Sem a sua amizade, não sei o que seria de mim. Obrigada por todo carinho e auxílio durante esses 5 anos de desafios que vivemos.

Aos cavalheiros Cayo Henrique Toledo e Guilherme Brasil, por todas as risadas, lágrimas e conversas existenciais que tivemos. Obrigada pela troca de conhecimentos e pelo cuidado que tiveram comigo. Espero que eu tenha agregado na história de vocês o tanto quanto vocês agregaram na minha.

Aos amigos Laura Sobral, Lais Cristina e Antônio Braga pela convivência ao longo desses anos. Que a vida nos deixe em contato e que o sucesso sempre esteja nos acompanhando. Conheço o coração de cada um e só tenho a agradecer pelo quão a vida foi mais leve com as suas respectivas presenças.

Às companheiras de laboratório Dâmárys Farias, Natália D'Ambros e Sabrina Evelly, por todo auxílio técnico para a realização deste trabalho. Obrigada pelo acolhimento e pelos ensinamentos.

À Maria Tereza Pérez pelo super auxílio com as análises reológicas da emulsão tomada como a mais estável. Muito obrigada pelo seu suporte em um curto espaço de tempo.

Ao meu coorientador Geversson Façanha pelo auxílio mediante ao estudo teórico e prático do tema de um trabalho tão marcante na minha vida profissional.

À minha orientadora Patrícia Melchionna Albuquerque pelo acompanhamento na minha jornada científica desde os programas de iniciação, de onde resultaram trabalhos de impacto na área da microbiologia, até ao trabalho de graduação, que consta entre os primeiros trabalhos

cosmetológicos dentro do grupo de Química Aplicada à Tecnologia (QAT). Obrigada por todos os ensinamentos e por ser uma inspiração de mulher e profissional.

À Universidade do Estado do Amazonas (UEA) e à Escola Superior de Tecnologia (EST) pelo abrigo mediante ao início da minha jornada profissional. Gratidão pela estrutura disponível para realização deste trabalho, além da aquisição de todo um viés teórico e prático referente a Engenharia Química e à resiliência, instigando a presença crescente e constante das mulheres dentro da Ciência.

*“Você pode sonhar, criar, desenhar e
construir o lugar mais maravilhoso do mundo.
Mas é necessário ter pessoas para transformá-
lo em realidade.”*

Walt Disney.

RESUMO

Mediante a busca pela beleza que acompanha gerações, o cenário atual de destaque da indústria dos fitocosméticos está focado em criar bioprodutos multifuncionais e de efeito direto a partir de matérias-primas advindas de plantas. Nesse contexto, o presente trabalho possui o objetivo de avaliar a estabilidade de emulsões cosméticas elaboradas com o óleo de castanha-do-brasil, de maneira a caracterizar o óleo, determinar o seu valor de equilíbrio hidrofílico-lipofílico (EHL), analisar a influência do método de agitação para a formação da emulsão mais estável e realizar os testes de estabilidade preliminar na emulsão selecionada, aferindo seus parâmetros organolépticos e físico-químicos. O óleo de castanha-do-brasil utilizado no presente trabalho foi concedido pela empresa D'Amazônia Origens. O óleo foi caracterizado e seu EHL foi determinado a partir da utilização dos surfactantes Span 60® e Tween 80®. As emulsões foram desenvolvidas pelo método de inversão de fases, enquanto a análise da influência da agitação utilizou dois tipos de agitadores com diferentes velocidades de rotação para definir comparativamente a emulsão mais estável a ser levada aos testes de estabilidade preliminar determinados pela ANVISA. O EHL encontrado para o referido óleo foi de 4,7, onde a formulação tomada como mais estável contava com 5 g de Span 60®, sem Tween 80®. Já em relação ao experimento de influência da agitação, notou-se a maior estabilidade da emulsão formulada a 4000 rpm utilizando o agitador de alto cisalhamento do tipo Turrax, o que foi observado mediante a análise microscópica, com gotículas de formação regular e distribuição mais homogênea. Além disso, a emulsão tomada como mais estável contendo óleo de castanha-do-brasil apresentou resultados satisfatórios nos testes de estabilidade preliminar, com pequenas variações organolépticas. Físico-quimicamente, a emulsão deverá passar por novos estudos relacionados à estabilização de seu pH e da sua condutividade. Além disso, mediante análise reológica da formulação obtida após 15 dias, foi possível caracterizar a emulsão como um líquido não-newtoniano. A formulação não apresentou comportamento tixotrópico, o que pode influenciar o perfil de liberação de ativos. Assim, a emulsão selecionada serve de base para futuros trabalhos mais focados em suas propriedades cosméticas e reológicas, visando o desenvolvimento de bioprodutos amazônicos de valor comercial.

Palavras-chave: Cosmetologia. EHL. Tensoativo. Agitação. Estabilidade.

ABSTRACT

Through the search for beauty that accompanies generations, the current scenario that stands out in the phytocosmetics industry is focused on creating multifunctional bioproducts with a direct effect from raw materials derived from plants. In this context, the present work has the objective of evaluating the stability of cosmetic emulsions elaborated with Brazil nut oil, in order to characterize the oil, determine its hydrophilic-lipophilic balance (HLB) value, analyze the agitation method influence in the formation of the most stable emulsion and to carry out preliminary stability tests on the selected emulsion, measuring its organoleptic and physico-chemical parameters. The Brazil nut oil used in this work was provided by the company D'Amazônia Origens. The oil was characterized and its EHL was determined from the use of surfactants Span 60® and Tween 80®. The emulsions were developed by the phase inversion method, while the analysis of the agitation method influence used two types of stirrers with different rotation speeds, to comparatively define the most stable emulsion to be taken to the preliminary stability tests determined by ANVISA. The EHL found for Brazil nut oil was 4.7, where the formulation had 5 g of Span 60®, without Tween 80®. In relation to the influence of the agitation method, it was noticed the greater stability of the emulsion formulated at 4000 rpm using the high shear agitator of the Turrax type, which was observed through the microscopic analysis, with droplets of regular formation and more homogeneous distribution. In addition, the emulsion taken as the more stable containing Brazil nut oil showed satisfactory results in the preliminary stability tests, with small organoleptic variations. Physico-chemically, the emulsion must undergo further studies related to the stabilization of its pH and its conductivity. Also, through rheological analysis of the formulation obtained after 15 days, it was possible to characterize the emulsion as a non-Newtonian liquid. The formulation did not present a thixotropic behavior, which could influence the profile of actives release. Therefore, the selected emulsion serves as the basis for future work more focused on its cosmetic and rheological properties, aiming at the development of Amazonian bioproducts of commercial value.

Key words: Cosmetology. EHL. Surfactant. Agitation. Stability.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Castanha-do-brasil (<i>Bertholletia excelsa</i>).....	19
Figura 2 – Tipos de Emulsões.....	21
Figura 3 – Esquema estrutural de um tensoativo.	22
Figura 4 – Agitador de alto cisalhamento.	26
Figura 5 – Geometria de turbinas de agitadores de alto cisalhamento.....	27
Figura 6 – Agitador de pás axiais.....	27
Figura 7 – Fatores extrínsecos e intrínsecos relacionados à estabilidade de cosméticos.....	28
Figura 8 – Mecanismos de instabilidade das emulsões: cremeação/sedimentação (a), floculação (b), inversão de fase (c), coalescência (d) e amadurecimento de Ostwald (e).	29
Figura 9 – Fluxograma da metodologia utilizada no presente trabalho.	31
Figura 10 – Análise visual das emulsões preparadas com óleo de castanha-do-brasil para determinação do equilíbrio hidrofílico-lipofílico (EHL).	42
Figura 11 – Influência da agitação na estabilidade das emulsões após teste de centrifugação. Amostras de 1 a 4 foram obtidas com o agitador mecânico em diferentes velocidades: 500 rpm (1.1 e 1.2); 1000 rpm (2.1 e 2.2); 1500 rpm (3.1 e 3.2); e 2000 rpm (4.1 e 4.2). Amostras de 1 a 8 foram obtidas com o agitador de alto cisalhamento em diferentes velocidades: 2000 rpm (5.1 e 5.1); 4000 rpm (6.1 e 6.2); 6000 rpm (7.1 e 7.2); e 8000 rpm (8.1 e 8.2).	44
Figura 12 – Estado microscópico das emulsões formuladas com óleo de castanha-do-brasil. Indicado de azul as amostras de 1 a 4, obtidas a partir do agitador mecânico e de verde as amostras de 5 a 8, obtidas com o agitador de alto cisalhamento, em diferentes velocidades..	45
Figura 13 – Alíquotas centrifugadas das emulsões contendo óleo de castanha-do-brasil após os testes de estabilidade preliminar.	49
Figura 14 – Viscosidade da emulsão contendo óleo de castanha-do-brasil, após 15 dias de formulação, em função da taxa de cisalhamento.....	50

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação do tensoativo quanto ao Equilíbrio Hidrofílico-Lipofílico (EHL). ..	24
Tabela 2 - Concentrações de tensoativos a serem avaliadas para a determinação do EHL da emulsão formulada com óleo de castanha-do-brasil.	35
Tabela 3 – Resultados da caracterização do óleo de castanha-do-brasil rançoso.	40
Tabela 4 - Relação entre o valor de EHL e a aplicação das misturas tensoativas.....	43
Tabela 5 - Análise organoléptica das emulsões.	47
Tabela 6 - Análise dos parâmetros físico-químicos das emulsões contendo óleo de castanha-do-brasil. Letras iguais indicam que não há diferença estatística da amostra quando comparada ao seu controle, mediante o teste de Tukey ($p < 0,05$).	48

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

ABIHPEC	Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
A/O	Água em óleo
A/O/A	Água em óleo em água
DAP	Diâmetro à altura do peito
HCl	Ácido Clorídrico
EHL	Equilíbrio Hidrofílico-Lipofílico
(EHL) _i	Valor do equilíbrio individual do composto <i>i</i>
KI	Iodeto de Potássio
KOH	Hidróxido de Potássio
NaOH	Hidróxido de Sódio
O/A	Óleo em água
(p/p)	Peso por peso
(v/v)	Volume por volume
(m/v)	Massa por volume
®	Marca Registrada
g	Gramas
mL	Mililitros
M	Molar
N	Normal
°C	Graus Celsius
rpm	Rotação por minuto
±	Mais ou menos
meq/kg	Miliequivalente por quilograma

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
2.1 A INDÚSTRIA DOS COSMÉTICOS NO BRASIL	16
2.2 COSMÉTICOS NATURAIS	17
2.2.1 Lipídios na Cosmetologia	18
2.2.2 Óleo de Castanha-do-brasil	18
2.3 EMULSÕES COSMÉTICAS	20
2.3.1 Tipos de Emulsões	20
2.3.2 Tensoativos	21
2.3.2.1 <i>Equilíbrio Hidrofílico-Lipofílico (EHL)</i>	23
2.3.3 Homogeneização de Sistemas Emulsionados	25
2.3.3.1 <i>Agitação mecânica</i>	26
2.3.4 Estabilidade das Emulsões	27
2.3.5 Testes de Estabilidade Preliminar	30
3 MATERIAIS E MÉTODOS	31
3.1 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL	31
3.1.1 Índice de Acidez	32
3.1.2 Índice de Saponificação	32
3.1.3 Índice de Peróxidos	33
3.1.4 Índice de Refração	34
3.2 PREPARO DAS EMULSÕES.....	34
3.3 DETERMINAÇÃO DO EQUILÍBRIO HIDROFÍLICO-LIPOFÍLICO (EHL)	34
3.4 INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO	35
3.4.1 Análise Microscópica das Emulsões	36
3.5 PARÂMETROS ORGANOLÉPTICOS E FÍSICO-QUÍMICOS.....	36
3.5.1 Parâmetros Organolépticos	37
3.5.2 Parâmetros Físico-Químicos	37
3.5.2.1 <i>Aferição do pH</i>	37
3.5.2.2 <i>Aferição da Densidade Relativa</i>	37
3.5.2.3 <i>Aferição da Condutividade Elétrica</i>	37

3.5.2.4 <i>Análise da Viscosidade</i>	38
3.6 TESTES DE ESTABILIDADE PRELIMINAR.....	38
3.6.1 Teste de Centrifugação	38
3.6.2 Estresse Térmico	39
3.6.3 Ciclo Gela-Degela	39
3.6.4 Teste de Fotoperíodo	39
3.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA	39
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	40
4.1 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL	40
4.2 DETERMINAÇÃO DO EHL DO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL	41
4.3 DETERMINAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO NA FORMAÇÃO DA EMULSÃO DE ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL.....	43
4.4 TESTES DE ESTABILIDADE PRELIMINAR.....	46
4.4.1 Análise organoléptica das emulsões	46
4.4.2 Análise físico química das emulsões	47
5 CONCLUSÃO	51
REFERÊNCIAS	52

1 INTRODUÇÃO

De acordo com a Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos, um dos setores industriais que mais cresce na atualidade é a indústria de cosméticos (ABIHPEC, 2022). Com um mercado de aproximadamente US\$ 23 milhões, a indústria de cosméticos brasileira se destaca em 4º lugar do ranking de países com maior mercado na área. Em decorrência desse crescimento, sua tecnologia tende a seguir um rumo mais sustentável, absorvendo inovações para o melhor aproveitamento de seus produtos pelo consumidor, dadas dimensões racionais e emocionais relacionadas ao consumo responsável (VENKATARAMANI *et al.*, 2020; SOUZA, 2022).

Levando em conta esses critérios e visando produzir um bom produto, o mercado procura utilizar matérias-primas advindas de plantas com ativos de qualidade, criando bioprodutos multifuncionais e de efeito direto. Dentre os insumos de maior destaque na indústria dos fitocosméticos, estão os óleos vegetais, por possibilitarem um desempenho funcional e sensorial desejado ao produto fabricado (HARHAUN *et al.*, 2020).

Os óleos vegetais são compostos principalmente por triacilgliceróis e apresentam inúmeras propriedades advindas do transporte de vitaminas lipossolúveis, como a E e A. A vitamina E, por exemplo, atua na prevenção do envelhecimento celular e no tratamento da aterosclerose, enquanto a A é conhecida por suas características antioxidantes e anti-inflamatórias, além da manutenção do sistema imunológico e renovação celular (SOUZA, 2022). Um dos óleos mais valorizados no mercado de produtos naturais, apesar de advir de uma semente de casca extremamente rígida e rugosa, é o óleo de castanha-do-brasil (FREITAS *et al.*, 2007).

A castanha-do-brasil (*Bertholletia excelsa*) possui diversas funcionalidades. A vitamina E presente no óleo da castanha, por exemplo, quando associada a compostos fenólicos do próprio óleo, induz um efeito preventivo a doenças coronárias e até mesmo a alguns tipos de câncer (PACHECO e SCUSSEL, 2007; PENA MUNIZ, 2015). O óleo de castanha-do-brasil pode ser caracterizado quanto às suas propriedades organolépticas, sendo levemente amarelado, com um odor suave característico, atributos que o tornam interessante para formulação de emulsões cosméticas (LIMA, 2010; CARVALHO *et al.*, 2022).

As emulsões são sistemas formados por uma base de duas fases líquidas imiscíveis ou parcialmente miscíveis, onde uma está dispersa na outra em gotículas finas, dependendo da

adição de um tensoativo para tornar sua aparência homogênea (KNOWLTON, 2000; MORAIS, 2008; REBELLO, 2016). Tal sistema possui um fator de flexibilidade altíssimo à sua formulação graças à mistura de polaridades presente nele, além de utilizar a água como fase polar e traçar uma rota plausível entre entregar um bom produto a um baixo custo para diversos setores da indústria (KNOWLTON, 2000; MYERS, 2020). Alguns dos ramos industriais que utilizam tais sistemas emulsionados são o alimentício, têxtil, agrícola, farmacológico e cosmético (MYERS, 2020; TESSARO, 2020).

