

**UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL**  
**ÁREA DO CONHECIMENTO DE CIÊNCIAS**  
**EXATAS E ENGENHARIAS**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE**  
**PROCESSOS E TECNOLOGIAS**

**APLICAÇÃO DA BENTONITA DE MELO COM DIFERENTES**  
**GRANULOMETRIAS NO DESENVOLVIMENTO DE**  
**FORMULAÇÕES COSMÉTICAS CAPILARES VEGANAS**

**Sandryne Maria de Campos Tiesen**

Caxias do Sul, 2022

**Sandryne Maria de Campos Tiesen**

**APLICAÇÃO DA BENTONITA DE MELO COM  
DIFERENTES GRANULOMETRIAS NO  
DESENVOLVIMENTO DE FORMULAÇÕES  
COSMÉTICAS CAPILARES VEGANAS**

Dissertação apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias da Universidade de Caxias do Sul, visando à obtenção de grau de mestre em Engenharia de Processos e Tecnologias, orientada por Dra. Venina dos Santos e coorientado por Dra. Camila Baldasso.

Caxias do Sul, 2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Universidade de Caxias do Sul  
Sistema de Bibliotecas UCS - Processamento Técnico

T564a Tiesen, Sandryne Maria de Campos

Aplicação da bentonita de Melo com diferentes granulometrias no desenvolvimento de formulações cosméticas capilares veganas [recurso eletrônico] / Sandryne Maria de Campos Tiesen. – 2022.

Dados eletrônicos.

Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias, 2022.

Orientação: Venina dos Santos.

Coorientação: Camila Baldasso.

Modo de acesso: World Wide Web

Disponível em: <https://repositorio.ucs.br>

1. Argilominerais. 2. Argila. 3. Cosméticos. 4. Cabelo - Estética. 5. Cuidados com a beleza. I. Santos, Venina dos, orient. II. Baldasso, Camila, coorient. III. Título.

CDU 2. ed.: 666.324

Catalogação na fonte elaborada pela(o) bibliotecária(o)  
Carolina Machado Quadros - CRB 10/2236

Sandryne Maria de Campos Tiesen

**“APLICAÇÃO DA BENTONITA DE MELO COM  
DIFERENTES GRANULOMETRIAS NO  
DESENVOLVIMENTO DE FORMULAÇÕES  
COSMÉTICAS CAPILARES VEGANAS”**

Dissertação apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias da Universidade de Caxias do Sul, visando à obtenção de grau de mestre em Engenharia de Processos e Tecnologias, orientada por Dra. Venina dos Santos e coorientado por Dra. Camila Baldasso.

**DISSERTAÇÃO APROVADA EM 3 DE MAIO DE 2022.**

Orientador: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Venina dos Santos / Universidade de Caxias do Sul

Coorientador: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Camila Baldasso / Universidade de Caxias do Sul

Banca Examinadora:

---

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann (UFRGS)

---

Prof. Dr. Matheus Poletto (UCS)

---

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Priscilla Batista Pail (UCS)

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus por fazer possível concluir todas as etapas do mestrado, me mantendo sempre incentivada durante toda essa trajetória, aos meus pais, Iara Rodrigues de Campos e Antônio Francisco Tiesen, e ao meu padrasto Claudio Dutra de Lima, por sempre me incentivarem nos estudos e acreditarem em mim, por toda compreensão e todo suporte diante as horas difíceis, sou eternamente grata.

Agradeço à minha orientadora Dra. Venina dos Santos e minha coorientadora Dra. Camila Baldasso por sua séria dedicação, pelo comprometimento com o trabalho e principalmente por todos os ensinamentos.

Agradeço à Professora Francie Bueno pela ajuda nos ensaios e discussões a respeito das formulações cosméticas desenvolvidas.

Sou grata a todos meus colegas e professores, por contribuírem com essa grande conquista. Não posso deixar de mencionar minhas colegas e amigas Julia Daneluz e Danieli Dallé que me auxiliaram a manter o equilíbrio durante os estudos, e por terem compartilhado suas experiências e seus conhecimentos.

Expresso também minha gratidão aos Doutores Carlos Pérez Bergmann, Matheus Poletto e Priscilla B. Pail que formaram a banca, por todas as sugestões e pela paciência diante a leitura do trabalho.

À Universidade de Caxias do Sul e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias por sua conceituada estrutura e pela qualidade de ensino ofertado, ao Laboratório de Farmacotécnica e a Técnica Simone Pereira por toda ajuda diante as análises prestadas.

Expresso minha gratidão à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) por investir nesse estudo e tornar possível a realização deste trabalho.

Por fim, agradeço a todos que de alguma maneira contribuíram para essa conquista, muito obrigado.

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	OBJETIVOS.....	16
	2.1 OBJETIVO GERAL.....	16
	2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	16
3	REFERENCIAL TEÓRICO.....	17
	3.1 ARGILAS .....	17
	<b>3.1.1 Composição e classificação</b> .....	18
	<b>3.1.2 Propriedades</b> .....	20
	<b>3.1.3 Aplicabilidade</b> .....	20
	3.2 ARGILAS BENTONITAS .....	22
	<b>3.2.1 Características e propriedades</b> .....	23
	3.3 BENTONITA DE MELO .....	24
	3.4 COSMETOLOGIA .....	24
	<b>3.4.1 Indústria cosmética</b> .....	24
	<b>3.4.2 Formulação vegana</b> .....	26
	<b>3.4.3 Formulação a partir de produtos naturais</b> .....	27
	<b>3.4.4 Tratamento capilar</b> .....	28
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	29
	4.1 LOCAL DE COLETA DA AMOSTRA.....	29
	4.2 DESCONTAMINAÇÃO DA AMOSTRA DE ARGILA .....	29
	4.3 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA DE ARGILA .....	30
	<b>4.3.1 Análise microbiológica</b> .....	30
	<b>4.3.2 Distribuição granulométrica</b> .....	31
	<b>4.3.3 Difração de raios X</b> .....	31
	<b>4.3.4 Espectroscopia por Infravermelho com Transformada de Fourier</b> .....	31
	<b>4.3.5 Avaliação da Área Superficial</b> .....	32
	<b>4.3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura</b> .....	32

4.4	AVALIAÇÃO DA APLICABILIDADE DA BENTONITA DE MELO NAS FORMULAÇÕES COSMÉTICAS CAPILARES VEGANAS .....	32
4.4.1	Desenvolvimento das Formulações .....	33
4.4.2	Análise microbiológica .....	35
4.4.3	Caracterização físico-química e avaliação de estabilidade das formulações .....	35
4.4.3.1	Avaliação de estabilidade .....	37
4.4.3.2	Análise organoléptica .....	37
4.4.3.3	Centrifugação .....	37
4.4.3.4	Determinação de pH .....	37
4.4.3.5	Determinação de espalhabilidade.....	38
4.4.3.6	Avaliação da viscosidade e comportamento reológico.....	39
4.4.3.7	Avaliação da irritabilidade dérmica, irritabilidade dérmica acumulada e sensibilização dérmica <i>in vivo</i> .....	39
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	41
5.1	CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA DE ARGILA .....	41
5.1.1	Análise microbiológica .....	41
5.1.2	Distribuição granulométrica.....	42
5.1.3	Difração de raios X.....	42
5.1.4	Espectroscopia por Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	44
5.1.5	Avaliação da área superficial.....	45
5.1.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	46
5.2	CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DA FORMULAÇÃO COSMÉTICA COM GRANULOMETRIA $\leq 45 \mu\text{m}$ .....	49
5.2.1	Análise microbiológica .....	49
5.2.2	Análise organoléptica .....	50
5.2.3	Centrifugação.....	51
5.2.4	Determinação de pH.....	52
5.2.6	Avaliação da viscosidade e comportamento reológico .....	53
5.3	CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DA FORMULAÇÃO COSMÉTICA COM GRANULOMETRIA $\leq 180 \mu\text{m}$ .....	55
5.3.1	Análise microbiológica .....	55
5.3.2	Análise Organoléptica .....	55

5.3.3	Centrifugação.....	57
5.3.4	Determinação de pH.....	58
5.3.5	Determinação de espalhabilidade .....	58
5.3.6	Avaliação da viscosidade e comportamento reológico .....	59
5.3.7	Avaliação da irritabilidade dérmica, irritabilidade dérmica acumulada e sensibilização dérmica <i>in vivo</i> .....	60
6	CONCLUSÃO.....	62
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	63
	REFERÊNCIAS .....	64
	APÊNDICE A .....	70

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Composição química da bentonita de Melo.....	24
<b>Tabela 2.</b> Evolução do mercado masculino em 5 anos (R\$ milhões) (ABIHPEC, 2018a) .....	25
<b>Tabela 3.</b> Composição das formulações capilares veganas. ....	33
<b>Tabela 4.</b> Avaliação microbiológica da amostra de argila $\leq 45 \mu\text{m}$ . ....	41
<b>Tabela 5.</b> Avaliação microbiológica da amostra de argila $\leq 180 \mu\text{m}$ . ....	41
<b>Tabela 6.</b> Distribuição do tamanho de partículas da bentonita de Melo por análise granulométrica realizada por peneiramento. ....	42
<b>Tabela 7.</b> Bandas de absorção no FTIR, atribuídas a amostra bentonita de Melo.....	45
<b>Tabela 8.</b> Avaliação da área superficial da bentonita de Melo com partículas $\leq 45 \mu\text{m}$ e $\leq 180 \mu\text{m}$ .....	45
<b>Tabela 9.</b> Avaliação microbiológica da formulação cosmética contendo BM com granulometria $\leq 45 \mu\text{m}$ .....	49
<b>Tabela 10.</b> Valores de pH da formulação contendo BM com granulometria $\leq 45 \mu\text{m}$ .em diferentes condições de armazenamento. ....	52
<b>Tabela 11.</b> Avaliação microbiológica da formulação contendo BM com granulometria $\leq 180 \mu\text{m}$ .....	55
<b>Tabela 12.</b> pH da formulação contendo BM com granulometria $\leq 180 \mu\text{m}$ .....	58

## LISTA DE QUADROS

<b>Quadro 1.</b> Classificação dos minerais da argila. ....	18
<b>Quadro 2.</b> Aplicação cosmética das argilas de acordo com sua composição.....	21
<b>Quadro 3.</b> Parâmetros Organolépticos da formulação contendo BM com granulometria $\leq 45$ $\mu\text{m}$ .....	50
<b>Quadro 4.</b> Parâmetros Organolépticos da formulação contendo BM com granulometria $\leq 180$ $\mu\text{m}$ .....	56

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Estrutura dos argilominerais tipo: (a) 1:1 e (b) 2:1. Adaptado de Schulze (1989). .	19
<b>Figura 2.</b> Estrutura dos argilominerais: (a) 1:1 e (b) 2:1. UFES (2011).....	19
<b>Figura 3.</b> Estrutura do argilomineral montmorilonita (BARBOSA et al., 2012). .....	23
<b>Figura 4.</b> Mapa de localização na região de Bañado de Medina – Uruguai, Albarnaz et al., 2009. .....	29
<b>Figura 5.</b> Desenvolvimento das formulações cosméticas capilares veganas.....	34
<b>Figura 6.</b> Formulação capilar vegana com granulometria $\leq 45 \mu\text{m}$ , após o preparo.....	36
<b>Figura 7.</b> Formulação capilar vegana com granulometria $\leq 180 \mu\text{m}$ , após o preparo.....	36
<b>Figura 8.</b> Difratoograma de raios X da bentonita de Melo.....	43
<b>Figura 9.</b> Difratoograma da bentonita de Melo de lâminas orientadas: calcinadas, glicoladas e natural (os valores “d” são dados em Å), Favero et al. (2019).....	43
<b>Figura 10.</b> Espectro de FTIR da bentonita de Melo por pastilha de KBr.....	44
<b>Figura 11.</b> Micrografias por MEV da BM com granulometria $\leq 45 \mu\text{m}$ de magnitude: a) 50000x, b) 10000x, c) 5000x e d) 2000x.....	47
<b>Figura 12.</b> Micrografias por MEV da BM com granulometria $\leq 180 \mu\text{m}$ de magnitude: a) 50000x, b) 10000x, c) 5000x e d) 1000x.....	48
<b>Figura 13.</b> Formulação em condição de armazenamento estufa ( $45 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ) não-homogênea após os 90 dias.....	50
<b>Figura 14.</b> Ensaio de centrifugação da formulação após 90 dias. ....	51
<b>Figura 15.</b> Espalhabilidade da amostra de BM no tempo: a) 0, b) 30, c) 60 e d) 90 dias, em diferentes condições de armazenamento. (Temperatura ambiente = valores de espalhabilidade a temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ); Geladeira = valores de espalhabilidade em geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e Estufa = valores de espalhabilidade em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ). .....	53
<b>Figura 16.</b> Viscosidade da amostra de BM no tempo: a) 0, b) 30, c) 60 e d) 90 dias, respectivamente, em diferentes condições de armazenamento. (Temperatura ambiente = valores de viscosidade a temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ); Geladeira = valores de viscosidade em geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e Estufa = valores de viscosidade em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ). .....	54
<b>Figura 17.</b> Formulação após 90 dias de preparo, em diferentes condições de armazenamento: estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ); geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ); e temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ), respectivamente.	56
<b>Figura 18.</b> Ensaio de centrifugação da formulação em diferentes condições de armazenamento após 90 dias. ....	57
<b>Figura 19.</b> Espalhabilidade da amostra de BM no tempo: a) 0, b) 30, c) 60 e d) 90 dias, respectivamente, em diferentes condições de armazenamento. (Temperatura ambiente = valores	

de espalhabilidade a temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ); Geladeira = valores de espalhabilidade em geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e Estufa = valores de espalhabilidade em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ). ..... 59

**Figura 20.** Viscosidade da amostra de BM no tempo: a) 0, b) 30, c) 60 e d) 90 dias, respectivamente, em diferentes condições de armazenamento. (Temperatura ambiente = valores de viscosidade a temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ); Geladeira = valores de viscosidade em geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e Estufa = valores de viscosidade em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ). ..... 60