As substâncias utilizadas para diminuir a tensão superficial dos sistemas emulsionados são os tensoativos, que estabilizam o sistema cineticamente (TESSARO, 2020). De acordo com o equilíbrio entre as regiões hidrofílicas e lipofílicas de suas moléculas, os tensoativos foram empiricamente e numericamente classificados por meio do equilíbrio hidrofílico-lipofílico (EHL). Tal variável é crucial no processo de escolha do tensoativo adequado para qualquer emulsão, visto que permite a escolha assertiva e racional do mesmo com base em sua natureza e direciona a busca pela melhor estabilidade da composição em questão (ZANIN *et al.*, 2002; PIANOVSKI, 2008).

Além da escolha do surfactante adequado, outro parâmetro investigado para o desenvolvimento das emulsões é a agitação, visto que a partir de suas características, como tipo de agitador e velocidade, definem-se as propriedades microestruturais e reológicas das misturas, influenciando diretamente na estabilidade e qualidade do produto obtido (MORAES, 2012).

A estabilidade das emulsões desenvolvidas é primordialmente estudada por uma gama de testes que, segundo a Agência Nacional de Vigilância Sanitária, avaliam esses sistemas quanto aos diferentes indícios de instabilidade que podem apresentar. Tais avaliações ganham a nomenclatura de testes de estabilidade preliminar e são irrefutáveis no processo de decisão para prosseguimento ou não dessas formulações para os próximos e mais rigorosos testes de qualidade (ANVISA, 2004).

Portanto, considerando que as características do óleo de castanha-do-brasil são interessantes para a formulação de emulsões fitocosméticas, o objetivo geral deste trabalho consiste em avaliar a estabilidade de emulsões elaboradas com o óleo de castanha-do-brasil. Os objetivos específicos são:

- i. Caracterizar o óleo de castanha-do-brasil e determinar seu EHL a partir de diferentes concentrações de tensoativos utilizados na formulação das emulsões;
- ii. Analisar a influência do método de agitação para a formação da emulsão mais estável;

- iii. Realizar os testes de estabilidade preliminar na emulsão selecionada;
- iv. Determinar os parâmetros organolépticos e físico-químicos da emulsão mais estável.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 A INDÚSTRIA DOS COSMÉTICOS NO BRASIL

Ao redor dos diferentes períodos da História, a busca pela beleza é um movimento que permanece intacto, variando entre culturas e acompanhando a evolução científica de cada uma. Desta forma, a indústria cosmética surge para suprir as necessidades encontradas e saciar o desejo individual e humano de se tornar a sua melhor versão (PARABOCZ, 2021).

Em termos das terras brasileiras, primo à colonização, os indígenas já contavam com algumas práticas relacionadas à cosmetologia, mesmo que apresentando teor ritualístico ou até mesmo de determinação de status (ANDRADE, 2021). A pintura corporal com urucum e jenipapo, por exemplo, possuía a finalidade de protegê-los contra o sol e insetos, aplicação que já foi bastante estudada e comprovada cientificamente na atualidade.

Além dos produtos indígenas, têm-se rastros do início da fabricação de cosméticos no Brasil a partir do início do século XIX, suprimindo o fornecimento de sabão mediante uma crise higiênica em diversas cidades. Assim, o uso dos cosméticos começa a aumentar exponencialmente, tendo em vista os costumes europeus que acompanharam a vinda da família real portuguesa, como a utilização de perfumes para prevenir o mau cheiro (ANDRADE, 2021; PARABOCZ, 2021). Uma companhia de referência que surgiu na época foi a Granado Farmácias®, fundada pelo português José Antônio Granado que manipulava produtos a partir de extratos vegetais da flora brasileira cultivados em seu sítio no Rio de Janeiro e outras matérias-primas europeias importadas (GRANADO PHARMÁCIAS, 2022).

Outro marco na História da cosmetologia brasileira aconteceu após a Segunda Guerra Mundial, mais especificamente em meados do século XX, dada as novas descobertas relacionadas a telecomunicações e ao nascimento do marketing como intensificador das vendas de loções, cremes, shampoos, pastas de dente, dentre outros produtos de higiene pessoal, perfumaria e cosméticos (ANDRADE, 2021; PARABOCZ, 2021).

Seguindo a tendência histórica, o Brasil contou com um faturamento estimado de US\$ 29,6 bilhões entre 2019 e 2020, apresentando um elevado crescimento nominal e gerando milhões de novas oportunidades de trabalho, dando espaço e margem para a indústria se desenvolver e prover lucros com diversos ramos dentro da cosmetologia, tais como os que estudam os cosméticos naturais (Conselho Regional de Química, 2020; ANDRADE, 2021).

2.2 COSMÉTICOS NATURAIS

De origem grega *kosmetikós*, com significado em torno da habilidade de adornar, os cosméticos são substâncias, misturas ou formulações, sintéticas ou naturais, de uso em diversas áreas do corpo humano que buscam limpar, perfumar, alterar a aparência, proteger ou manter essas áreas em boas condições (SILVA, 2012; REBELLO, 2016).

A indústria dos cosméticos é focada em estudar novas tecnologias e explorar novas fontes de matéria prima, especialmente de origem natural, dado sua alta viabilidade e sustentabilidade (GALEMBECK e CSORDAS, 2011). Além disso, uma nova forma de consumo foi criada, agregando valor não somente graças a sua funcionalidade e embalagem, mas também às questões relacionadas ao consumo responsável (SOUZA, 2022).

Os fitocosméticos são definidos como produtos de higiene, beleza e saúde advindos de espécies vegetais, substituindo assim, substâncias de origem animal e mineral. Contudo, mesmo sendo adquiridas de matérias-primas naturais, algumas dessas moléculas podem bloquear o efeito de um ativo na formulação e até mesmo ser prejudiciais à saúde dos consumidores, requerendo um estudo vasto de suas propriedades e características antes de serem utilizados (HARHAUN *et al.*, 2020; SILVA, 2021).

O Brasil, por ser mundialmente conhecido como detentor da maior biodiversidade de plantas do globo terrestre, se torna um país de extremo interesse da área dos fitocosméticos. Apesar disso, somente 10% dessa gama vegetal foi de fato estudada química e farmacologicamente, apresentando uma oportunidade imensa para os cientistas e pesquisadores da área da cosmetologia (SILVA, 2021).

Apesar desse potencial que se vislumbra para os cosméticos naturais, a principal perspectiva a ser tratada quanto à fabricação desses produtos diz respeito à sua padronização e certificação, na medida em que não há uniformidade quanto às metodologias utilizadas para analisar sua qualidade e composição. Logo, a legislação relacionada a essas mercadorias variam de país a país, em conformidade com a cultura de cada um (GALEMBECK e CSORDAS, 2011).

Uma classe de macromoléculas bastante utilizada na cosmetologia natural, independente do país que a estuda, é a dos lipídios, devido a sua gama de aplicações e funções (SOUZA, 2022).

2.2.1 Lipídios na Cosmetologia

Os lipídios são ésteres de ácidos carboxílicos superiores, popularmente conhecidos por serem insolúveis em água, ou seja, apresentarem comportamento hidrofóbico. Essas substâncias apresentam duas frações, sendo uma insaponificável, presente em menores proporções, e uma saponificável, formada principalmente por triglicerídeos (REBELLO, 2016). Vale ressaltar que a saponificação é um processo importante e amplamente utilizado dentro da indústria cosmética, porque consiste na hidrólise de triglicerídeos mediante a presença de uma base forte, para formar sabão e glicerina (SOLOMONS e FRYHLE, 2018).

Os princípios da saponificação podem ser utilizados mediante o fato de que qualquer cosmético destinado a utilizar um princípio ativo para regular alguma característica da pele ou organismo precisa primeiramente passar pela proteção lipídica presente na superfície da pele, seja por meio de solventes ou agentes alcalinos. Desta forma, após o rompimento dessa barreira majoritariamente hidrofóbica, as substâncias contidas nas formulações podem ser absorvidas pelos poros até a derme e a hipoderme, podendo até chegar na circulação sanguínea e atingir outras áreas do corpo (GALEMBECK e CSORDAS, 2011).

Dentre as matérias primas de maior destaque no mundo dos fitocosméticos, encontram-se os óleos vegetais, dada suas inúmeras propriedades, tais como de lubrificação, alisamento, amaciamento e proteção, sendo assim classificados como emolientes (SOUZA, 2022). Alguns dos óleos vegetais de abundante uso cosmetológico em território brasileiro são os advindos do abacate, babaçu, calêndula, girassol, jojoba, e castanha-do-brasil (CARVALHO, 2021; KOHL, 2021), onde o último foi o óleo emoliente utilizado no presente trabalho.

2.2.2 Óleo de Castanha-do-brasil

A árvore da castanheira (*Bertholletia excelsa*), pertencente à família Lecythidaceae, pode atingir até 50 metros de altura e 2 metros de diâmetro nas condições de diâmetro à altura do peito (DAP), podendo viver até mais de 100 anos. Tal árvore é característica da floresta de terra firme da Amazônia, produz frutos que são coletados por extrativistas nativos e gera grande parte de suas rendas (FERNANDES, 2007; TONINI *et al.*, 2017; KAINER *et al.*, 2018).

A castanha-do-brasil, mostrada na Figura 1, tem importante influência econômica no mercado nacional e internacional. Contém entre 60 e 70% de lipídios e entre 15 e 20% de

proteínas em sua composição, além de diversas vitaminas e minerais que, juntos, caracterizam-na como um alimento de alto conteúdo energético (FERNANDES, 2007; SCHONS *et al.*, 2017).

Mais especificamente, a composição graxa do óleo de castanha-do-brasil gira em torno de 8,7% de ácido esteárico, 13,8% de ácido palmítico, 31,4% de ácido oléico e 45,2% de ácido linoléico, além de resquícios de ácido mirístico e palmitoléico, onde a presença desses lipídios colabora em pontos chave do funcionamento do organismo humano, como o transporte de vitaminas lipossolúveis (FREITAS *et al.*, 2007; SCHONS *et al.*, 2017).

Figura 1 - Castanha-do-brasil (*Bertholletia excelsa*).



Fonte: Alfarrabios, 2011.

Dentre as vitaminas contidas no óleo, a vitamina E, quando associada a compostos fenólicos também presentes, podem conferir ao alimento um efeito preventivo a doenças coronárias e até mesmo ao câncer. A castanha-do-brasil também possui altas porcentagens de selênio, adicionando algumas propriedades antioxidantes, reduzindo a presença de radicais livres na composição do óleo e ajudando até mesmo no metabolismo da tireóide (PACHECO e SCUSSEL, 2007; CARDOSO *et al.*, 2017).

Outras propriedades do óleo de *Bertholletia excelsa* estão relacionadas à regeneração da pele e a redução de processos inflamatórios, características com potencial aplicação na formulação de cosméticos anti-idade ou para peles sensíveis, estando o óleo, então, propenso a

ser utilizado em uma das formas cosméticas mais consumidas na atualidade: as emulsões (THOMAZ; SOLDATI e ZIMBARDI, 2016; CARVALHO, 2021).

2.3 EMULSÕES COSMÉTICAS

Define-se emulsão como um sistema composto de ao menos um líquido imiscível disperso em outro, de maneira a formarem uma fase interna descontínua e outra externa contínua em forma de gotículas com diâmetro que ultrapassa geralmente 0,1 μm (BARROS *et al.*, 2007).

Existem dois principais processos de emulsificação: o processo espontâneo, que ocorre na junção de dois líquidos que não são miscíveis sem a aplicação de nenhuma forma de energia externa; e a auto-emulsificação, que utiliza dos agentes tensoativos e de energia mecânica fornecida para a formação dessas soluções (RODRIGUES, 2021).

Há algumas décadas, as propriedades viscosas de uma emulsão têm sido relacionadas diretamente ao diâmetro das gotículas dispersas, a tensão interfacial e ao volume, sugerindo-se a existência de uma fração crítica de volume para a qual as propriedades reológicas se mantêm as mesmas (LÉZER *et al.*, 1998; ZHANG *et al.*, 2013). Logo, a reologia de uma emulsão cosmética varia de acordo com seu tipo, afetando a estabilidade físico-química, espalhabilidade, viscosidade e ponto de fluidez (MILAN *et al.*, 2007; MOULIN *et al.*, 2022).

2.3.1 Tipos de Emulsões

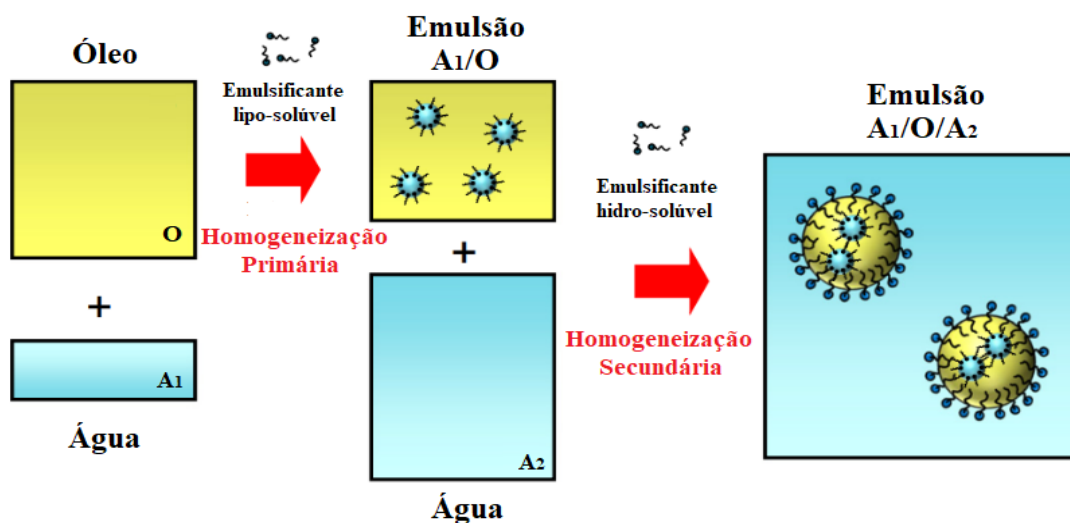
Uma emulsão é composta por uma fase apolar (lipofílica) e por uma fase polar (hidrofílica), onde dependendo de suas proporções e tipos de dispersões, podem ser separadas em macro, micro e nanoemulsões, com base no tamanho da fase dispersa, ao mesmo tempo que podem se dividir em dois distintos grupos: emulsões simples e múltiplas (KNOWLTON, 2000; RODRIGUES, 2021).

As emulsões simples são aquelas em que há a dispersão de uma das fases em outra de maneira direta e em proporções diferentes, como emulsões óleo em água (O/A) e água em óleo (A/O). Já as emulsões múltiplas, em geral, são definidas como pequenas quantidades de uma fase dispersas em quantidades maiores de outra, enquanto as últimas já estão imersas em uma

fase contínua, exemplificadas pelas emulsões água em óleo em água (A/O/A) que possuem duas diferentes camadas interfaciais (Figura 2) (KNOWLTON, 2000; MCCLEMENTS, 2012).

As emulsões geralmente são compostas por três frações básicas, onde suas propriedades influenciam diretamente no processo de obtenção do sistema disperso. Elas são: fase aquosa, oleosa e emulsificante (MORAIS, 2008; TESSARO, 2020).