## RESUMO

Argilominerais podem apresentar propriedades interessantes para aplicação na área da cosmetologia, devido à alta capacidade de troca iônica, ao pequeno tamanho de partícula e composição mineralógica. A bentonita de Melo é uma esmectita pertencente ao grupo dos filossilicatos, foi extraída de uma jazida no município de Melo (UY). Dentre as linhas que compõem a cosmetologia, a linha capilar apresenta interesse pela incorporação de argila como ativo, pois quando a argila é aplicada no couro cabeludo propicia benefícios tais como, remoção de células mortas, absorção de impurezas e ativação e melhoria da circulação sanguínea. Produtos naturais e veganos são uma tendência na cosmetologia. Nesta perspectiva, o presente trabalho desenvolve formulações cosméticas capilares veganas, cujo principal ativo é a argila bentonita de Melo. A bentonita de Melo é submetida ao processo de descontaminação e caracterização da amostra por análise microbiológica, distribuição granulométrica, difração de raios X, espectroscopia por infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), avaliação da área superficial e microscopia eletrônica de varredura (MEV). As frações  $\leq 45 \mu\text{m}$  e  $\leq 180 \mu\text{m}$  foram selecionadas para a preparação das formulações capilares veganas, as quais apresentam além da bentonita de Melo: água, álcool cetosteárico, cloreto de cetil trimetil amônio 50%, conservante, glicerina vegetal, poliquatérnio 7, óleo de amêndoas e solução de ácido cítrico 20%. As formulações foram armazenadas nas condições: estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ), geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ). Durante os testes foram avaliadas nas formulações as características organolépticas, pH, espalhabilidade e viscosidade. A formulação contendo  $\leq 180 \mu\text{m}$  foi submetida para a avaliação do potencial de irritação primária e acumulada e sensibilização cutânea *in vivo*. A partir da difração de raios X (DRX) verifica-se a presença do grupo esmectita e quartzo na amostra. A área superficial da amostra de bentonita de Melo com tamanho de partícula  $\leq 45 \mu\text{m}$  é de  $35,003 \text{ m}^2/\text{g}$  e a com tamanho de partícula  $\leq 180 \mu\text{m}$  de  $10,673 \text{ m}^2/\text{g}$ . A viscosidade e a espalhabilidade das formulações foram influenciadas pela condição de armazenamento e as formulações apresentaram espalhabilidade média máxima, independente da condição de exposição, em torno de  $1500 \text{ mm}^2$ . A partir dos resultados de viscosidade as formulações foram classificadas como pseudoplásticas apresentando comportamento não newtoniano. A partir dos testes de estabilidade a formulação com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$  mostrou-se instável. A formulação contendo tamanho de partícula  $\leq 180 \mu\text{m}$  manteve-se estável durante todo estudo e apresenta avaliação microbiológica em conformidade com os parâmetros microbiológicos aceitos. O teste de irritabilidade dérmica, irritabilidade dérmica acumulada e sensibilização dérmica *in vivo* foi realizado na formulação com melhores resultados, ou seja, com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$ , e comprovou a ausência do potencial de irritabilidade cutânea primária, acumulada e sensibilização da formulação. A aplicação da bentonita de Melo em produtos cosméticos apresenta perspectivas positivas.

**Palavras-chave:** argila; bentonita; capilar; cosméticos; formulação.

## ABSTRACT

Clay minerals may have interesting properties for application in the field of cosmetology, due to their high ion exchange capacity, small particle size and mineralogical composition. Melo bentonite is a smectite belonging to the phyllosilicate group, it was extracted from a deposit in the municipality of Melo (UY). Among the lines that make up cosmetology, the hair line is interested in the incorporation of clay as an active, because when clay is applied to the scalp it provides benefits such as removal of dead cells, absorption of impurities and activation and improvement of blood circulation. Natural and vegan products are a trend in cosmetology. In this perspective, the present work develops vegan hair cosmetic formulations, whose main asset is the bentonite clay of Melo. The Melo bentonite is subjected to the decontamination process and sample characterization by microbiological analysis, granulometric distribution, X-ray diffraction, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), surface area evaluation and scanning electron microscopy (SEM). Fractions  $\leq 45 \mu\text{m}$  and  $\leq 180 \mu\text{m}$  were selected for the preparation of vegan hair formulations, which have, in addition to Melo bentonite: water, cetostearyl alcohol, 50% cetyl trimethyl ammonium chloride, preservative, vegetable glycerin, polyquaternium 7, almond oil and 20% citric acid solution. The formulations were stored under the following conditions: oven ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ), refrigerator ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) and room temperature ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ). During the tests, the organoleptic characteristics, pH, spreadability and viscosity were evaluated in the formulations. The formulation containing  $\leq 180 \mu\text{m}$  was submitted for assessment of potential for primary and accumulated irritation and skin sensitization *in vivo*. From X-ray diffraction (XRD) the presence of the smectite and quartz group in the sample is verified. The surface area of the Melo bentonite sample with particle size  $\leq 45 \mu\text{m}$  is  $35.003 \text{ m}^2/\text{g}$  and that with particle size  $\leq 180 \mu\text{m}$  is  $10.673 \text{ m}^2/\text{g}$ . The viscosity and spreadability of the formulations were influenced by the storage condition and the formulations showed maximum average spreadability, regardless of the exposure condition, around  $1500 \text{ mm}^2$ . From the viscosity results, the formulations were classified as pseudoplastic with non-Newtonian behavior. The formulation containing particle size  $\leq 180 \mu\text{m}$  remained stable throughout the study and presents microbiological evaluation in accordance with accepted microbiological parameters. The dermal irritability test, accumulated dermal irritability and *in vivo* dermal sensitization was performed on the formulation with the best results, that is, with granulometry  $\leq 180 \mu\text{m}$ , and proved the absence of the potential for primary, accumulated skin irritability and sensitization of the formulation. The application of Melo bentonite in cosmetic products presents positive perspectives.

**Keywords:** clay; bentonite; capillary; cosmetics; formulation.

## 1 INTRODUÇÃO

Desde a antiguidade, as argilas apresentaram inúmeras utilidades e, com o passar do tempo, suas aplicações se expandiram para diferentes áreas do conhecimento. Dentre diversos grupos de argilominerais, encontram-se as esmectitas, e a bentonita pertence a este grupo. A bentonita se destaca na farmacologia e cosmetologia devido a suas propriedades fundamentais, que são consideradas e mantidas, sendo elas: composição mineralógica, elevada área superficial específica, alta capacidade de troca de cátions e forte capacidade de absorção e adsorção (AMORIM et al., 2006; GAMOUDI; SRASRA, 2017).

As argilas são ingredientes ativos nas formulações cosméticas e fornecem funções específicas, que incluem a limpeza de pele e cabelos. Dentre todos os membros dos argilominerais, caulinita, talco, esmectitas, sepiolita e paligorsquita são os principais grupos utilizados na área cosmética, recentemente as esmectitas tem se destacado, especialmente pela capacidade de adsorção e limpeza de substâncias residuais (VISERAS et al., 2021).

Para evitar riscos à saúde humana, as formulações devem atender a especificações, a estabilidade, irritabilidade e atividade microbiológica são fatores importantes e devem estar de acordo com o recomendado. Além disso, a formulação deve apresentar odor neutro, maciez e propriedades reológicas adequadas, indicando o comportamento do produto a longo prazo (SILVA-VELENZUELA, et al., 2018).

De acordo com a Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (ABIHPEC) (2018), apesar de crises econômicas, a área de cosmética pouco sofreu o efeito da crise, sendo que cada vez mais a indústria cosmética vem se expandindo, e juntamente com ela, a busca por produtos que apresentam ativos naturais (ABIHPEC, 2018).

No Brasil o setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (HPPC) apresentou um crescimento de 5,7%, e dentre as categorias que tiveram melhores desempenhos estão os tratamentos capilares, com um crescimento de 18%. Dessa forma, o Brasil se destaca como um dos maiores consumidores mundiais de cosméticos, ocupando a quarta posição em consumo mundial (ABIHPEC, 2018).

Levando em consideração o potencial de aplicação das argilas e o crescimento da área cosmética, o presente trabalho visa desenvolver formulações cosméticas capilares veganas, que se diferenciem das aplicações de argilas tradicionalmente empregadas, como uma alternativa na indústria cosmética.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a viabilidade técnica de aplicação da bentonita de Melo no desenvolvimento de formulações cosméticas capilares veganas.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar as propriedades físico-químicas da bentonita de Melo visando propor e desenvolver formulações cosméticas capilares veganas;
- Investigar a incorporação de diferentes granulometrias ( $\leq 45 \mu\text{m}$  e  $\leq 180 \mu\text{m}$ ) nas formulações cosméticas;
- Avaliar as características físico-químicas das formulações;
- Avaliar a estabilidade das formulações por meio do teste de estabilidade acelerada;
- Avaliar a irritabilidade dérmica *in vivo* da formulação que apresentar melhores resultados.