Figura 2 - Tipos de Emulsões.



Fonte: Adaptado de McClements, 2012.

A fase aquosa é o principal veículo utilizado na indústria cosmética, graças a seu baixo custo e alta polaridade. Já quanto à fase oleosa, os óleos vegetais vêm ganhando visibilidade como seus constituintes por possuírem baixo peso molecular e viscosidade, se tornando menos oclusivos que os óleos minerais. Boa penetração na pele e capacidade elevada de transportar alguns ativos terapêuticos também fazem parte das características desses óleos, como mencionado anteriormente. Por fim, a fase emulsificante é a principal responsável pela homogeneização da solução, fazendo com que a dispersão estável entre as outras fases seja possível (LIMA, 2010).

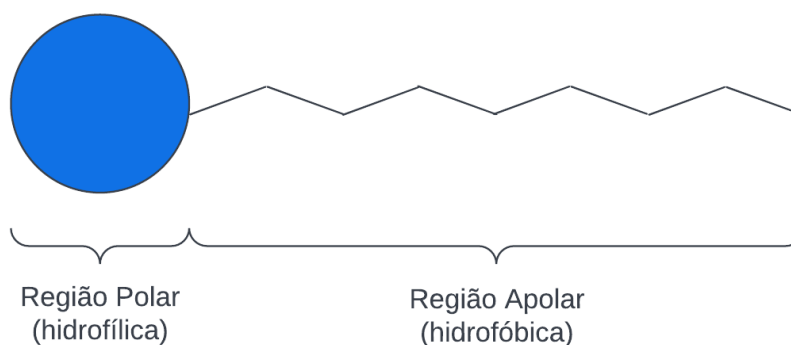
2.3.2 Tensoativos

Os tensoativos, também chamados de agentes emulsionantes, são substâncias que estabilizam cineticamente um sistema emulsionado a partir da diminuição de sua tensão

interfacial, gerando um filme ao redor de glóbulos da fase interna. Ou seja, os tensoativos são moléculas anfifílicas (possuem grupos hidrofílicos e hidrofóbicos), como ilustrados na Figura 3, que sofrem adsorção na interface da fase dispersa e da dispersante durante o processo de emulsificação (MORAIS, 2008; TESSARO, 2020).

Estruturalmente, os grupos hidrofóbicos ou apolares dos tensoativos são formados geralmente através de cadeias carbônicas, enquanto a parte hidrofílica ou polar é constituída de átomos com íons em concentração. Classificando os tensoativos de acordo com a natureza de seu grupo hidrofílico, tem-se os grupos não iônicos, aniônicos, catiônicos e anfóteros (LUCENA, 2013).

Figura 3 - Esquema estrutural de um tensoativo.



Fonte: Autoral, 2023.

Os tensoativos não iônicos são aqueles que não apresentam íons quando colocados em solução aquosa, contendo grupos de álcoois, glicóis, éteres ou ésteres. Por outro lado, os grupos aniônicos e catiônicos liberam íons carregados negativamente e positivamente, nessa ordem, em suas respectivas superfícies ativas. Por fim, os emulsificantes anfóteros carregam tanto cargas positivas, quanto negativas em sua superfície, tal natureza dependente do pH do meio (LUCENA, 2013).

Alguns dos principais tipos de emulsificantes aplicados nas emulsões são os surfactantes de moléculas menores, fosfolipídios, proteínas e polissacarídeos. As moléculas surfactantes de menor tamanho mais utilizadas na indústria são as sintéticas, as quais possuem um grupo de cabeça polar e cauda não polar. Exemplos presentes nesse grupo de sintéticos, e que apresentam características não aniônicas, são o Tween 80® (monooleato de polioxietileno (20) sorbitano)

e o Span 60® (monoestearato de sorbitano), tensoativos que foram utilizados no presente estudo (MCCLEMENTS e JAFARI, 2018; ANDRADE, 2022).

Contudo, esses agentes, ao diminuir a tensão superficial da interface, não conseguem contrariar totalmente a energia livre de superfície criada a partir do aumento da área superficial das esferas emulsionadas. Sendo assim, os estudos se concentram sobre a capacidade dos tensoativos no retardo máximo do tempo de separação entre as fases (FRANGE e GARCIA, 2009; PASCOA *et al.*, 2015).

Existem quatro formas de estabilização das emulsões pelos tensoativos: eletrostática, estérica, por partículas sólidas e pela mistura de emulsionantes (PIANOVSKI, 2008). Na maioria dos casos, a utilização de um único tensoativo é suficiente para originar a emulsão desejada, porém, a utilização de dois ou mais emulsificantes de polaridades diferentes pode ser interessante para a estabilidade de alguns tipos de soluções (MCCLEMENTS E JAFARI, 2018). Alguns estudos afirmam que esses agentes polares e apolares se alinham lado a lado e dão maior rigidez e resistência à película emulsiva, por meio de ligações de hidrogênio (FRANGE e GARCIA, 2009; TESSARO, 2020).

A escolha do surfactante a ser utilizado em uma emulsão precisa ser baseado em suas características químicas e físicas, compatibilidade química ou biológica, em especial, toxicidade, possíveis reações alérgicas caso seja aplicada como cosmético, impacto ecológico, além da aprovação do público em si (MYERS, 2020).

Os tensoativos foram empiricamente e numericamente classificados de acordo com o equilíbrio das regiões hidrofílicas e lipofílicas de suas moléculas, de forma a ser estudado por meio do equilíbrio hidrofílico-lipofílico (EHL) (ZANIN *et al.*, 2002; FIORI *et al.*, 2017).

2.3.2.1 Equilíbrio Hidrofílico-Lipofílico (EHL)

O EHL consiste em uma classificação baseada no balanço entre os grupamentos polares e apolares das substâncias presentes na emulsão, onde por meio dele classificam-se os tensoativos em hidrofílicos e lipofílicos (ZANIN *et al.*, 2002; MORAIS, 2008; TESSARO, 2020). Em 1949, William Griffin introduziu uma escala numérica composta de valores adimensionais de 1 a 20 para descrever a natureza do agente tensoativo, mostrada na Tabela 1, onde o aumento dessa variável indica o aumento da hidrofília da molécula (GRIFFIN, 1949; DAMASCENO *et al.*, 2011).

Tabela 1 - Classificação do tensoativo quanto ao Equilíbrio Hidrofílico-Lipofílico (EHL).

Descrição	Valor de EHL
Emulsionantes hidrófilo/lipófilo	3 a 6
Molhantes	7 a 9
Antiespumantes	< 8 (principalmente de 1,5 a 8)
Emulsionantes lipófilo/hidrófilo	8 a 18
Detergentes	13 a 15
Solubilizantes	15 a 18

Fonte: Adaptado de Zanin *et al.*, 2002.

Existem três métodos para a determinação do equilíbrio hidrofílico-lipofílico do emulsificante: o método teórico, que relaciona a estrutura molecular do tensoativo com o EHL; o método direto, que compara o comportamento de tensoativos com padrões de EHL conhecidos de maneira visual; e os métodos indiretos, que relacionam as medidas das características físico-químicas com o EHL dos compostos (ZANIN *et al.*, 2002).

O EHL para a mistura de tensoativos é calculado a partir do somatório da multiplicação da fração em massa dos compostos presentes na formulação com o equilíbrio hidrofílico-lipofílico de cada componente individual (PELEGRINE e CARROCCI, 2015), como mostrado na Equação 1.

$$EHL = \sum X_i \cdot (EHL)_i \quad (1)$$

Onde:

X_i : Fração mássica do composto i ;

$(EHL)_i$: Valor do equilíbrio individual do composto i .

Os valores numéricos de EHL de algumas substâncias encontram-se descritos na literatura na forma de faixas, onde muitas vezes esses intervalos podem ser bem abrangentes, o

que acaba dificultando o formulador das emulsões na hora de verificar sua estabilidade na presença do tensoativo. Desta maneira, buscam-se técnicas experimentais que auxiliem esse processo de escolha objetiva, buscando a melhor formulação possível para o produto desejado nas condições eletrostáticas criadas (PELEGRINE e CARROCCI, 2015; TORRES *et al.*, 2019).

2.3.3 Homogeneização de Sistemas Emulsionados

As emulsões são produzidas a partir da introdução de altas forças de cisalhamento sobre a mistura de seus líquidos imiscíveis, auxiliada pela ação dos tensoativos. Apesar de existirem métodos de emulsificação de baixa energia, sua aplicação na indústria não é favorecida graças a necessidade de produção em grande escala, o que envolve a utilização de altas concentrações de surfactantes e procedimentos mais complexos de preparação (PESHKOVSKY *et al.*, 2013). Desta maneira, a inserção de energia e, logo, a homogeneização do sistema emulsionado se dá por três principais métodos, sendo eles: homogeneização de alta-pressão, por ultrassom e mecânica (DIAS, 2017).

A homogeneização de alta-pressão, requer a produção inicial de uma mistura de alta densidade, a qual é levada a uma câmara e prensada sobre válvulas estreitas ou até micro canais, com pressões que podem chegar até 1000 bar. A formação da emulsão se dá pelo choque em altas velocidades entre as moléculas da mistura, ocasionando seu cisalhamento. Algumas desvantagens da técnica podem ser o alto consumo de energia, difícil manutenção, complexidade de trabalho com pressões altas a ponto de poderem comprometer a segurança do processo industrial, além do alto custo dos materiais (PESHKOVSKY *et al.*, 2013).

Como uma alternativa ao uso da homogeneização de alta-pressão, as metodologias envolvendo ultrassom vem sendo desenvolvidas, onde graças a cavitação acústica que produz bolhas assimétricas e violentas na mistura, conseguem fabricar as gotículas emulsionadas (LEONG *et al.*, 2009). A homogeneização por ultrassom envolve equipamentos de baixo custo, ocupa menos espaço, requer pouco suporte técnico, possui possíveis propriedades de esterilização e, teoricamente, conta com fácil limpeza e manutenção. Entretanto, a técnica ainda se restringe à escala laboratorial por necessitar de alto controle sobre os parâmetros do processo de um reator sonoquímico (PESHKOVSKY *et al.*, 2013).

Tendo em vista ambas as metodologias e suas aplicações e desvantagens, a agitação mecânica tende a ser mais difundida, graças a seus baixos custos e modo de funcionamento de fácil entendimento.

2.3.3.1 Agitação mecânica

Existem dois principais grupos de agitadores mecânicos: homogeneização com um sistema rotor-estator e os agitadores com pás (DIAS, 2017). Os agitadores de sistema rotor-estator, também chamados de misturadores de alto cisalhamento (Figura 4), são utilizados em processos que requerem uma quantidade alta de energia, podendo ser utilizado para homogeneização, dispersão, moagem, dissolução, emulsificação, dentre outras funções. Focando na emulsificação líquido-líquido, tais agitadores produzem desde dispersões menos até as mais viscosas, com o controle do tamanho das gotículas produzidas para a polimerização desejada (ZHANG *et al.*, 2012).

Figura 4 - Agitador de alto cisalhamento.



Fonte: IKA Dispersadores, [s.d.].

Os misturadores de alto cisalhamento podem ser utilizados de maneira contínua e descontínua, onde o tamanho final da gota depende diretamente da potência do sistema, do tempo de emulsificação, na geometria do sistema, como exemplificado na Figura 5, e da fração volumétrica da fase dispersa e da dispersante (DIAS, 2017).

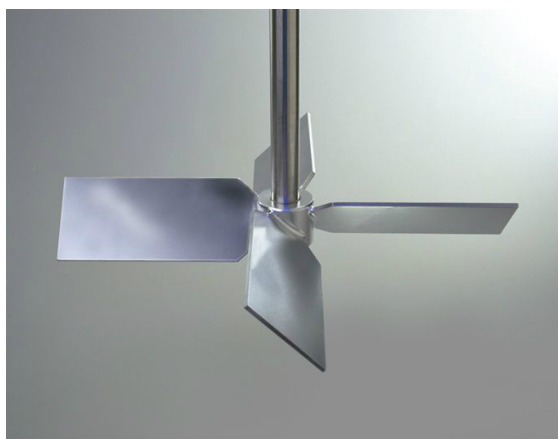
Figura 5 - Geometria de turbinas de agitadores de alto cisalhamento.



Fonte: Cosmética em Foco, 2017.

Por outro lado, os agitadores de pás axiais presentes na Figura 6, possuem uma eficácia comparativamente menor aos sistemas de rotor-estator graças às perdas de energia no método. São instrumentos que fazem emulsões a partir da introdução de uma quantidade mais baixa de energia, para conservar a energia mecânica e térmica no processamento das emulsões (LIN, 1978).

Figura 6 - Agitador de pás axiais.



Fonte: Só Hélices, 2018.

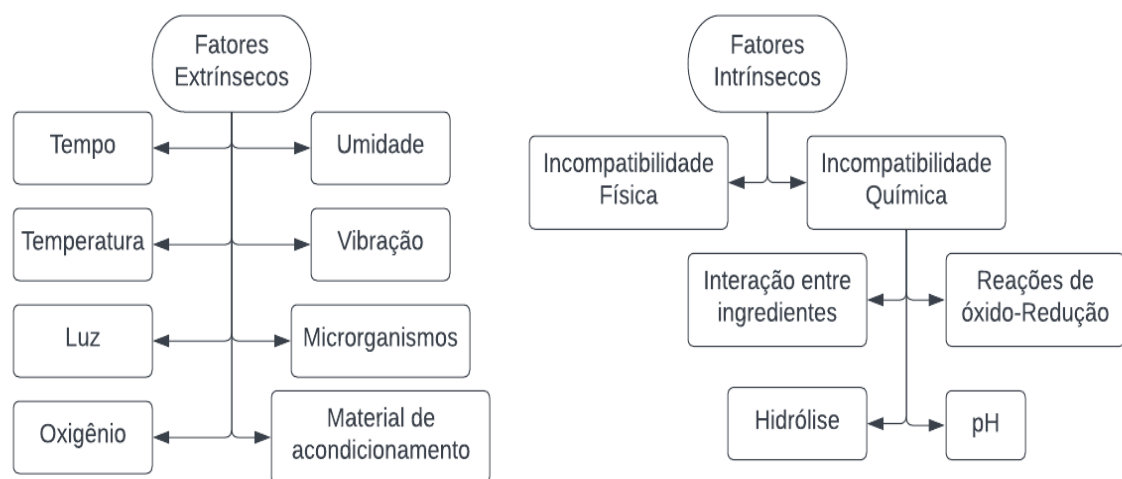
2.3.4 Estabilidade das Emulsões

O significado da palavra estabilidade dentro da cosmetologia gira em torno da amplitude na qual um produto se mantém dentro das especificações desejadas obtidas em seu período de fabricação nos períodos seguintes de armazenamento e utilização (PIANOVSKI, 2008).

Grandes benefícios são adquiridos ao se estudar a estabilidade dos produtos cosméticos, tais como o fornecimento de subsídios para o aperfeiçoamento da formulação, estimativa do prazo de validade dos produtos junto a ferramentas que o confirmam, além de auxílio na avaliação de segurança e confiabilidade dos produtos (TESSARO, 2020). A estabilidade dos cosméticos depende de fatores extrínsecos e intrínsecos (ANVISA, 2004), mostrados na Figura 7.

Para as emulsões, a película interfacial entre a fase oleosa e aquosa pode ou não induzir forças elétricas e eletrostáticas entre seus glóbulos, de maneira que a adição do tensoativo, como citado previamente, permite a formação de uma camada adsorvida na superfície e a transforma em uma dupla camada iônica (MORAIS, 2008; TESSARO, 2020). As características dessa película interfacial são bastante importantes para o estudo da estabilidade das emulsões, de maneira que o grau de elasticidade superficial precisa conferir uma rigidez e uma compactação adequada, ao mesmo tempo em que precisa se formar de maneira rápida para evitar a junção da fase dispersa dos glóbulos (FRANGE e GARCIA, 2009; PASCOA *et al.*, 2015).