### 3 REFERENCIAL TEÓRICO

#### 3.1 ARGILAS

Guggenheim e Martin (1995), membros do comitê da *Association Internationale pour l'Etude des Argiles* (AIPEA), definiram argila como um material natural composto de um ou mais minerais com diâmetros inferiores a 2  $\mu\text{m}$  e que quando submetidos a teores de água adequados, apresentam plasticidade. A plasticidade está relacionada a capacidade da argila ser moldada em diferentes formas, sendo uma propriedade muito afetada pela composição química do material.

As argilas são formadas por rochas sedimentares, pela transformação dos silicatos de alumínio de origem magmática, sedimentar ou metamórfica, e seu processo de formação consiste em duas etapas: a) a desintegração, é quando a rocha se parte e suas partículas ficam menores, mas não há mudança em sua composição; e b) a decomposição, é quando ao contrário da desintegração, há uma modificação mineralógica da rocha. Geralmente essas duas etapas atuam juntas, se a abertura da rocha permitir o fluxo de água e de agentes químicos (GOMES et al., 2009).

As argilas estão presentes em diferentes solos, podendo ser encontradas em seu estado natural ou agregada a outros minerais. O tamanho das partículas da argila depende particularmente de seu aspecto e sua finalidade, seus cristais possuem dimensões inferiores a 2  $\mu\text{m}$ . A coloração da argila está associada aos minerais que fazem parte da sua composição química, dependendo do mineral a argila pode possuir ação hidratante, anti-inflamatória, bactericida, entre outras (MOORE; REYNOLDS, 1997; FARIA; JALIL, 2019).

As argilas podem ser classificadas em três principais grupos:

- a) esmectitas: relacionadas à bentonita, alta área superficial e alta sorção;
- b) argilas ilíticas: possuem área superficial específica intermediária e alta capacidade de troca de cátions;
- c) argilas sepiolita: alta superfície específica, e capacidade intermediária de troca de cátions e alta sorção (GOMES et al., 2009).

### 3.1.1 Composição e classificação

As argilas apresentam na sua composição argilominerais e minerais não argilosos. Argilominerais são os minerais que constituem a argila, são hidrófilos e geralmente cristalinos, produzidos por silicatos de alumínio hidratados. Os diferentes tipos de argilominerais estão classificados em conjuntos com base em sua estrutura cristalina e composição química. Quadro 1 apresenta a classificação dos minerais da argila, representados com o tipo de lâmina, grupo, subgrupo e exemplos das espécies (FONSECA; AIROLDI, 2003).

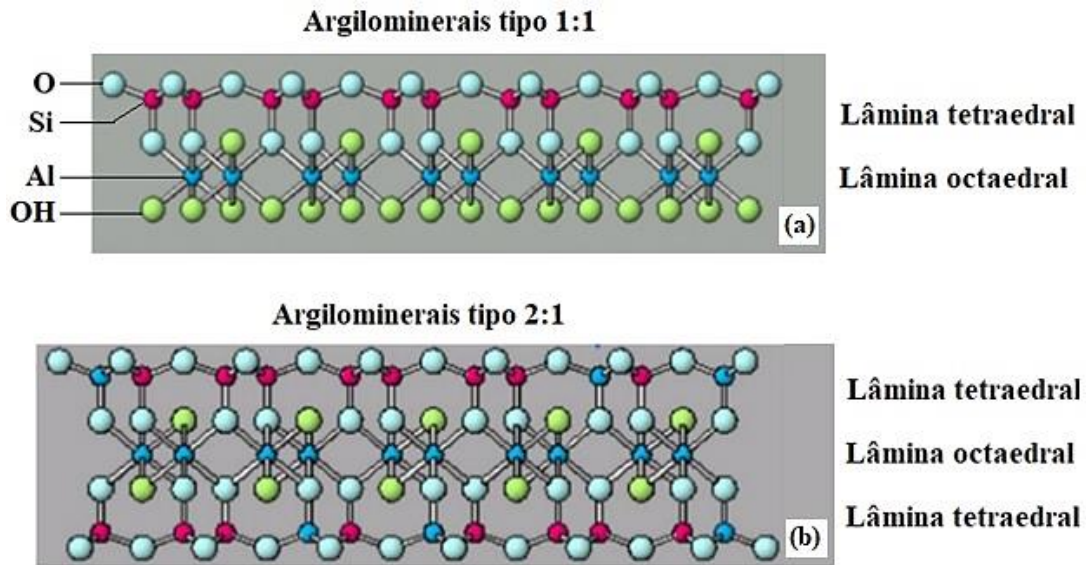
**Quadro 1.** Classificação dos minerais da argila.

Tipo	Grupo	Subgrupo	Espécies
1:1	Serpentina-caulim	Serpentina Caulim	Crisotila, antigorita Caulinita, nacrita
2:1	Talco-pirofilita	Talco Pirofilita	Talco, willemíta Pirofilita
	Esmectita	Saponita Montmorilonita	Saponita, hectorita Montmorilonita, beidelita
	Vermiculita	Trioctaédrica Dioctaédrica	Vermiculita trioctaédrica Vermiculita dioctaédrica
	Mica	Trioctaédrica Dioctaédrica	Biotita, lepidolita Muscovita, paragonita
	Mica	Trioctaédrica Dioctaédrica	Clintonita Margarita
	Clorita	Trioctaédrica Dioctaédrica Di,trioctaédrica	Chamosita Donbassita Sudoita
2:1	Sepiolita-paligorskita	Sepiolita Paligorskita	Sepiolita Paligorskita

Os minerais cristalinos da argila estão divididos em dois grupos:

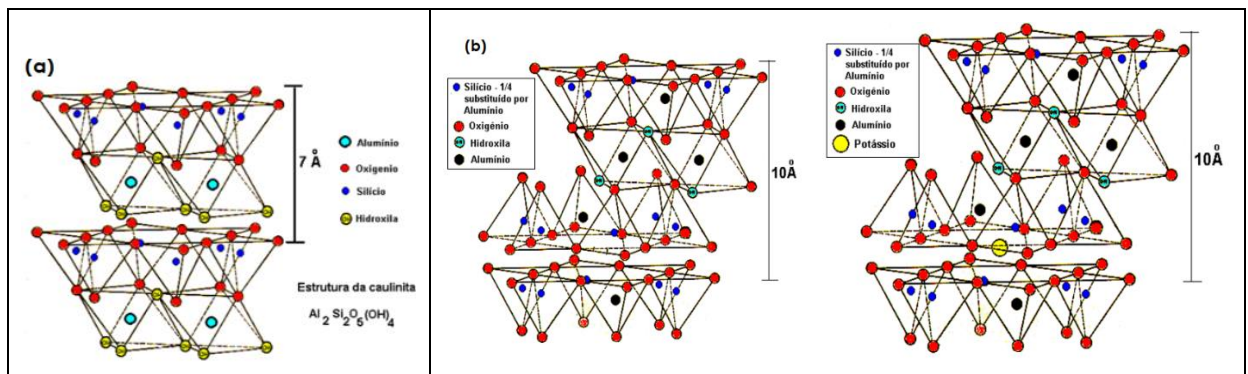
- (i) estruturais 1:1;
- (ii) estruturais 2:1.

Nos grupos estruturais 1:1 estão os grupos da caulinita, serpentina e argilominerais ferríferos, sua forma é uma lâmina tetraédrica que possui oxigênio e silício, em cima de uma folha octaédrica, que possui alumínio e hidroxila, conforme mostra a Figura 1 (a). Nos estruturais 2:1 então os grupos talco-pirofilita, micas, esmectitas, vermiculitas, cloritas, paligorskita e sepiolita, sendo duas lâminas tetraédricas em volta de uma folha octaédrica, conforme mostra a Figura 1 (b). As lâminas tetraédricas e octaédricas dos argilominerais podem ser modificadas dependendo da formação da rocha (COELHO; SANTOS; SANTOS, 2007; FONSECA; AIROLDI, 2003).



**Figura 1.** Estrutura dos argilominerais tipo: (a) 1:1 e (b) 2:1. Adaptado de Schulze (1989).

A diferença entre os minerais de estrutura 1:1 para os de estruturas 2:1 é seu comportamento em relação a solventes polares, as camadas 1:1 não entram em contato com o solvente, já os minerais de estrutura 2:1 quando colocados em contato com a água ou substância química apresentam algumas de suas propriedades reológicas características (viscosidade, plasticidade, elasticidade, entre outras). Na Figura 2, observa-se a diferença das estruturas dos argilominerais de estrutura 1:1 e 2:1, Figura 2 (a) e (b), respectivamente (COELHO; SANTOS; SANTOS, 2007; FONSECA; AIROLDI, 2003).



Quanto a sua classificação, as argilas podem ser classificadas em primárias ou secundárias. As argilas primárias são aquelas que permanecem em sua origem, na decomposição do solo, e após um tempo ela é normalmente apresentada em forma de pó. As secundárias apresentam-se normalmente na forma pastosa, e diferente das primárias, elas são

levadas pela chuva e pelo vento, modificando suas propriedades (SOUZA; ANTUNES JUNIOR, 2008).

### **3.1.2 Propriedades**

Os minerais presentes na argila possuem a capacidade de trocar íons que podem estar na superfície ou no interior de seus cristais, entre as camadas, ou ainda em outro espaço interior acessível aos íons que compõem soluções aquosas. Essa troca de íons resulta no desequilíbrio de suas cargas elétricas, devido à influência de determinadas propriedades físico-químicas e tecnológicas (MEIRA, 2001).

As fases associadas nas argilas podem ser minerais como quartzo, calcita, dolomita, feldspatos, óxidos, hidróxidos, fases orgânicas, entre outros, ou fases não cristalinas, como sílica coloidal, géis de hidróxido de ferro, géis orgânicos, entre outros (GUGGENHEIM; MARTIN, 1995).

Visando à preparação de formulações cosméticas, as propriedades mais relevantes que compõem uma formulação são:

- a) o tamanho das partículas presentes;
- b) a composição mineralógica;
- c) alta capacidade de troca iônica;
- d) alta área superficial específica;
- e) forte capacidade de adsorção e absorção.

A capacidade de sorção da argila está relacionada ao tamanho do grão e superfície, bem como com carga elétrica e a capacidade de troca iônica, essas propriedades são dependentes dos minerais da argila (GAMOUDI; SRASRA, 2017; GOMES et al., 2009).

### **3.1.3 Aplicabilidade**

A argila possui diversas aplicações. Na indústria é utilizada principalmente em revestimentos cerâmicos, utensílios domésticos e decoração. A argila tem a característica de

penetrar nas diversas barreiras naturais do corpo humano pelas seguintes vias: ingestão, inalação e absorção pela pele (GOMES et al., 2022).

O uso de cada tipo de argila depende de alguns fatores, como: a) o tipo do mineral argiloso: que pode ser formado apenas por um mineral, mas é comum encontrar uma mistura de mais minerais; b) o tipo de camada: considerando se a camada é 1:1 ou 2:1 e c) composição química. Além disso, a argila deve satisfazer requisitos químicos, físicos e toxicológicos antes de poder ser adequada para a área cosmética, sendo a condição de que sua toxicidade deve ser baixa. Antes de produzir um produto cosmético deve-se ter diversas informações sobre o mesmo, como os componentes da formulação, o tipo de armazenamento, sua toxicidade, e suas propriedades (MATTIOLI et. al, 2016).

Cada argila apresenta um benefício à pele/couro cabeludo, sua composição está diretamente ligada à sua aplicação cosmética, conforme mostra o Quadro 2 (SOUZA; ANTUNES JUNIOR, 2008).

**Quadro 2.** Aplicação cosmética das argilas de acordo com sua composição.

<b>Composição</b>	<b>Função Cosmética</b>
Sílica.	Antidematosa.
Silicato de alumínio hidratado, óxido de ferro e óxido de cobre.	Tratamento de peles sensíveis.
Silício.	Hidratação e rejuvenescimento.
Silício, alumínio, titânio e ferro.	Rejuvenescimento, reconstituição dos tecidos e hidratante.
Silício, alumínio, titânio, ferro, silicato de alumínio hidratado.	Reconstituição dos tecidos, adstringente, remineralizante, hidratante, cicatrizante, clareador e absorção de oleosidade.
Silício, alumínio, ferro, titânio, silicato de alumínio e magnésio, carbonato de cálcio e magnésio, óxido de silício, zinco, enxofre.	Rejuvenescimento, clareamento, cicatrização e absorção de oleosidade.
Silicato de alumínio hidratado, alumínio, enxofre, ferro, boro, potássio e cálcio.	Absorção de oleosidade, hidratante, cicatrizante e clareador.
Óxido de ferro e cobre.	Rejuvenescimento.
Óxido de ferro associado ao cálcio, magnésio, potássio, manganês, fósforo, zinco, cobre, alumínio, silício, selênio, cobalto e molibdênio.	Tratamento de oleosidade.

As argilas são utilizadas em aplicações farmacêuticas, podendo ser protetores gastrointestinais, dermatológicos, antiácidos e anti-inflamatórios. A argila utilizada na área farmacêutica deve ser de granulometria fina, ter alta área superficial específica, e sua taxa de resfriamento deve ser baixa, além disso, a argila deve ser fácil de se moldar, e dar uma sensação agradável quando aplicada diretamente sobre a pele. Diante das propriedades citadas, a

considerada mais relevante para a área farmacêutica é a alta capacidade de adsorção (GOMES et al., 2009).

Dentre todos os minerais argilosos, somente a caulinita, talco, esmectita, sepiolita e palorsorita são utilizados em formulações cosméticas e farmacêuticas, destacando-se o grupo das esmectitas, a esmectita é uma variação da caulinita e pertence ao grupo da montmorilonita, se destaca devido a sua alta capacidade de troca de cátions (GAMOUDI; SRASRA, 2017; CARRETERO; POZO, 2010).