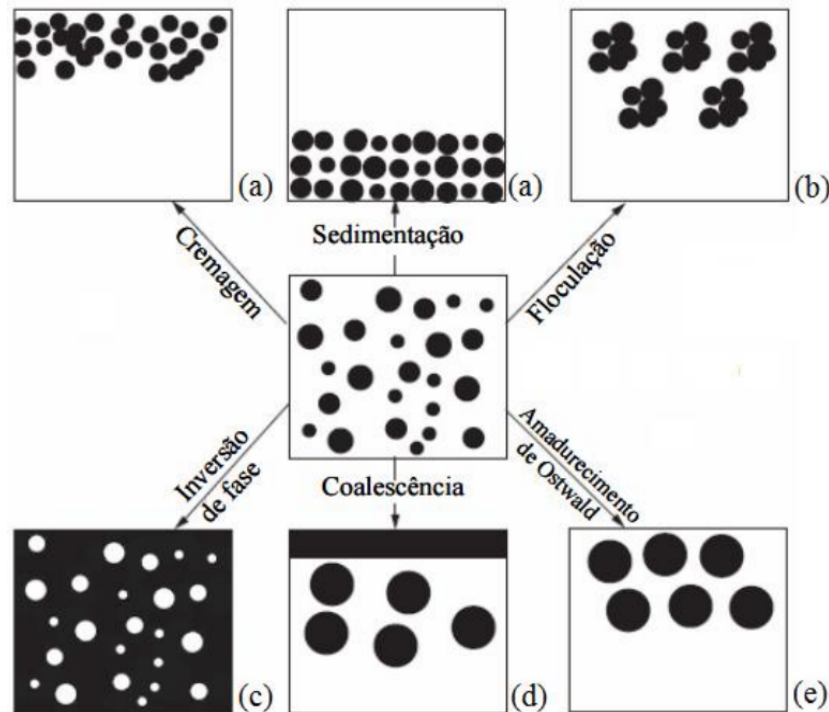
Figura 7 - Fatores extrínsecos e intrínsecos relacionados à estabilidade de cosméticos.



Fonte: Adaptado de ANVISA, 2004

Entretanto, mesmo com a presença dos tensoativos, as emulsões podem estar propensas a alguns tipos de mecanismos de instabilidade, como floculação, coalescência, cremeação/sedimentação, inversão de fase e amadurecimento de Ostwald, apresentados na Figura 8 (MORAIS, 2008; LIMA, 2010).

Figura 8 - Mecanismos de instabilidade das emulsões: cremação/sedimentação (a), floculação (b), inversão de fase (c), coalescência (d) e amadurecimento de Ostwald (e).



Fonte: Rêgo, 2019.

A floculação é o processo de adesão mútua entre os glóbulos da fase dispersa de maneira que todos eles mantêm sua estrutura interfacial inalterada e uma leve agitação da mistura a faz retornar às condições normais. Já a coalescência consiste em um processo que compromete irreversivelmente a estrutura das interfaces das duas fases em questão, transformando-as em um único glóbulo (MORAIS, 2008; LIMA, 2010).

Quando existe uma diferença de densidade entre a fase dispersa e a dispersante, inevitavelmente o processo de cremação ou sedimentação ocorre, visto que, graças a ação da gravidade, a fase menos densa forma uma espécie de creme na parte superior da mistura de maneira irreversível. O processo de inversão de fases ocorre geralmente quando há alguma mudança brusca de temperatura ou algum aumento do volume da fase dispersa. Por fim, o amadurecimento de Ostwald indica a dissolução de partículas menores nas maiores, criando glóbulos de tamanhos elevados (FRANGE e GARCIA, 2009; LIMA, 2010; RÊGO, 2019; TESSARO, 2020).

A instabilidade das emulsões é acompanhada de modificações nas suas características físico-químicas, onde ao se verificar essas mudanças, é possível observar mais claramente as

variações ocorridas em suas moléculas e assim definir um melhor caminho para sua estabilização (FRANGE e GARCIA, 2009; TESSARO, 2020). Tais características físico-químicas podem ser: pH, tamanho da partícula, condutividade elétrica, viscosidade, densidade, umidade, dentre várias outras, onde algumas são observadas nos testes de estabilidade preliminar (ANVISA, 2004; PIANOVSKI, 2008).

2.3.5 Testes de Estabilidade Preliminar

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) em sua publicação “Guia de estabilidade de cosméticos” de 2004 estabelece uma sequência sugerida de testes que procura avaliar as formulações cosméticas e buscar informações indicadoras de sua estabilidade, sendo o primeiro deles os testes de estabilidade preliminar.

Antes de dispor os produtos cosméticos a esses testes, é recomendado primeiramente realizar a centrifugação da mistura, visto que se o produto apresentar qualquer tipo de instabilidade apresentada na Figura 8, a reformulação da mistura é necessária (PIANOVSKI, 2008). Os testes de estabilidade preliminar duram aproximadamente 15 dias, no total, e empregam condições extremas de temperatura e exposição para que ocorra a aceleração das possíveis reações entre os materiais da formulação (ANVISA, 2004).

Primordialmente, é recomendável que o produto disponível para teste seja acomodado em frascos de vidro transparente compatíveis quimicamente com a mistura e com boa vedação para evitar a perda de moléculas na forma gasosa. Além disso, é necessário evitar a entrada de ar na formulação durante o envase para que o frasco mantenha um terço de sua capacidade livre para produtos da reação (ANVISA, 2004).

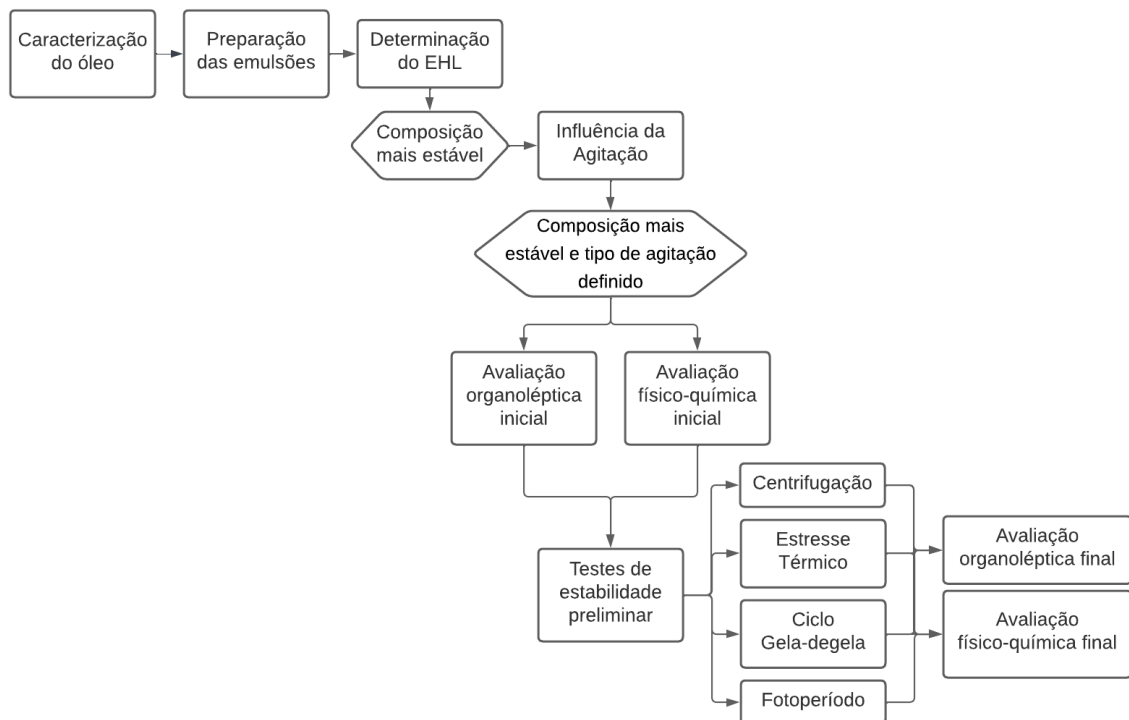
Os testes de estabilidade preliminar são compostos de triagens como a de estresse térmico, ciclo gela-degela e fotoperíodo, onde são analisadas características organolépticas e físico-químicas, mantendo sempre uma amostra de referência ou padrão (PIANOVSKI, 2008).

Desta forma, tais avaliações ajudam o formulador a encontrar a melhor combinação possível de ativos para uma aplicação segura na pele, onde dependendo da área de aplicação, a complexidade e duração dos testes pode aumentar.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia utilizada neste trabalho encontra-se esquematizada no fluxograma apresentado na Figura 9.

Figura 9 - Fluxograma da metodologia utilizada no presente trabalho.



Fonte: Autoral, 2023.

3.1 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL

O óleo de castanha-do-brasil utilizado no presente trabalho foi concedido pela empresa D'Amazônia Origens, presente no município de Maués no interior do estado do Amazonas. A corporação realizou a extração do óleo a partir de seu aquecimento, seguida de prensagem a frio, decantação e sedimentação das amêndoas. Foi utilizado o óleo obtido a partir de castanhas impróprias para consumo, consideradas “rançosas”.

A caracterização do referido óleo foi realizada a partir do método apresentado pelo Instituto Adolfo Lutz em 2008, composto principalmente pela determinação de quatro índices: acidez, saponificação, peróxidos e refração. As análises foram realizadas em triplicata.

3.1.1 Índice de Acidez

Para determinação do índice de acidez, 2 g do óleo de castanha-do-brasil foram misturados a 25 mL de uma solução éter-etanol (2:1 v/v) e a 2 gotas de fenolftaleína em frasco erlenmeyer de 125 mL. Seguiu-se então para um processo de titulação adicionando uma solução padronizada de NaOH 0,01M até a obtenção de uma coloração rosa que permanecesse constante por trinta segundos. O índice de acidez foi calculado a partir da Equação 2 a seguir:

$$IA = \frac{v \cdot f \cdot 5,61}{P} \quad (2)$$

Onde:

IA : Índice de acidez em mg NaOH/g de amostra;

v : Solução de NaOH utilizada (mL);

f : Fator da solução NaOH padronizada;

P : Peso da amostra (g).

3.1.2 Índice de Saponificação

O índice de saponificação foi determinado em frasco Erlenmeyer esmerilhado de 250 mL com 4 g do óleo e 50 mL de uma solução de KOH a 4% m/v, de maneira a representar a quantidade de amostra para que a sua titulação seja por volta de 45 a 55% da titulação do branco. Após a preparação do branco, contendo somente a solução de KOH, os recipientes foram conectados à condensadores e o sistema foi aquecido em chapas aquecedoras até atingir o ponto de fervura, sendo mantido nessas condições por 1 hora até a sua completa saponificação.

Retirando os frascos do aquecimento, desconectaram-se os condensadores e adicionaram-se 10 gotas do indicador analítico fenolftaleína para titulação das amostras com uma solução padrão de HCl 0,5 M, até o completo desaparecimento da cor rosa. O índice de saponificação foi então calculado a partir da Equação 3.

$$IS = \frac{26,06 \cdot f \cdot (B-A)}{P} \quad (3)$$

Onde:

IS : Índice de saponificação em mg KOH/g de amostra;

A : Volume da solução de HCl gasto na titulação da amostra (mL);

B : Volume da solução de HCl gasto na titulação do branco (mL);

f : Fator da solução de HCl 0,5 M;

P : Peso da amostra (g).

3.1.3 Índice de Peróxidos

Com o intuito de determinar o índice de peróxidos, uma mistura de 5 g de óleo com 30 mL de uma solução de ácido acético glacial-clorofórmio (3:2 v/v) foi preparada em frasco Erlenmeyer de 250 mL. A mistura foi agitada até a completa dissolução da amostra em 2 minutos cada e foram adicionados 0,5 mL de uma solução saturada de KI, sendo colocadas em repouso na ausência de luz por 1 minuto.

Em seguida, adicionaram-se 25 mL de água destilada e 5 mL de uma solução de amido solúvel a 1% (m/v) para seguimento para a titulação com tiosulfato de sódio 0,1 N padrão, com agitação constante, até a coloração roxa desaparecer por completo. Preparou-se, também, uma prova em branco nas mesmas condições de preparo e o índice de peróxidos foi calculado a partir da Equação 4 abaixo.

$$IP = \frac{(A-B).N.f.1000}{P} \quad (4)$$

Onde:

IP : Índice de peróxido em meq/1000 g de amostra;

A : Volume da solução de tiosulfato de sódio gasto para titular a amostra (mL);

B : Volume da solução de tiosulfato de sódio gasto para titular o branco (mL);

N : Normalidade da solução tiosulfato de sódio;

f : Fator da solução tiosulfato de sódio;

P : Peso da amostra (g).

3.1.4 Índice de Refração

A partir do ajuste prévio do refratômetro de Abbé (Quimis®, modelo Q767B) com água destilada e limpeza e secagem dos prismas, foram adicionadas 2 gotas do óleo no prisma interior para a determinação do índice de refração. Após o fechamento, travamento e repouso da amostra no prisma até a temperatura ambiente, realizou-se os ajustes no instrumento e na luz para se determinar o índice de refração absoluto do óleo de castanha-do-brasil. As medições foram realizadas em triplicata, onde os prismas foram limpos com algodão umedecido em éter de petróleo entre as leituras.

3.2 PREPARO DAS EMULSÕES

Inicialmente, para o preparo das emulsões, a fase aquosa (água destilada) e a fase oleosa (óleo vegetal e tensoativos) foram aquecidas, separadamente, em chapa aquecedora até atingirem a temperatura de 75°C. A partir desse momento, a fase aquosa foi vertida à fase oleosa, de maneira a serem mantidas sob agitação com agitador mecânico a 500 rpm por 15 minutos até seu total resfriamento. No final desse período, as amostras foram vedadas e postas em repouso por 48 horas (ZANIN *et al.*, 2002; MORAIS, 2008; SILVA, 2016).

3.3 DETERMINAÇÃO DO EQUILÍBRIO HIDROFÍLICO-LIPOFÍLICO (EHL)

Com base na metodologia de Zanin *et al.* (2002), sabe-se que uma emulsão é mais estável quando o EHL resultante do uso de um ou mais tensoativos é equivalente ao da fase dispersa (interna). Portanto, o EHL calculado para a mistura tensoativa utilizada para a formulação de maior estabilidade foi considerado como o EHL do óleo de castanha-do-brasil.

Sabendo disso, foram misturados 85 g de água destilada, 10 g de óleo de castanha-do-brasil e 5 g de uma solução de diferentes concentrações dos emulsificantes monoestearato de sorbitano (Span 60® - EHL = 4,7) e monooleato de polioxietileno (20) sorbitano (Tween 80® - EHL = 15), de maneira que se pudesse calcular seus valores de EHL a partir da Equação 1 (RABARON *et al.*, 1993; PELEGRINE e CARROCCI, 2015; PINTON e BULHÕES, 2015).

$$EHL = \sum X_i \cdot (EHL)_i \quad (1)$$

As concentrações de tensoativos avaliadas na emulsão com o óleo de castanha-do-brasil estão descritas na Tabela 2, onde essas proporções baseiam-se em trabalhos publicados na literatura que mostram resultados satisfatórios de estabilidade para diferentes óleos vegetais com valores de EHL na faixa de entre 4 e 9 (ZANIN *et al.*, 2002; PELEGRINE e CARROCCI, 2015; PINTON e BULHÕES, 2015).