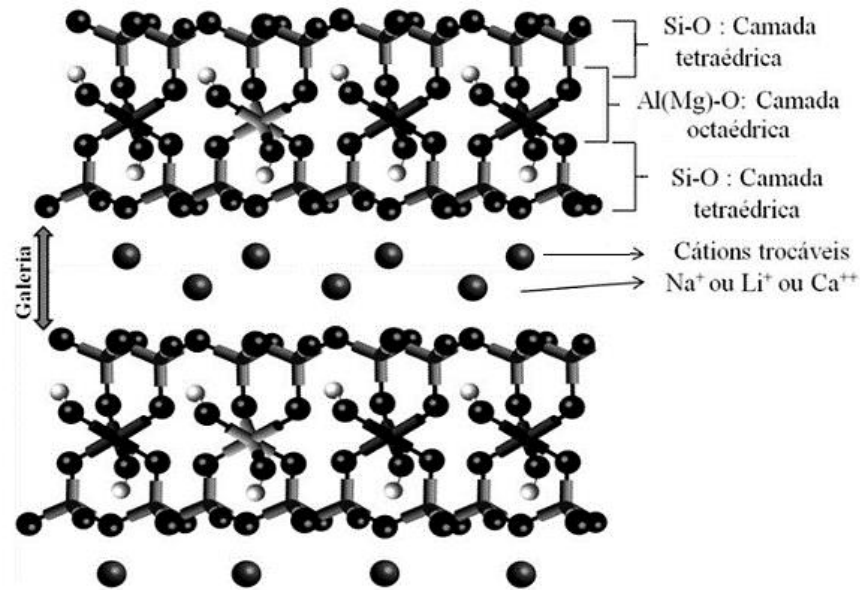
A argila também é usada terapeuticamente, contribuindo com nutrientes que contêm o processo de relaxamento. Durante a aplicação, a argila realiza uma hidratação na pele de forma a não permitir a saída da transpiração. Essa transpiração absorve as camadas superiores da epiderme, hidratando-a por dentro. Após a aplicação, a pele fica com alta porosidade, o que significa que as substâncias cosméticas serão facilmente penetradas pela camada córnea, atingindo as camadas mais profundas da epiderme (CARRETERO, 2002).

Na cosmetologia, a argila se destaca em formulações cosméticas, e a maioria contém uma combinação de componentes como: água (destilada ou esterilizada), emulsificante, espessante, emoliente, fragrância, conservante e estabilizador de pH (GOMES et al., 2022).

### 3.2 ARGILAS BENTONITAS

A bentonita é designada por uma mistura de argilas, que é formada a partir de cinzas vulcânicas e em ambientes alcalinos de pouca circulação de água. Desde os tempos antigos as bentonitas são utilizadas externamente ou internamente para manter o corpo saudável, pois acreditava-se na possibilidade dessas argilas tratarem alguns tipos de doenças. A bentonita atua como agente desintoxicante, está disponível na natureza e pode ser definida como uma rocha argilosa, que faz parte do grupo das esmectitas sendo constituída pelo argilomineral montmorilonita (MURRAY, 2000; MOOSAVI, 2017).

O argilomineral montmorilonita pertence ao grupo dos filossilicatos 2:1, é composto por silicato de alumínio, magnésio e cálcio hidratado, formado por camadas estruturais feitas por duas lâminas tetraédricas de sílica e uma lâmina central octaédrica de alumina, unidas entre si por átomos de oxigênio comum as duas lâminas, conforme apresenta a Figura 3 (BARBOSA et al., 2012).



**Figura 3.** Estrutura do argilomineral montmorilonita (BARBOSA et al., 2012).

A montmorilonita é formada em climas secos ou por alterações nas cinzas vulcânicas, suas lâminas são muito finas e apresentam boa capacidade no descolamento das camadas quando entra em contato com a água (SILVA; FERREIRA, 2008).

### 3.2.1 Características e propriedades

As bentonitas possuem alta capacidade de troca de cátions, essa troca acontece nas camadas intermediárias onde estão situados os cátions trocáveis, sua função é compensar cargas negativas concebidas por substituições isomórficas (SILVA; FERREIRA, 2008).

As partículas das bentonitas são muito finas e apresentam grande capacidade de delaminação quando na presença de água. As bentonitas podem apresentar a capacidade de afastar as camadas. O afastamento das camadas, seja ele maior ou menor, depende de fatores tais como, a natureza dos sítios que geram as cargas, a presença de contaminantes e principalmente a natureza do cátion, pois ocorre uma hidratação menos intensa se for um cátion diferente de sódio (SILVA; FERREIRA, 2008).

As partículas das esmectitas são capazes de adsorver certos compostos químicos, bem como toxinas, bactérias e vírus. Além disso as esmectitas são caracterizadas por apresentarem

partículas pequenas e sua grande capacidade de adsorção e absorção, motivos pelos quais são amplamente utilizadas na cosmetologia (GOMES et al., 2009).

### 3.3 BENTONITA DE MELO

A argila bentonita de Melo recebe esse nome pelo fato ser uma argila bentonita presente no município de Melo, ao norte do Uruguai. Suas principais características são o diâmetro médio de tamanho de partícula inferior a 10  $\mu\text{m}$  e área superficial de 13,905  $\text{m}^2/\text{g}$ , ambas características tem grande influência na adsorção de minerais, visto que minerais com altas áreas superficiais conseguem reter a oleosidade, e contribuem para uma capacidade secativa (CESSA et al., 2009; FAVERO et al., 2019).

As fases cristalinas presentes na argila são os grupos das esmectitas e quartzo, a coloração é bege, e os componentes presentes são silício, alumínio, magnésio, ferro, cálcio, potássio, manganês e titânio, respectivamente, conforme apresenta a Tabela 1 (FAVERO et al., 2019).

**Tabela 1.** Composição química da bentonita de Melo

Óxido	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	LOI	TOTAL
% (m/m)	67,73	15,95	0,10	2,27	0,15	4,52	2,12	–	0,16	–	7,41	100,41

Fonte: Adaptado de Favero et al., 2019.

### 3.4 COSMETOLOGIA

#### 3.4.1 Indústria cosmética

Segundo dados divulgados pela Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos - ABIHPEC (2021b), o mercado global de cosméticos é liderado pelos Estados Unidos (US\$ 91 bilhões), China (US\$ 73 bilhões) e o Brasil ocupa o 4º maior mercado consumidor (US\$ 24 bilhões). Conforme o crescimento do mercado, cresce o interesse do

consumidor por produtos naturais que disponham de cuidados com a natureza. O consumidor mostra maior interesse quando o produto apresenta sustentabilidade. De acordo com as pesquisas realizadas 41% dos brasileiros adquirem ou mostram interesse em produtos de origem natural (ABIHPEC, 2018a; VISERAS et al., 2021).

Conforme ABIHPEC (2018a), com as exigências crescentes dos consumidores e as mudanças climáticas em todo o mundo, a demanda do setor para ingredientes naturais e sustentáveis vem se adaptando a esse novo cenário. As recentes fusões e aquisições no mercado de ingredientes ativos confirmam a importância das matérias-primas de origem natural, vegetal e orgânica. E temas como sustentabilidade e meio ambiente ainda continuarão em pauta por muito tempo.

Produtos cosméticos são indicados tanto para o público feminino como para masculino, embora não seja tão comum homens utilizarem, pesquisas mostram que o número de clientes do sexo masculino aumentou na área da cosmetologia, as vendas de produtos cosméticos cresceram em torno de 70% nos últimos 5 anos (Tabela 2). O Brasil fica atrás somente dos Estados Unidos no ranking de mercado em produtos masculinos (ABIHPEC, 2018a).

**Tabela 2.** Evolução do mercado masculino em 5 anos (R\$ milhões) (ABIHPEC, 2018a)

Categoria	2012	2017	Variação
Fragrâncias masculinas	5.812	11.699	101%
Produtos para pele masculina	4	7	75%
Desodorante masculino	3.419	4.945	45%
Produtos para barba	2.270	2.958	30%
Produtos masculinos para banho	113	145	28%
Produtos para cabelo masculino	46	42	- 9%
Total	11.664	19.796	70%

Além dos consumidores masculinos, cresce a cada dia a população sênior (pessoas acima de 60 anos). Cabe ressaltar que a população sênior busca por uma aparência mais saudável procurando produtos cosméticos que se adaptem. O envelhecimento faz com que os consumidores selecionem produtos específicos, tais como, hidratantes corporais e faciais (ABIHPEC, 2018a).

### 3.4.2 Formulação vegana

É cada vez mais frequente a presença de produtos veganos no mercado, pois apresentam inúmeras vantagens quando comparados aos tradicionais. A palavra sustentabilidade passou a ter mais ênfase com o passar dos anos. O consumidor procura por um produto que seja sustentável e preferencialmente de origem natural (MACEDO; PIERRE, 2020; FURTADO, 2020).

Há uma tendência, em nível mundial, pelo uso de produtos veganos. Na preparação de uma formulação vegana, deve-se satisfazer diversas características, como ser fabricado com matérias-primas renováveis e não conter nenhum insumo de origem animal, todos os componentes presentes devem ser selecionados levando em consideração sua origem, a forma de como são obtidos e testados, e além de tudo deve ser *cruelty-free* (livre de crueldade), portanto, não é permitido testes em animais (FURTADO, 2020; FONSECA-SANTOS; CORRÊA; CHORILLI, 2015).

De acordo com a ABIHPEC (2018a), no Brasil 7,6 milhões de pessoas são vegetarianas, e parte dessa população é adepta ao veganismo, esses consumidores levam em consideração não apenas o rótulo do produto a ser comprado, mas também os certificados presentes na embalagem. Os selos de produtos veganos são concedidos diretamente aos produtos específicos de diversos ramos, e não a suas marcas.

Com o crescimento do veganismo, tem aumentado a procura por matérias-primas provenientes de fontes vegetais renováveis. No Brasil, um dos principais órgãos que regula, certifica e incentiva o consumo de produtos veganos é a Sociedade Vegetariana Brasileira (SVB), responsável pela certificação e a concessão do selo. Na legislação brasileira não existe nenhuma Resolução da Diretoria Colegiada (RDC) específica para regular a fabricação e rotulagem de produtos de beleza veganos, as normas seguidas para os testes e a produção desses cosméticos seguem as normas estabelecidas por organizações nacionais e internacionais de direitos e proteção dos animais. O selo de produto vegano e *cruelty-free* é concedido pelas organizações, leva em consideração a origem da matéria prima, e a forma que os produtos são testados (BRASIL, 2014).

### 3.4.3 Formulação a partir de produtos naturais

O avanço de pesquisas relacionadas aos componentes encontrados em produtos de higiene pessoal fez crescer a preocupação de consumidores com devidas substâncias potencialmente tóxicas para o organismo que estão presentes em diversas formulações. A alternativa encontrada para reduzir produtos químicos prejudiciais à saúde da população foi a elaboração de produtos naturais que não apresentem riscos à saúde do consumidor e nem causem grandes impactos ao meio ambiente (MACEDO; PIERRE, 2020).

Os produtos naturais ainda não possuem uma legislação específica, a fabricação desses produtos deve atender às mesmas exigências dos cosméticos convencionais estabelecidos pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). A necessidade de padronizar e caracterizar os produtos naturais e orgânicos fez com que a ABIHPEC internalizasse uma norma (ISO 16128) que fornece diretrizes para componentes de cosméticos naturais, com o objetivo de padronizar características de maior importância na classificação desses produtos (ABIHPEC, 2018a; IBD, 2010).

No Brasil, a agência responsável pela classificação de produtos é o Instituto Biodinâmico de Certificação (IBD). Para que um produto seja classificado como natural, 95% dos componentes totais devem ser de matérias-primas naturais, e os restantes 5% de substâncias sintéticas, contendo assim em sua formulação compostos naturais de origem vegetal ou mineral, esses compostos não precisam necessariamente estar registrados, sendo produzidos de maneira convencional. Os produtos naturais não precisam atender a todos os critérios utilizados na classificação dos produtos orgânicos, tendo em vista que são produtos diferentes e que para um produto ser considerado natural, ele não tem obrigatoriedade de ser orgânico (IBD, 2010).

Os processos extrativos são levados em consideração, não devendo ser utilizado processos que alterem de alguma forma o componente de origem natural, a indicação é que sejam escolhidos métodos a frio, percolação, destilação, processos que fazem extração por meio de métodos mecânicos ou que utilizam pressão. Os solventes permitidos são álcool e glicerina, desde que sejam oriundos de processos orgânicos, sendo possível utilizar nitrogênio, água e dióxido de carbono para a obtenção do extrato. Alguns processos como a sulfonação, fosforilação, polimerização, entre outros, alteram a forma natural dos componentes, portanto o certificado de produto natural não é concedido. Compostos sintéticos, derivados de petróleo ou polímeros não são permitidos (IBD, 2010).

#### 3.4.4 Tratamento capilar

A área capilar da cosmetologia vem se expandido a cada momento, formulações diferentes e sustentáveis têm atraído o público, seja em *spray* ou com uma consistência leve, os consumidores de produtos capilares procuram versões que evitem danos e texturalizem os fios.

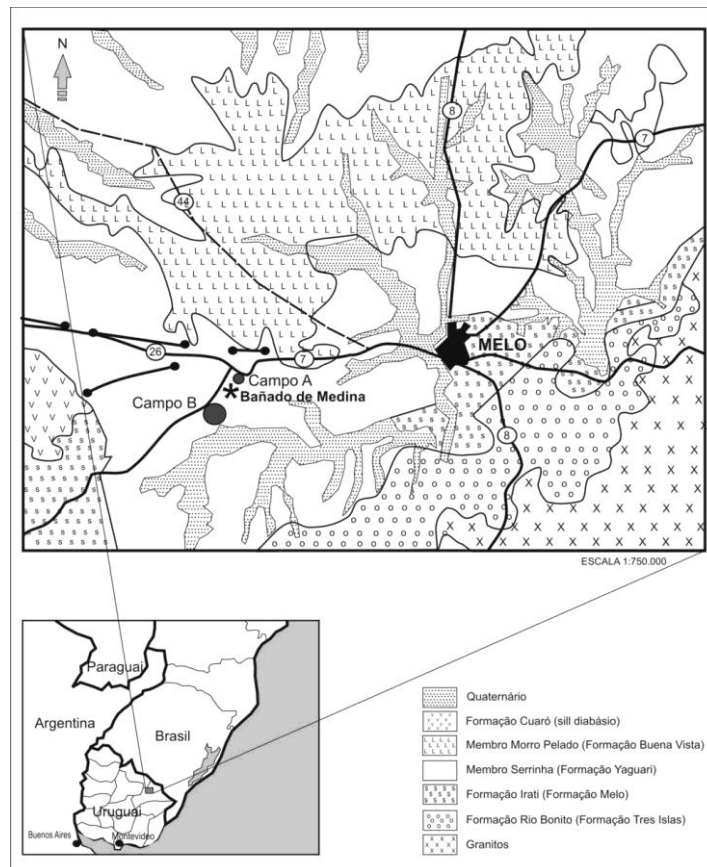
A inovação na área se destaca cada dia mais. Em 2018, a ABIHPEC divulgou um *shampoo* seco que é eficaz em remover os resíduos e refrescar os fios. O público fiel em tratamentos capilares são as mulheres, que se modernizam diariamente procurando inovações para valorizar seu próprio estilo (ABIHPEC, 2018a).