Tabela 2 - Concentrações de tensoativos a serem avaliadas para a determinação do EHL da emulsão formulada com óleo de castanha-do-brasil.

Emulsão	Span 60® (g)	Tween 80® (g)	Valor de EHL da mistura tensoativa
1	5	0	4,7
2	4,5	0,5	5,73
3	4,0	1,0	6,76
4	3,5	1,5	7,79
5	3,0	2,0	8,82
6	2,5	2,5	9,85

Fonte: Adaptado de Zanin *et al.*, 2002.

Após a devida obtenção dessas emulsões, elas foram levadas ao teste de centrifugação, descrito no item 3.6.1, que foi utilizado para selecionar a composição mais estável para a consequente definição do EHL do óleo de castanha-do-brasil (ZANIN *et al.*, 2002).

3.4 INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO

A influência de dois diferentes métodos de agitação foi observada a partir da formulação tomada como mais estável na etapa anterior, utilizando-se o agitador mecânico (Fisatom® no modelo 715) e o homogeneizador de alto cisalhamento do tipo Turrax (modelo AD500S-H).

Para melhor visualização dos efeitos dos diferentes métodos de agitação, as amostras receberam 6% (p/p) de excipiente de álcool cetosteárico antes de sua homogeneização, visto

que este reagente é conhecido por manter a estabilidade e o pH das emulsões, além de elevar de maneira adequada sua viscosidade e consistência (COELHO, 2014; FIDELIS, 2020). Desta forma, a proporção de água destilada dentro da emulsão escolhida foi ajustada para totalizar os 100 g de mistura estudados, dada a adição de tal excipiente.

A preparação das emulsões na presente etapa foi realizada de forma semelhante à descrita no tópico 3.2, onde a fase oleosa agora conta com o álcool cetosteárico. Todavia, ao atingir 75°C na chapa aquecedora, a fase aquosa foi vertida na fase oleosa e o sistema foi agitado, com as diferentes rotações pré-definidas, por 15 minutos para sua completa homogeneização (ZANIN *et al.*, 2002).

Para o agitador mecânico, as rotações de 500, 1000, 1500 e 2000 rpm foram utilizadas, enquanto para o homogeneizador de alto cisalhamento, foram utilizadas 2000, 4000, 6000 e 8000 rpm, sendo cada amostra agitada com sua agitação correspondente por 15 minutos (MORAIS, 2008; SANTOS, 2020). No final de todos os ciclos rotativos, as amostras foram avaliadas macro e microscópicamente, para serem então submetidas ao teste de centrifugação e se definir, de fato, o método de agitação e rotação que promoveu maior estabilidade à composição estudada.

3.4.1 Análise Microscópica das Emulsões

Para realização da análise microscópica das emulsões e, logo, avaliação da uniformidade e separação entre as gotículas formadas, uma gota de cada emulsão foi colocada em lâmina para microscopia, recebendo uma lamínula limpa e seca em sua superfície. Após adição de uma gota de óleo de imersão em cima da lamínula, as amostras foram levadas ao microscópio (Nikon®, modelo Eclipse E200) e lidas em objetiva com aumento de 100x.

3.5 PARÂMETROS ORGANOLÉPTICOS E FÍSICO-QUÍMICOS

Os parâmetros organolépticos e físico-químicos da emulsão escolhida como a mais estável a partir dos tópicos 3.3 e 3.4 foram aferidos antes e após os testes de estabilidade preliminar, para comparação e avaliação de possíveis modificações, com exceção para a análise da viscosidade, que foi realizada somente para a emulsão de 15 dias (referente as condições que a amostra se encontra após 15 dias).

3.5.1 Parâmetros Organolépticos

A avaliação dos parâmetros organolépticos foi baseada em padrões de cor, odor e aspecto visual macroscópico, onde para a análise do último parâmetro, as emulsões controle foram caracterizadas como homogêneas ou heterogêneas, fluidas ou viscosas e opacas ou transparentes (FERRARI, 1998).

Após os testes de estabilidade preliminar, cada emulsão recebeu uma das seguintes classificações para cada um dos padrões citados: sem modificação, levemente modificada, modificada e intensamente modificada (ANVISA, 2004; MORAIS, 2008; SILVA, 2016).

3.5.2 Parâmetros Físico-Químicos

3.5.2.1 *Aferição do pH*

Para medição do pH, utilizou-se um medidor de pH da marca Tecnal®, modelo R-TEC-7/2-MP em uma solução aquosa contendo 10% (p/p) de formulação em água destilada, homogeneizada em um béquer manualmente (SILVA, 2016).

3.5.2.2 *Aferição da Densidade Relativa*

A densidade relativa das misturas foi obtida com o auxílio de um picnômetro de vidro de 25 mL, relacionando a massa da amostra com o volume da mistura a 25°C (SILVA, 2016).

3.5.2.3 *Aferição da Condutividade Elétrica*

A partir do uso de um condutivímetro Gehaka®, modelo CG1800, a condutividade elétrica das soluções a 10% (p/p) das amostras diluídas em água destilada foi aferida, com base na diferença de potencial entre os dois eletrodos do equipamento (ANVISA, 2004; SILVA, 2016).

3.5.2.4 *Análise da Viscosidade*

O estudo da viscosidade da formulação foi realizado no Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN), no IFAM-CMDI, mesmo da rede SisNANO (CNPq 442601/2019-0). A partir do uso de um reômetro da marca Anton Paar®, modelo MCR 72, e de uma geometria de análise composta por uma placa paralela de 25mm, construiu-se uma curva de viscosidade (tixotropia) utilizando tensões de cisalhamento (τ) de 0 a 100 Pa com 20 pontos tanto para a curva ascendente quanto para a descendente, fazendo leituras a cada 30 segundos (FONSECA JUNIOR, 2021).

3.6 TESTES DE ESTABILIDADE PRELIMINAR

Os testes de estabilidade preliminar foram realizados na emulsão tida como mais estável, de composição e velocidade de agitação já definidas, após 48 horas de seu preparo. Foram realizados quatro testes que são considerados preliminares no presente estudo: centrifugação, estresse térmico, ciclo gela-degela e fotoperíodo. Os testes foram realizados todos em triplicata, onde no final de cada teste, as amostras resultantes passaram por aferições de seus parâmetros organolépticos e físico-químicos, para averiguação de seus resultados de estabilidade.

Desta forma, foram preparados 600 g da solução escolhida em triplicata, de maneira a dividir aproximadamente 100 g de amostra em 5 potes de vidro com tampa com as seguintes nomenclaturas referentes às análises: controle (condições de início dos testes de estabilidade), estresse térmico, ciclo gela-degela, fotoperíodo e 15 dias.

3.6.1 **Teste de Centrifugação**

Todas as emulsões desenvolvidas passaram pelo teste de centrifugação em algum ponto da análise, onde 5 g de amostra foram submetidos, em duplicata, a três ciclos de 15 minutos no interior de tubos falcon de 15 mL. Os ensaios foram realizados na centrífuga Eppendorf®, modelo 5702, à 1000, 2500 e 3500 rpm (CASTELI *et al.*, 2008; SILVA, 2016). A centrifugação foi realizada na amostra controle e após todos os outros testes de estabilidade para poder verificar a influência dos mesmos sobre as emulsões.

3.6.2 Estresse Térmico

No teste de estresse térmico, as amostras em triplicata tiveram sua temperatura elevada em estufa aquecedora com circulação de ar Tecnal®, modelo TE-394/2, a 40°C, progredindo de $5 \pm 1^\circ\text{C}$ a cada 30 minutos, até que atingissem a temperatura de 80°C. Após o equilíbrio térmico das amostras com a temperatura ambiente (25°C) e repouso por 24h, a avaliação organoléptica e físico-química das mesmas foi realizada (CASTELI *et al.*, 2008; SILVA, 2016).

3.6.3 Ciclo Gela-Degela

O teste do ciclo gela-degela envolveu a exposição das formulações em triplicata a diferentes temperaturas por 12 dias, alternando entre os dias que ficaram armazenadas em geladeira Consul®, modelo Consul Bem Estar, a $4 \pm 2^\circ\text{C}$ e os dias que foram postas em estufa de circulação de ar Solid Steel®, modelo SSDic – 40L, de $45 \pm 2^\circ\text{C}$. Ao final do 12º dia, as amostras foram colocadas em repouso por 24 horas e os parâmetros organolépticos e físico-químicos foram avaliados (BRASIL, 2012; SILVA, 2016; FARIAS, 2022).

3.6.4 Teste de Fotoperíodo

O teste de fotoperíodo envolveu a exposição das amostras à presença e à ausência de luz durante um total de 12 dias, por um ciclo de 6 dias cada. Ao final do 12º dia, as amostras foram colocadas em repouso por 24 horas e os parâmetros organolépticos e físico-químicos foram avaliados (BRASIL, 2012; SILVA, 2016; FARIAS, 2022).

3.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados numéricos obtidos nos ensaios foram expressos em média e desvio padrão e analisados estatisticamente a partir do software BioEstat® 5.3. Além disso, foi realizado o teste ANOVA One Way para a análise de variância para múltiplas médias, onde foi aplicado o teste de Tukey com 5% de significância.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL

O óleo de castanha-do-brasil apresentou cor amarelada e translúcida. Os resultados obtidos para sua caracterização estão apresentados na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3 – Resultados da caracterização do óleo de castanha-do-brasil rançoso.

Parâmetros	Valor experimental
Índice de acidez (mg NaOH/g)	7,575 ± 0,069
Índice de saponificação (mg KOH/g)	168,800 ± 0,713
Índice de peróxidos (meq/kg)	170,552 ± 1,023
Índice de refração	1,475 ± 0,000

Os valores obtidos para o índice de acidez e peróxidos do óleo de castanha-do-brasil apontam para uma atividade oxidativa na matéria-prima, o que já era esperado, uma vez que as castanhas utilizadas para a extração do óleo foram designadas como rançosas pela empresa responsável pela extração do óleo. Conforme Resolução da ANVISA (RDC n° 270 de setembro de 2005), os valores máximos para ambos os parâmetros são de 4 mg NaOH/g e 15 meq/kg, respectivamente, fazendo com que os resultados obtidos indicassem a não aplicabilidade de tal óleo para a indústria alimentícia (BRASIL, 2005). Contudo, para as aplicações cosméticas, tais parâmetros que indicam o estado de conservação do óleo e sua qualidade são abordados a partir da adição de outros excipientes, como agentes espessantes, que tornam o produto final estável e com um tempo de prateleira adequado (TRINDADE, 2014).

Quanto ao índice de saponificação que indica as características estruturais do óleo, observou-se que para o valor encontrado de 168,800 ± 0,713 pode-se dizer que o mesmo contém ácidos de cadeia longa devido a alta quantidade de KOH necessário para saponificar 1 g de óleo ou gordura (KOBORI e JORGE, 2005; MUNIZ *et al.*, 2015). O estudo da saponificação também pode determinar o grau de deterioração do óleo, verificando se suas propriedades estão dentro das especificações e identificando possíveis fraudes (CALLEGARI, 2015). Já o índice

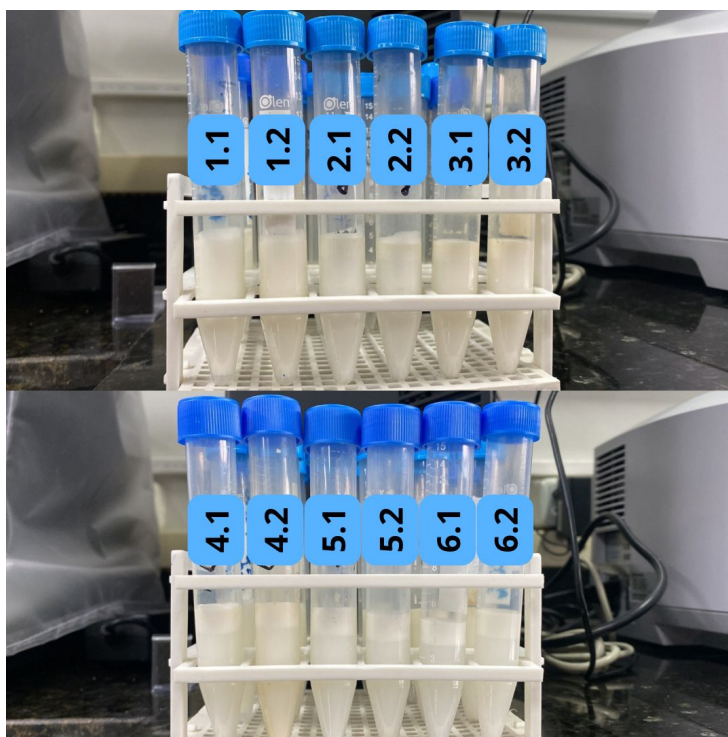
de refração para o óleo de castanha-do-brasil encontrado (1,475) está próximo da faixa descrita na literatura de $1,4600 \pm 0$ até $1,4710 \pm 0$ (ROLIM, 2016; SCHONS *et al.*, 2017; FARIAS, 2022). Visto que tal índice estuda como a polarizabilidade de um composto é afetado pela passagem de ondas eletromagnéticas (luz), ele pode ser aplicado para medir a polarizabilidade de um líquido. Para emulsões do tipo A/O, quanto menor for a diferença entre o índice de refração das gotículas de água e da fase contínua oleosa, menor será a atração entre as gotículas de água (BALZARETTI, 1995).

Em seu trabalho, Ferreira e colaboradores (2009) encontraram para o óleo de castanha-do-brasil, o índice de saponificação e de refração, de $198,58 \pm 0,05$ mg KOH/g e $1,466 \pm 0,00$, respectivamente, enquanto Muniz e colaboradores (2015), encontraram os valores de $178,50 \pm 0,05$ mg KOH/g e $1,466 \pm 0,00$, respectivamente. Estes resultados se encontram próximos dos obtidos no presente trabalho e indicam uma concordância entre as metodologias utilizadas para a caracterização do óleo de castanha-do-brasil.

4.2 DETERMINAÇÃO DO EHL DO ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL

A determinação do valor para o equilíbrio hidrofílico-lipofílico do óleo de castanha-do-brasil foi realizada a partir de métodos empíricos, onde a partir de diferentes misturas de tensoativos, encontram-se emulsões estáveis que informam indiretamente o valor de tal parâmetro. Na Figura 10 estão apresentadas as 6 emulsões obtidas em duplicata, cuja composição está descrita na Tabela 2 (item 3.2).

Figura 10 - Análise visual das emulsões preparadas com óleo de castanha-do-brasil para determinação do equilíbrio hidrofílico-lipofílico (EHL).



Analisando as emulsões de 1 a 6, observa-se que somente a emulsão 1, contendo 5 g de Span 60®, se mostrou estável. As emulsões de 2 a 6 apresentaram o fenômeno da cremação, como observado na Figura 10. O comportamento estável da emulsão 1 pode ser decorrente do fato do Span 60® ser um ácido saturado de cabeça polar curta sem ramificações, o que pode resultar em cadeias mais organizadas ao redor dos glóbulos oleosos (ROLIM, 2016). Apesar da combinação de tensoativos comumente se tornar uma alternativa para uma maior rigidez e força intermolecular entre as moléculas de uma emulsão, no presente estudo, a mistura de tensoativos de EHL individual baixo (4,7) com valores mais altos (15) resultou majoritariamente em misturas instáveis.

A partir dos valores resultantes de EHL encontrados, foi verificada a obtenção de emulsões de comportamento do tipo A/O, caracterizadas por valores de EHL inferiores a 6, conforme Tabela 4 (MATOS, 2019). Além disso, pôde-se verificar também que tal valor baixo de EHL encontrado (4,7) indica uma maior afinidade da emulsão pela sua fase oleosa, em detrimento à sua fase aquosa (ROLIM, 2016).

Tabela 4 - Relação entre o valor de EHL e a aplicação das misturas tensoativas.

Valores de EHL	Características
< 6	Emulsões A/O
7 – 9	Agente de molhamento
8 – 18	Emulsões O/A
13 – 15	Detergente
> 15	Solubilizante

As emulsões de comportamento do tipo A/O são bastante difundidas em produtos voltados para a limpeza da pele, como demaquilantes e géis de limpeza, de maneira que a fase dispersa oleosa solubiliza os lipídios presentes na superfície da pele. Contudo, do ponto de vista cosmético, tal tipo de emulsão pode possuir efeito oclusivo e influenciar a formação de comedões sebáceos, cravos que surgem da obstrução dos poros a partir do aumento da produção do sebo (LEONHARDT e GUILHON, 2016; FIDELIS, 2020).

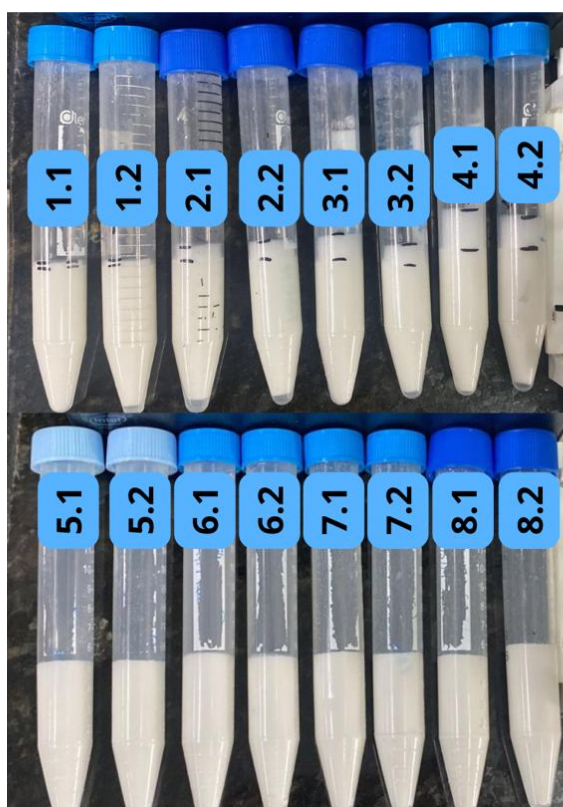
Em seu trabalho de 2016, Rolim encontrou emulsões estáveis a partir do mesmo valor de EHL (4,7) para o óleo de castanha-do-brasil estudado, o que corrobora os resultados obtidos para as presentes formulações contendo somente o Span 60®. O autor encontrou ainda outra combinação de tensoativos que levaram à estabilidade da emulsão, contendo uma mistura de 87,94% de Span 60® com 12,06% de Span 80®.

4.3 DETERMINAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO NA FORMAÇÃO DA EMULSÃO DE ÓLEO DE CASTANHA-DO-BRASIL

Mediante a maior estabilidade da emulsão 1 em relação às outras desenvolvidas no estudo, esta foi escolhida para análise da influência da agitação. A partir da utilização de 8 agitações diferentes, onde 4 delas advinham do agitador mecânico e as outras 4 do agitador de alto cisalhamento do tipo Turrax, foi possível observar a influência do tipo de agitador na estabilidade das emulsões desenvolvidas. As alíquotas das emulsões pós-centrifugação estão presentes na Figura 11.

Figura 11 - Influência da agitação na estabilidade das emulsões após teste de centrifugação.

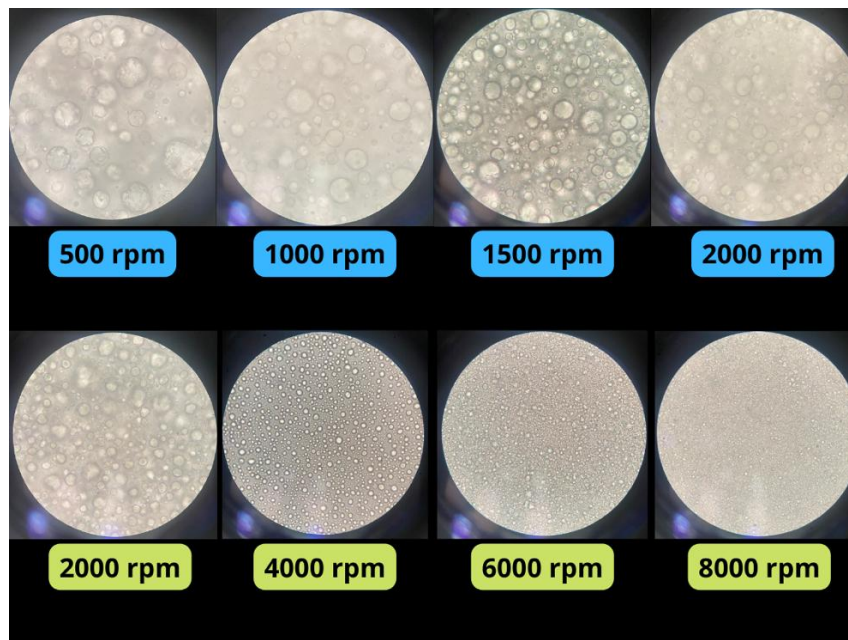
Amostras de 1 a 4 foram obtidas com o agitador mecânico em diferentes velocidades: 500 rpm (1.1 e 1.2); 1000 rpm (2.1 e 2.2); 1500 rpm (3.1 e 3.2); e 2000 rpm (4.1 e 4.2). Amostras de 1 a 8 foram obtidas com o agitador de alto cisalhamento em diferentes velocidades: 2000 rpm (5.1 e 5.1); 4000 rpm (6.1 e 6.2); 6000 rpm (7.1 e 7.2); e 8000 rpm (8.1 e 8.2).



Após análise macroscópica e teste de centrifugação, observou-se um processo de instabilidade em todas as emulsões advindas do uso do agitador mecânico (1 a 4), de forma a apresentarem uma camada crescente de espuma a partir do aumento da velocidade de agitação. Já as emulsões preparadas a partir do agitador de alto cisalhamento (5 a 8), observou-se ausência de quaisquer tipos de instabilidade.

Para então realizar a escolha do agitador e da velocidade de agitação que promoveram a emulsão mais estável, foi realizada uma análise do formato microscópico de todos os sistemas (Figura 12).

Figura 12 - Estado microscópico das emulsões formuladas com óleo de castanha-do-brasil. Indicado de azul as amostras de 1 a 4, obtidas a partir do agitador mecânico e de verde as amostras de 5 a 8, obtidas com o agitador de alto cisalhamento, em diferentes velocidades.



Verifica-se na Figura 12 que as gotículas das emulsões A/O obtidas a partir do homogeneizador mecânico foram comparativamente maiores e mais irregulares que os obtidos com o agitador de alto cisalhamento, além de possuir um maior espaçamento entre si. Um fenômeno comum de se observar em emulsões de diferentes tamanhos de gotículas é a junção das menores com as maiores (amadurecimento de Ostwald), o que se torna mais provável de ocorrer com as emulsões desenvolvidas no agitador mecânico em agitações de velocidade mais baixa (ZANIN *et al.*, 2002).

Além disso, Farias em 2022 constatou que a homogeneização envolvendo maiores rotações, e logo, maiores quantidades de energia mecânica fornecidas ao sistema, torna o processo de mistura mais sustentável por precisar de um menor tempo para atingir os requisitos energéticos necessários, o que é mais uma vantagem do uso dos homogeneizadores de alto cisalhamento (SILVA *et al.*, 2018; FARIAS, 2022).

Comparando as duas emulsões desenvolvidas com a mesma velocidade de agitação (2000 rpm), observou-se que a geometria do sistema de alto cisalhamento influenciou a consistência da emulsão, de maneira que tal formulação se mostrou mais consistente após 48h do que a obtida com o agitador mecânico de pás. Isso decorre pela maior perda de energia advinda do agitador de pás, que pode ser utilizado para sistemas que precisam de menor energia

de agitação e que não estejam relacionados com a dispersão de dois líquidos imiscíveis, como em casos de suspensão sólido-líquido, transferência de calor entre líquidos e uma superfície condutora, homogeneização e dispersão gás-líquido (FIDELIS, 2020; SANTOS, 2020). A partir disso, observou-se que o uso dos agitadores do tipo rotor-estator são os mais comumente utilizados na formulação de emulsões por promoverem uma maior probabilidade de colisão entre as partículas e aumentando a viscosidade do sistema final (CASSOL, 2016).

A partir da análise microscópica, foi possível verificar que as gotículas que apresentaram uma formação regular e distribuição mais homogênea foram as da emulsão 6 (4000 rpm - Turrax), sendo mais uniformes. Assim, a formulação 6 foi a escolhida como a mais estável e encaminhada aos testes de estabilidade preliminar.

4.4 TESTES DE ESTABILIDADE PRELIMINAR

Os testes de estabilidade preliminar são essenciais nas fases iniciais de formulação de um produto, pois auxiliam o pesquisador a selecionar as emulsões de melhor aspecto e propriedades físico-químicas. Além disso, suas respectivas análises são auxiliadas pelo descobrimento do valor de EHL, embora o conceito de equilíbrio hidrofílico-lipofílico não contemple a influência de outros fatores que influenciam a performance dos surfactantes, tais como pH, temperatura e força iônica (MATOS, 2019).

4.4.1 Análise Organoléptica das Emulsões

Realizou-se uma análise das propriedades organolépticas das emulsões antes e depois dos testes propostos, encontrando-se os resultados presentes na Tabela 5, após 48 h de seu preparo.

Um ponto importante a ser mencionado é que foi observado a formação de uma fina camada de espuma nas amostras que passaram pelo teste de estresse térmico, onde as gotículas que apresentaram menor densidade se deslocaram à parte superior da mistura e proporcionaram um aspecto visual levemente heterogêneo. Observou-se nessas alíquotas também uma leve alteração no odor, de forma a perder grande parte de sua fragrância característica. É importante mencionar que o estresse térmico é utilizado para a análise da viabilidade das emulsões com

óleos vegetais pois estima condições extremas de temperatura durante seu preparo e armazenamento (ROLIM, 2016).

Tabela 5 - Análise organoléptica das emulsões.

Amostra	Cor	Odor	Aspecto
Controle	Sem modificação	Sem modificação	Sem modificação
Estresse Térmico	Sem modificação	Levemente modificado	Levemente modificado
Ciclo Gela-degela	Levemente modificada	Sem modificação	Sem modificação
Fotoperíodo	Sem modificação	Modificado	Sem modificação
15 dias	Sem modificação	Sem modificação	Sem modificação

* O controle equivale à emulsão após 48 horas de sua formulação.

As amostras levadas ao ciclo gela-degela apresentaram uma leve coloração amarelada, que pode indicar um início de um processo de inversão de fases. Por fim, as amostras levadas ao teste de fotoperíodo, apresentaram uma alteração moderada no odor, podendo estar relacionado a um processo de fotodegradação de um ou mais componentes da emulsão (YAPARATNE; TRIPP e AMIRBAHMAN, 2018).

4.4.2 Análise Físico-Química das Emulsões

Quanto às análises físico-químicas realizadas, foram encontrados os seguintes valores presentes na Tabela 6.

A verificação do pH consiste em uma informação que dá visão ao formulador quanto a necessidade da adição ou não de acidulantes ou alcalinizantes para seu ajuste. Considerando a faixa de pH da pele (5,5 a 8,0), todas as amostras avaliadas apresentaram valores compatíveis e tolerantes biologicamente, entre $6,53 \pm 0,08$ e $7,23 \pm 0,04$ (VELASCO *et al.*, 2008; ROLIM, 2016).

Tabela 6 - Análise dos parâmetros físico-químicos das emulsões contendo óleo de castanha-do-brasil. Letras iguais indicam que não há diferença estatística da amostra quando comparada ao seu controle, mediante o teste de Tukey ($p < 0,05$).

Amostra	pH	Densidade Relativa (g/cm³)	Condutividade (μS/cm)
Controle	6,93 ^a \pm 0,08	0,27 ^a \pm 0,06	23,10 ^a \pm 0,32
Estresse Térmico	6,53 ^b \pm 0,08	0,33 ^b \pm 0,00	22,57 ^a \pm 0,42
Ciclo Gela-degela	7,09 ^a \pm 0,03	0,30 ^a \pm 0,01	17,48 ^b \pm 0,07
Fotoperíodo	7,03 ^a \pm 0,01	0,31 ^a \pm 0,01	17,91 ^b \pm 0,41
15 dias	7,23 ^b \pm 0,04	0,30 ^a \pm 0,01	17,14 ^b \pm 0,31

* O controle equivale à emulsão após 48 horas de sua formulação.

Geralmente, a diminuição do pH ocorre devido à hidrólise de ácidos graxos livres, sejam eles do surfactante ou da fase oleosa, onde estudos demonstram que a hidrólise é favorecida mediante altas temperaturas. Desta maneira, a obtenção dos menores valores de pH para os testes de estresse térmico, com diferenças estatísticas significativas quando compara-se ao controle, é justificada (PIANOVSKI et al., 2008).

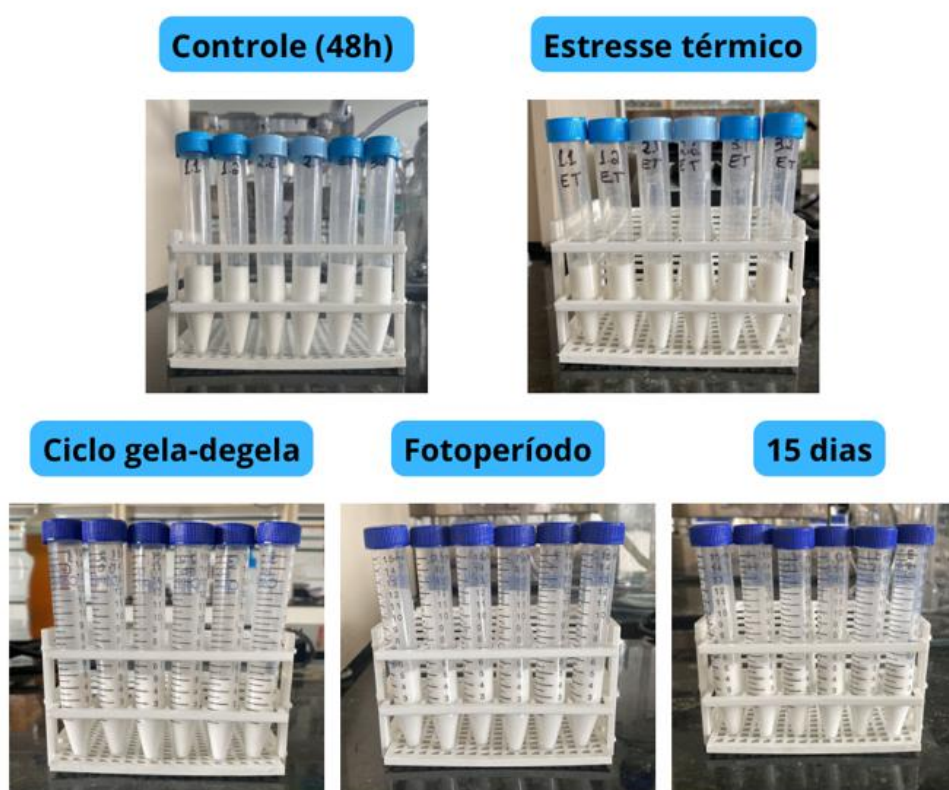
Quanto à densidade relativa, verificou-se que as emulsões se mostraram majoritariamente sem diferenças significativas em relação ao controle após os testes de estabilidade preliminar. Apenas a amostra submetida ao estresse térmico apresentou diferença estatística ($p < 0,05$), o que pode ser explicado por uma possível incorporação de ar presente dentro do pote quando a amostra era colocada sob condições extremas de temperatura e/ou no próprio picnômetro de vidro. Sendo uma emulsão cremosa, é possível que tenha ocorrido algum tipo de armazenamento do ar não visível a partir dos movimentos realizados para acomodação da amostra no picnômetro. Desta forma, observou-se valores de densidade entre $0,27 \pm 0,06$ e $0,33 \pm 0$ para tal parâmetro físico-químico (RIBEIRO, 2015).

A medição da condutividade das amostras indica a sua relação com o tamanho das gotículas, de maneira a aumentar quando seu tamanho é pequeno. Isso se dá devido a maior área superficial dos glóbulos aquosos nesses tipos de formulações, o que permite o transporte dos elétrons de maneira facilitada, além da tendência que as partículas menores têm de possuir

mais carga elétrica em sua superfície (MASMOUDI *et al.*, 2005; FARIAS, 2022). Logo, a diminuição da condutividade das amostras que passaram pelo ciclo gela-degela, fotoperíodo e a avaliação após 15 dias indicam uma possível aglomeração entre as gotículas e aumento da coalescência, o que diminui a condutividade do sistema, se mostrando significativa em comparação ao controle ($p < 0,05$).

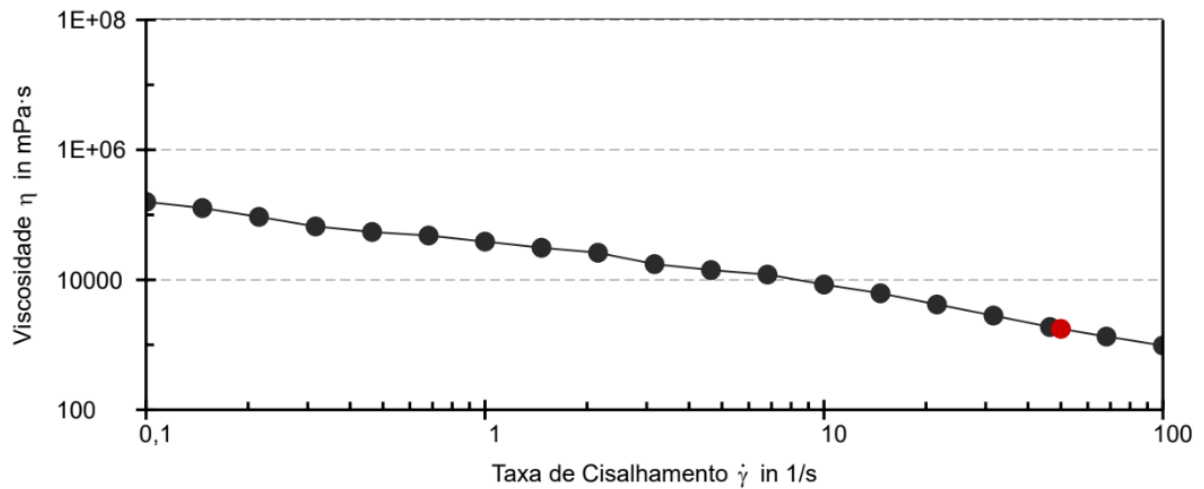
O ensaio de centrifugação de alíquotas de todas as amostras foi realizado após os testes, de maneira que nenhuma delas mostrou qualquer sinal de instabilidade, como demonstrado na Figura 13. Esse teste aumenta a força exercida gravitacionalmente ao sistema, aumentando o número de colisões entre as gotículas da emulsão, podendo influenciar na estabilidade do sistema por meio de fenômenos de cremação e/ou separação de fases.

Figura 13 - Alíquotas centrifugadas das emulsões contendo óleo de castanha-do-brasil após os testes de estabilidade preliminar.



Amostras das emulsões com 15 dias após seu desenvolvimento foram analisadas em um reômetro, para estudo de seu comportamento reológico. As curvas de viscosidade obtidas estão apresentadas na Figura 14.

Figura 14 – Viscosidade da emulsão contendo óleo de castanha-do-brasil, após 15 dias de formulação, em função da taxa de cisalhamento.



Verifica-se pela imagem que as formulações apresentam diminuição da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento e que existe sobreposição das curvas de subida e descida, ou seja, com a diminuição da taxa de cisalhamento, a viscosidade aumenta pelo mesmo “caminho”. Portanto, as emulsões contendo o óleo de castanha-do-brasil podem ser consideradas não-newtonianas e não tixotrópicas (ISAAC *et al.*, 2015), com ausência do fenômeno conhecido como histerese (LACHMAN *et al.*, 2015).

Desta forma, conclui-se que o comportamento inversamente proporcional entre a taxa de cisalhamento e a viscosidade da formulação facilita a aplicação do produto cosmético na pele do consumidor (MATHIAS *et al.*, 2013). Contudo, a ausência de histerese entre as curvas de viscosidade pode indicar uma dificuldade da liberação de ativos a serem adicionados na formulação, visto que, de acordo com Isaac e colaboradores (2015), substâncias adicionadas em sistemas tixotrópicos são liberadas de maneira mais facilitada nos produtos com baixa viscosidade (ISAAC *et al.*, 2015; GNANN *et al.*, 2020; FONSECA JUNIOR, 2021).

Portanto, verificou-se que a emulsão contendo o óleo de castanha-do-brasil se comportou de maneira promissora, promovendo a utilização de subprodutos da indústria alimentícia pelo uso de uma matéria-prima advinda de castanhas impróprias para consumo. Tornam-se necessários mais estudos focados na adição de excipientes para estabilizar os parâmetros de pH e condutividade, que foram os que apresentaram diferenças significativas e relação ao controle e ensaios reológicos mais aprofundados, que devem possibilitar o desenvolvimento de uma formulação com ativos de alto valor agregado.

5 CONCLUSÃO

Após a caracterização do óleo de castanha-do-brasil utilizado, verificou-se que os valores aferidos para o índice de acidez e índice de peróxidos do óleo de castanha-do-brasil apontam para uma atividade oxidativa na matéria-prima, previsto pela sua atribuição rançosa, de maneira que observou-se sua possível aplicabilidade na indústria cosmética. Quanto ao índice de saponificação, pode-se dizer que o mesmo conotou a presença de ácidos polinsaturados de cadeia longa.

A metodologia utilizada para determinação do equilíbrio hidrofílico-lipofílico (EHL) foi satisfatória a ponto de diminuir o tempo de escolha dos surfactantes que promovem uma maior estabilidade. Por ela, observou-se uma maior estabilidade na emulsão que continha apenas um tensoativo (Span 60 ®). Além disso, a partir do valor de EHL resultante (4,7), observou-se que a emulsão obtida era do tipo A/O.

Analisando a influência da agitação e do tipo de agitador utilizado para preparação das emulsões, observou-se que o agitador de alto cisalhamento foi tomado como mais eficaz, possibilitando a formação de gotículas de água mais homogêneas e com distância mais uniformes entre si. Mediante a análise microestrutural, a velocidade de agitação escolhida como mais eficiente para se obter uma emulsão estável foi a de 4000 rpm.

A formulação dada como a mais estável apresentou resultados satisfatórios nos testes de estabilidade preliminar, não apresentando variações organolépticas bruscas. Físico-quimicamente, a amostra apresentou diferenças significativas relacionadas ao pH e na condutividade após os testes de estabilidade. Quanto à análise de sua viscosidade, a emulsão foi caracterizada como um líquido não-newtoniano e não apresentou comportamento tixotrópico, o que pode influenciar na liberação de ativos adicionados à formulação.

Assim, a emulsão selecionada serve de base para futuros estudos mais aprofundados sobre suas propriedades cosméticas e reológicas, desenvolvendo a cada dia mais bioprodutos amazônicos de valor comercial.

REFERÊNCIAS

ABIHPEC – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE HIGIENE PESSOAL, PERFUMARIA E COSMÉTICOS. **Panorama do Setor 2022**, p. 5. 2022.

Alfarrabios - O semeador de letras. **Castanha-do-Brasil**. 2011. Disponível em: <<https://semeadordeletras.wordpress.com/2011/10/31/castanha-do-brasil/>>. Acesso em: 5 ago. 2022.

ANDRADE, A. K. S. **Desenvolvimento de sistemas nanoestruturados contendo TiO₂ e manteiga de ucuuba para obtenção de formulações fotoprotetoras multifuncionais**. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade Federal de Sergipe. Itabaiana, 2022.

ANDRADE, M. C. **Beleza brasileira: um estudo sobre o mercado de cosméticos brasileiro e seus principais fatores de competitividade**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Comércio Exterior). Universidade de Taubaté. Taubaté, 2021.

BALZARETTI, N. M. **Estudo experimental sobre o efeito de altas pressões no índice de refração de materiais cerâmicos**. Tese (Doutorado em Ciências). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 1995.

BARROS, F. F. C.; QUADROS, C. P.; JÚNIOR, M. R. M.; PASTORE, G. M. Surfactina: propriedades químicas, tecnológicas e funcionais para aplicações em alimentos. **Química Nova**, v. 30, n. 2, p. 409-414. 2007.

BRASIL. ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Série: Qualidade. v. 1, 1 ed., Brasília: ANVISA, 2004.

BRASIL. ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal**. Resolução nº 270, de 22 de setembro de 2005. Brasília: ANVISA, 2005.

CALLEGARI, F. C. **Desenvolvimento e avaliação físico-química e microbiológica de cosméticos para a pele humana contendo óleos de Macaúba (*Acrocomia aculeata* (Jacq.) Lodd. ex Mart.)**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2015.

CARDOSO, B. R.; SILVA DUARTE, G. B.; REIS, B. Z.; COZZOLINO, S. M. F. Brazil nuts: Nutritional composition, health benefits and safety aspects. **Food Research International**, v. 100, n. 2, p. 9-18. 2017.

CARVALHO, A. L. S.; MARTELLI, M. C.; NASCIMENTO, S. C. C.; BRASIL, D. D. S. B. Óleo de Castanha-do-Brasil: métodos de extração e aplicações na indústria. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 4. 2022.

CARVALHO, J. G. S. **Estudo sobre formulações cosméticas naturais e princípios ativos de origem natural encontrados no Brasil**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química). Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, 2021.

CASSOL, G. S. **Estudo da aplicação do ultrassom e de um agitador de alta velocidade no desenvolvimento de protetores solares**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2016.

CASTELI, V. C.; MENDONÇA, C. C.; CAMPOS, M. A. L.; FERRARI, M.; MACHADO, S. R. P. Desenvolvimento e estudos de estabilidade preliminares de emulsões O/A contendo Cetoconazol 2, 0%. **Acta Scientiarum. Health Sciences**, v. 30, n. 2, p. 121-128. 2008.

CESTARI, S. C. P. **Noções de anatomia e histologia da pele**. In: RAMOS E SILVA, M.; CASTRO M. C. R. Fundamentos de Dermatologia. Rio de Janeiro. Editora Atheneu; p. 9-16. 2009.

COELHO, L. G. **Desenvolvimento e estudo da estabilidade emulsões com propriedades repelentes naturais**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Tecnologia em Processos Químicos). Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Toledo, 2014.

Conselho Regional de Química. **Evolução dos Cosméticos no Brasil**. Disponível em: <<https://www.crq4.org.br/cosmeticosleiamais1>>. Acesso em: 25 jul. 2020.

Cosmética em Foco (2017). **Qual a melhor hélice para preparar cosméticos?** Disponível em: <<https://cosmeticaemfoco.com.br/artigos/qual-melhor-helice-para-cosmeticos/>>. Acesso em: 07 ago. 2022.

DAMASCENO, B. P. G. L.; SILVA, J. A.; OLIVEIRA, E. E.; SILVEIRA, W. L. L.; ARAÚJO, I. B.; OLIVEIRA, A. G.; EGITO, E. S. T. Microemulsão: Um promissor carreador para moléculas insolúveis. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**. v. 32, n. 1, p. 9-18. 2011. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/11449/72501>>. Acesso em: 4 ago. 2022.

DIAS, R. J. V. **Desenvolvimento e otimização do método de fabrico de uma emulsão cutânea–Scale-up produtivo**. Dissertação (Mestrado Integrado em Engenharia Química). Universidade de Coimbra. Coimbra, 2017.

FERNANDES, E. T. M. B. F. Diversidade morfológica e produção de *Bertholletia excelsa* HBK (*Lecythidaceae*) no sudeste do Estado do Acre - Brasil. **Anais do VIII Congresso de Ecologia do Brasil**. Caxambu, 2007.

FERRARI, M. **Obtenção e aplicação de emulsões múltiplas contendo óleos de andiroba e copaíba**. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Faculdade de Ciências Farmacêuticas. Universidade de São Paulo. Ribeirão Preto, 1998.

FERREIRA, E. D. S.; SILVEIRA, C. D. S.; LUCIEN, V. G.; AMARAL, A. S. Caracterização físico-química da amêndoa, torta e composição dos ácidos graxos majoritários do óleo bruto da castanha-do-brasil (*Bertholletia excelsa* HBK). **Alimentos e Nutrição Araraquara**, v. 17, n. 2, p. 203-208. 2009.

FIDELIS, L. M. **Desenvolvimento, avaliação e classificação de emulsões cosméticas Óleo/Água**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial). Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 2020.

FIORI, K. P.; TORRES, M. P. R.; SCHONS, J. I.; RIBEIRO, E. B.; NOGUEIRA, R. M.; VASCONCELOS, L. G.; ANDRIGHETTI, C. R.; JACINTO, M. J.; VALLADÃO, D. M. Microemulsion of Brazil nut oil as a natural product to improve superoxide release in human phagocytes. **Química Nova**, v. 40, n. 9, 1051-1057. 2017.

FONSECA JUNIOR, E. Q. **Desenvolvimento de emulsões com atividades antimicrobiana, antioxidante e fotoprotetora, utilizando extratos de guaraná (*Paullinia cupana*) e óleo essencial de pau rosa (*Aniba rosaeodora*)**. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia e Recursos Naturais da Amazônia). Universidade do Estado do Amazonas. 2021.

FRANGE, R. C. C.; GARCIA, M. T. J. Desenvolvimento de emulsões óleo de oliva/água: avaliação da estabilidade física. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 30, n. 3, 2009.

FREITAS, S. P.; FREITAS-SILVA, O.; MIRANDA, I. C. D.; COELHO, M. A. Z. Extração e fracionamento simultâneo do óleo da castanha-do-Brasil com etanol. **Food Science and Technology**, p. 14-17. 2007.

GALEMBECK, F.; CSORDAS, Y. **Cosméticos: a química da beleza**. Coordenação central de educação a distância, p. 4-38. 2011.

GNANN, G. W. M.; DE ALMEIDA, C.; PAGANOTTE, D. M.; ISAAC, V.; CHIARI-ANDRÉO, B. G.; MARTINI-MARCIANO, P. C. Desenvolvimento de fitocosmético antioxidante com extrato de laranja (*Citrus sinensis*). Singular. **Saúde e Biológicas**, 1(1). 2020.

Granado Farmácias. **Nossa história**. Disponível em: <<https://www.granado.com.br/granado/nossa-historia>>. Acesso em: 11 dez. 2022.

GRIFFIN, W. C. Classification of Surface-Active Agents by “HLB”. **Journal of The Society of Cosmetic Chemists**, 1, p. 311-326. 1949.

HARHAUN, R.; KUNIK, O.; SARIBEKOVA, D.; LAZZARA, G. Biologically active properties of plant extracts in cosmetic emulsions. **Microchemical Journal**, v. 154. 2020.

IKA Dispersadores. **T 25 digital Ultra-Turrax®**. s.d. Disponível em: <<https://www.ika.com/pt/Produtos-Lab-Eq/Dispersadores-csp-177/T-25-digital-ULTRA-TURRAX-cpdt-3725000/>>. Acesso em: 07 ago. 2022.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos Físico-químicos para análise de alimentos**. p. 1020. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.

ISAAC, V. L. B.; CHIARI-ANDRÉO, B. G.; MARTO, J. M.; MORAES, J. D. D.; LEONE, B. A.; CORRÊA, M. A.; RIBEIRO, H. M. Rheology as a tool to predict the release of alpha-lipoic acid from emulsions used for the prevention of skin aging. **BioMed Research International**, 2015.

KAINER, K. A.; WADT, L. H. O.; STAUDHAMMER, C. L. The evolving role of *Bertholletia excelsa* in Amazonia: contributing to local livelihoods and forest conservation. **Desenvolvimento e Meio Ambiente**, v. 48, Edição especial: 30 Anos do Legado de Chico Mendes, p. 477-497. 2018.

KNOWLTON, J. L. **Emulsion theory**. In: Butler H, editor. Poucher's perfumes. Springer Netherlands, Dordrecht: Cosmetics and Soaps, p. 601-23. 2000.

KOBORI, C. N.; JORGE, N. Caracterização dos óleos de algumas sementes de frutas como aproveitamento de resíduos industriais. **Ciência e agrotecnologia**, v. 29, p. 1008-1014. 2005.

KOHL, R. S. **Desenvolvimento e caracterização de xampu sólido utilizando diferentes óleos vegetais**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química). Universidade do Vale do Taquari (Univates). Lajeado, 2021.

LACHMAN, J.; RUTKOWSKI, K.; TRAVNICEK, P.; VITEZ, T.; BURG, P.; TURAN, J.; VISACKI, V. Determination of rheological behaviour of wine lees. **International Agrophysics**, 29(3). 2015.

LEONG, T. S. H.; WOOSTER, T. J.; KENTISH, S. E.; ASHOKKUMAR, M. **Minimizing oil droplet size using ultrasonic emulsification**. *Ultrasonics Sonochemistry*, v. 16, n. 6, 721-727. Elsevier, 2009.

LEONHARDT, L.; GUILHON, A. Acne e seus tratamentos. **XIV Fórum de Ensino, Pesquisa e Extensão (Carazinho)**. 2016.

LÉZER, N. J.; TRANCHANT, J. F.; ALARD, V.; VU, C.; TCHORELOFF, P. C.; GROSSIORD, J. L. **Rheological analysis of highly concentrated w/o emulsions**. *Journal of The European Society of Rheology*, v. 37. 1998.

LIMA, C. R. R. C. **Identificação de ácidos graxos presentes no óleo de Castanha do Brasil em emulsões cosméticas**. Dissertação (Mestrado em Produção e Controle Farmacêuticos). Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo. São Paulo, 2010.

LIN, T. J. **Low-energy emulsification II: evaluation of emulsion quality**. *Society of Cosmetic Chemistry*, v. 29, p. 745-756. 1978.

LUCENA, I. L. **Influence of nonionic surfactants in molecular distillation of petroleum**. Tese (Doutorado em Pesquisa e Desenvolvimento de Tecnologias Regionais). Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2013.

MASMOUDI, H.; DRÉAU, Y. L. E.; PICCERELLE, P.; KISTER, J. The evaluation of cosmetic and pharmaceutical emulsions aging process using classical techniques and a new method: FTIR. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 289, n. 1, p. 117-131. 2005.

MATHIAS, T. R. D. S.; ANDRADE, K. C. S.; ROSA, C. L. D. S.; SILVA, B. A. Avaliação do comportamento reológico de diferentes iogurtes comerciais. **Brazilian Journal of Food Technology**, 16, 12-20. 2013.

MATOS, R. **Nanoemulsificação de óleo de castanha do Brasil (*Bertholletia excelsa*) pelo método do ponto de inversão da emulsão e encapsulação de vitamina D3**. Dissertação (Mestrado em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos). Universidade de São Paulo. São Paulo, 2019.

MCCLEMENTS, D. J. Advances in fabrication of emulsions with enhanced functionality using structural design principles. **Current Opinion in Colloid and Interface Science**, [S. l.], v. 17, n. 5, p. 235–245. 2012.

MCCLEMENTS, D. J.; JAFARI, S. M. Improving emulsion formation, stability and performance using mixed emulsifiers: A review. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 251, p. 55-79. 2018.

MILAN, A. L. K.; MILÃO, D.; SOUTO, A. A.; WEBER, T. Estudo da hidratação da pele por emulsões cosméticas para xerose e sua estabilidade por reologia. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v.43, n. 4. 2007.

MORAES, E. G. **Processamento e caracterização de cerâmicas celulares obtidas por emulsificação de alcanos em suspensões de alumina**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Florianópolis, 2012.

MORAIS, J. M. **Desenvolvimento e avaliação do processo de obtenção de emulsões múltiplas A/O/A em etapa única empregando óleo de canola e tensoativo não iônico derivado de óleo de rícino**. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas). Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto. Ribeirão Preto, 2008.

MOULIN, E.; WERNER, Í.; SOUZA, J.; FONTES, M.; VILLANOVA, J.; SOUZA, T. Extraction, characterization, and evaluation of the functionality of fixed oil low-quality coffee beans for use as pharmaceutical ingredients. **International Journal of Plant Based Pharmaceuticals**. v. 2, n. 2, p. 155-165. 2022.

MUNIZ, M. A. P.; DOS SANTOS, M. N. F.; DA COSTA, C. E. F.; MORAIS, L.; LAMARÃO, M. L. N.; RIBEIRO-COSTA, R. M.; SILVA-JÚNIOR, J. O. C. Physicochemical characterization, fatty acid composition, and thermal analysis of *Bertholletia excelsa* HBK oil. **Pharmacognosy Magazine**, v. 11, n. 41, p. 147. 2015.

MYERS, D. **Surfactant science and technology**. John Wiley & Sons, 4 ed, WileyInterscience: Hoboken, NJ. 2020.

PACHECO, A. M.; SCUSSEL, V. M. Selenium and Aflatoxin Levels in Raw Brazil Nuts from the Amazon Basin. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 55, n. 26, p. 11087–11092. 2007.

PARABOCZ, C. R. B. **Estudo sobre formulações cosméticas naturais e princípios ativos de origem natural encontrados no Brasil**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química). Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, 2021.

PASCOA, H.; DINIZ, D. G. A.; FLORENTINO, I. F.; COSTA, E. A.; BARA, M. T. F. Microemulsion based on *Pterodon emarginatus* oil and its anti-inflammatory potential. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 51, n. 1. 2015.

PELEGRINE, D. H. G.; CARROCCI, L. R. **Equilíbrio Hifrofilico-Lipofílico (EHL) do biodiesel proveniente de óleo de mamona**. Blucher Chemical Engineering Proceedings, v. 1, n. 2. 2015.

PENA MUNIZ, M. A.; SANTOS, M. N. F.; COSTA, C. E. F.; MORAIS, L.; LAMARÃO, M. L. N.; RIBEIRO-COSTA, R. M.; SILVA-JÚNIOR, J. O. C. Physicochemical characterization, fatty acid composition, and thermal analysis of *Bertholletia excelsa* HBK oil. **Pharmacognosy Magazine**, v. 11, n. 41. 2015.

PESHKOVSKY, A. S.; PESHKOVSKY, S. L.; BYSTRYAK, S. **Scalable high-power ultrasonic technology for the production of translucent nanoemulsions**. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, v. 69, p. 77–82. 2013.

PIANOVSKI, A. R.; VILELA, A. F. G.; DA SILVA, A. A. S.; LIMA, C. G.; DA SILVA, K. K.; CARVALHO, V. F. M.; DE MUSIS, C. R.; MACHADO, S. R. P.; FERRARI, M. Uso do óleo de pequi (*Caryocar brasiliense*) em emulsões cosméticas: desenvolvimento e avaliação da estabilidade física. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 44, n. 2, p. 249-259. 2008.

PINTON, A. P.; BULHÕES, L. O. S. Desenvolvimento e estabilidade de nanoemulsões contendo o óleo de framboesa. **Disciplinarum Scientia**. Série: Naturais e Tecnológicas, Santa Maria, v. 16, n. 2, p. 196-206. 2015.

RABARON, A.; GAVÉ, G.; PUISIEUX, F.; SEILLER, M. Physical methods for measurement of the HLB of ether and ester non-ionic surface-active agents: H-NMR and dielectric constant. **International Journal of Pharmaceutics**, v.99, p.29-36. 1993.

REBELLO, T. **Guia de Produtos Cosméticos**. Editora Senac São Paulo; Edição: 12, p. 1-10. 2016.

RÊGO, T. V. **Emulsificação Óleo/Água por Membranas Utilizando Isolado Protéico de Soro de Queijo como Surfactante**. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos, Florianópolis, 2019.

RIBEIRO, Priscilla Tobias. **Desenvolvimento de emulsões utilizando extrato seco de *Passiflora Nitida Kunth***. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Universidade Federal do Amazonas. Manaus, 2015.

RODRIGUES, D. P. A. **Síntese de zinc imidazolate framework-8 para adsorção de óleo lubrificante automotivo de emulsão óleo em água**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande. Paraíba, 2021.

ROLIM, F. N. A. **Desenvolvimento de sistemas emulsionados contendo óleo de castanha-do-brasil (*Bertholletia excelsa*)**. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Universidade Federal do Amazonas. Amazonas, 2016.

SANTOS, Y. R. **A influência de diferentes processamentos nas características finais de uma emulsão fotoprotetora**. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu do Instituto de Ciências Ambientais, Químicas e Farmacêuticas, Universidade Federal de São Paulo. Diadema, 2020.

SCHONS, J. I.; FIORE, K. P.; RIBEIRO, E. B.; ANDRIGHETTI, C. R.; NOGUEIRA, R.; VALLADÃO, D. M. S. Extração assistida por ultrassom e caracterização do óleo da castanha-do-brasil (*Bertholletia excelsa* HBK). **Interciência**, v. 42, n. 9, p. 586-590. 2017.

SILVA, E. K.; COSTA, A. L. R.; GOMES, A.; BARGAS, M. A.; CUNHA, R. L.; MEIRELES, M. A. A. Coupling of high-intensity ultrasound and mechanical stirring for producing food emulsions at low-energy densities. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 47, p. 114-121. 2018.

SILVA, G. F. **Estudo do Potencial Biotecnológico de *Aniba canelilla* (H.B.K) Mez para Obtenção de Cosméticos**. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia e Recursos Naturais). Universidade do Estado do Amazonas, Escola Superior de Ciências da Saúde, Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia e Recursos Naturais da Amazônia. Manaus, 2012.

SILVA, G. F. **Pesquisa e desenvolvimento de cosméticos a partir de ativos vegetais da Amazônia**. Tese (Doutorado em Química) - Universidade Federal do Amazonas. Manaus, 2016.

SILVA, R. S. **Extratos vegetais de plantas nativas com potencial para produção de fitocosméticos**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Ciências Biológicas). Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Dois Vizinhos, 2021.

SILVA, V. O. S. **Caracterização microestrutural e reológica de emulsões óleo/água em cisalhamento**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica). Universidade de Brasília. Brasília, 2011.

Só Hélices. **Turbina Pitch Blade**. 2018. Disponível em: <<http://sohelices.com.br/turbina-pitch-blade/>>. Acesso em: 07 ago. 2022.

SOLOMONS, T. W. G; FRYHLE, C. B. **Química Orgânica**. Editora LTC, v. 1. 12 ed. 2018.

SOUZA, L. C.; SOUZA, E. S. e; BRITO, C. V. dos S. P.; DINIZ, M. C. Prospecção Tecnológica da Utilização dos Ácidos Graxos de Óleos Vegetais na Indústria de Cosméticos. **Cadernos de Prospecção**, v. 15, n. 2, p. 541–556. 2022.

TESSARO, L. **Produção de emulsão dupla A/O/A rica em extrato de folha de pitangueira (*Eugenia uniflora* L.) para aplicação em filmes ativos de gelatina e/ou quitosana**. 2020. Dissertação (Mestrado em Ciências da Engenharia de Alimentos). Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo. Pirassununga, 2020.

THOMAZ, F. M.; SOLDATI, P. P.; ZIMBARDI, D. 734 Skin regeneration properties of *Bertholletia excelsa* and *Fevillea trilobata* vegetable oils in an in vitro human fibroblast cell model. **Journal of Investigative Dermatology**, v. 136, n. 5, p. S130. 2016.

TONINI, H.; BALDONI, A. B.; HOOGERHEIDE, E. S. S.; BOTELHO, S. de C. C. Caracterização e rentabilidade do sistema extrativista da castanha-do-brasil praticado em Itaúba (MT). **Nativa**, [S. l.], v. 5, n. 3, p. 175-181. 2017.

TORRES, M. P. R.; ESPRENDOR, R.V. F.; BONALDO, S. M.; RIBEIRO, E. B.; VALLADÃO, D. M. S. Development, characterization and stability of microemulsions of bacaba, *Oenocarpus bacaba* oil. **Acta Amazonica**, n. 49, p. 246-255. 2019.

TRINDADE, K. C. R. **Melhorias no processo de fabricação de uma emulsão cosmética**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química). Universidade do Vale do Paraíba. São José dos Campos, 2014.

VELASCO, M. V. R.; MACIEL, C. P. M.; SARRUF, F. D.; CONSIGLIERI, V. O.; KANEKO, T. M.; BABY, A. R. Desenvolvimento e teste preliminar da estabilidade de formulações cosméticas acrescidas de extrato comercial de *Trichilia catigua* Adr. Juss (e) *Ptychopetalum olacoides* benth. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 29, n. 2. 2008.

VENKATARAMANI, D.; TSULAIA, A.; AMIN, S. Fundamentals and applications of particle stabilized emulsions in cosmetic formulations. **Advances in Colloid and Interface Science**, [S. l.], v. 283. p. 102234. 2020.

YAPARATNE, S.; TRIPP, C. P.; AMIRBAHMAN, A. Photodegradation of taste and odor compounds in water in the presence of immobilized TiO₂-SiO₂ photocatalysts. **Journal of hazardous materials**, v. 346, p. 208-217. 2018.

ZANIN, S. M.; MIGUEL, M. D.; CHIMELLI, M. C.; OLIVEIRA, A. B. Determinação do equilíbrio hidrófilo-lipófilo (EHL) de óleos de origem vegetal. **Visão Acadêmica**. v. 3, n. 1. 2002.

ZHANG, J.; XU, J.; GAO, M.; WU, Y. Apparent Viscosity of Oil-Water (Coarse) Emulsion and Its Rheological Characterization During the Phase Inversion Region. **Journal of Dispersion Science and Technology**, v. 34, n. 8, p. 1148-1160. 2013.

ZHANG, J.; XU, S.; LI, W. High shear mixers: A review of typical applications and studies on power draw, flow pattern, energy dissipation and transfer properties. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 57, n. 58, p. 25-41. 2012.