As argilas para tratamentos em cabelos são utilizadas pois a argila tem capacidade de estimular o tecido dérmico, e manter uma nutrição intensa. Quando a argila é aplicada no couro cabeludo, é capaz de remover células mortas, absorver as impurezas, ativar a circulação e ajudar na melhoria da circulação sanguínea, além disso, a argila é um produto acessível, de fácil aplicação e de origem natural. (FARIA; JALIL, 2019).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 LOCAL DE COLETA DA AMOSTRA

A bentonita de Melo (BM) foi coletada na Jazida Bañado de Medina, localizada ao norte do Uruguai, no Departamento de Cerro Largo, encontrando-se em latitude sul  $32^{\circ}24'39''$  e longitude oeste  $54^{\circ}22'04''$ , conforme ilustra a Figura 4 (ALBARNAZ et al., 2009).



**Figura 4.** Mapa de localização na região de Bañado de Medina – Uruguai, Albarnaz et al., 2009.

### 4.2 DESCONTAMINAÇÃO DA AMOSTRA DE ARGILA

A bentonita de Melo (BM) *in natura* foi adicionada à água destilada e deixada em repouso durante 30 minutos para facilitar a dispersão das partículas. Após, foi realizada a

secagem da amostra a temperatura de 120°C em estufa (Fanem, modelo 315SE). A BM seca foi cominuída com auxílio de gral e pistilo. Em seguida, foi submetida ao processo de descontaminação a 120°C em estufa durante 24h e posteriormente foi usada na caracterização da amostra conforme apresentado por Favero et al. (2019). Além disso foi realizada a distribuição granulométrica e microscopia eletrônica de varredura da bentonita.

Os processos foram realizados no Laboratório de Farmacotécnica da Universidade de Caxias do Sul (UCS) (Caxias do Sul – RS), e baseado no Manual de limpeza e desinfecção de superfícies, redigido pela ANVISA (BRASIL, 2010<sup>a</sup>).

### 4.3 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA DE ARGILA

#### 4.3.1 Análise microbiológica

A análise microbiológica foi realizada com a BM após o processo de descontaminação no Laboratório de Controle de Qualidade de Medicamentos e Cosméticos (LCMEC) da UCS e utilizando a metodologia da Farmacopeia Brasileira (BRASIL, 2010<sup>a</sup>).

Os parâmetros microbiológicos utilizados como referência para Produtos de Higiene Pessoal, Cosméticos e Perfumes são estabelecidos pela Resolução nº 481, de 23 de setembro de 1999. De acordo com a legislação, em 1g de produto deve se detectar ausência de coliformes fecais e totais e de microrganismos patogênicos, como *Pseudomonas aeruginosa* e *Staphylococcus aureus*. Além disso, os limites aceitáveis para bactérias mesófilas e bolores leveduras são de máximo  $5,0 \times 10^3$  UFC/g (unidades formadoras de colônia por grama). Esses limites são relevantes para a segurança e eficácia da formulação (BRASIL, 1999).

### **4.3.2 Distribuição granulométrica**

A análise granulométrica da BM, por peneiramento, foi realizada utilizando um conjunto de cinco peneiras para determinar a distribuição de tamanho de partículas. O procedimento consistiu em colocar 500g de BM em um peneirador da marca Bertel®, com vibração 6 durante 25 minutos. As aberturas de malha utilizadas foram de 710  $\mu\text{m}$ , 500  $\mu\text{m}$ , 425  $\mu\text{m}$ , 180  $\mu\text{m}$  e 45  $\mu\text{m}$ . Os resultados correspondem à média de três processos de peneiramento. As frações retidas em partículas  $\leq 45 \mu\text{m}$  e  $\leq 180 \mu\text{m}$  foram utilizadas na preparação das formulações cosméticas.

Este procedimento foi feito de acordo com o método de peneiramento do manual MNL 32-98 (ASTM, 1998).

### **4.3.3 Difração de raios X**

A análise cristalográfica da BM foi realizada por difratometria de raios X em um difratômetro de raios X Siemens (BRUKER AXS) D-5000 com monocromador curvado de grafite no feixe secundário operando a 40 kV/ 30 mA (radiação Cu  $K\alpha = 1,5406 \text{ \AA}$ ). O intervalo angular analisado foi de  $2$  a  $72^\circ 2\theta$ . As amostras foram analisadas a  $0,02^\circ/1\text{s}$  com fendas de divergência e anti-espalhamento de  $1^\circ$  e fenda de recepção de 0,2 mm. As lâminas orientadas foram analisadas de  $2$  a  $28^\circ 2\theta$ , sendo as lâminas ao natural e calcinadas (aquecidas a  $550^\circ\text{C}$  durante duas horas) a  $0,02^\circ/2\text{s}$  e as lâminas saturadas por etilenoglicol a  $0,02^\circ/3\text{s}$  (POPPE et al., 2001). Esse ensaio foi realizado no Laboratório de Difratometria de Raios X do Instituto de Geociências da UFRGS.

### **4.3.4 Espectroscopia por Infravermelho com Transformada de Fourier**

A bentonita de Melo foi preparada na forma de pastilhas com brometo de potássio (KBr). A caracterização foi realizada no espectrofotômetro Nicolet IS10 Termo Scientific, no

intervalo de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ , com 32 varreduras e resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  no Laboratório de Polímeros (LPOL) da UCS.

#### **4.3.5 Avaliação da Área Superficial**

A área superficial foi realizada utilizando o instrumento Quantachrome (modelo 25-E and above). Esse equipamento é totalmente automatizado, utilizado para a estimativa de área superficial por isoterma Brunauer, Emmett e Teller (BET).

O método BET calcula a área da superficial total a partir do volume de gás adsorvido (V) em função da pressão relativa ( $P/P_0$ ), que passa sobre a amostra resfriada a temperatura do nitrogênio líquido adsorvido ( $\text{m}^3$ ). Logo, foi realizada a medição da área superficial e dividida pela massa total da amostra testada (g), com a finalidade de se obter a área superficial específica ( $\text{m}^2/\text{g}$ ). As amostras foram liberadas de gás durante 24 h a temperatura de 350°C. Essa análise foi realizada no Laboratório de Energia e Bioprocessos (LEBio) da UCS.

#### **4.3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura**

As micrografias da BM foram obtidas utilizando um microscópio eletrônico de varredura MEV-FEG Mira 3 Tescan, com tensão de aceleração de 15 kV. A análise foi realizada no Laboratório Central de Microscopia (LCMIC) da UCS.

### **4.4 AVALIAÇÃO DA APLICABILIDADE DA BENTONITA DE MELO NAS FORMULAÇÕES COSMÉTICAS CAPILARES VEGANAS**

#### 4.4.1 Desenvolvimento das Formulações

Os componentes utilizados na preparação das formulações foram selecionados visando a produzir um produto capilar vegano. A Tabela 3 apresenta a composição da formulação capilar vegana contendo BM com granulometrias: a)  $\leq 45 \mu\text{m}$  e b)  $\leq 180 \mu\text{m}$ , com o objetivo de estudar a influência da granulometria na formulação cosmética.

**Tabela 3.** Composição das formulações capilares veganas.

Denominação Comercial	Componente (INCI*)	Concentração (%)
Água	<i>Aqua</i>	78
Álcool Cetoestearílico	<i>Cetearyl Alcohol</i>	8
Bentonita de Melo**	<i>Kaolin</i>	5
Cloreto de Cetil Trimetil Amônio 50%	<i>Cetrimonium Chloride</i>	3
Conservante	<i>Phenoxyetanol</i>	0,8
Glicerina	<i>Glycerin</i>	2
Óleo de Amêndoas	<i>Almond Oill</i>	2
Poliquatérnio 7	<i>Polyquaternium-7</i>	1
Solução de Ácido Cítrico 20%	<i>Citric Acid</i>	0,2

\*INCI: *International Nomenclature of Cosmetic Ingredient*.

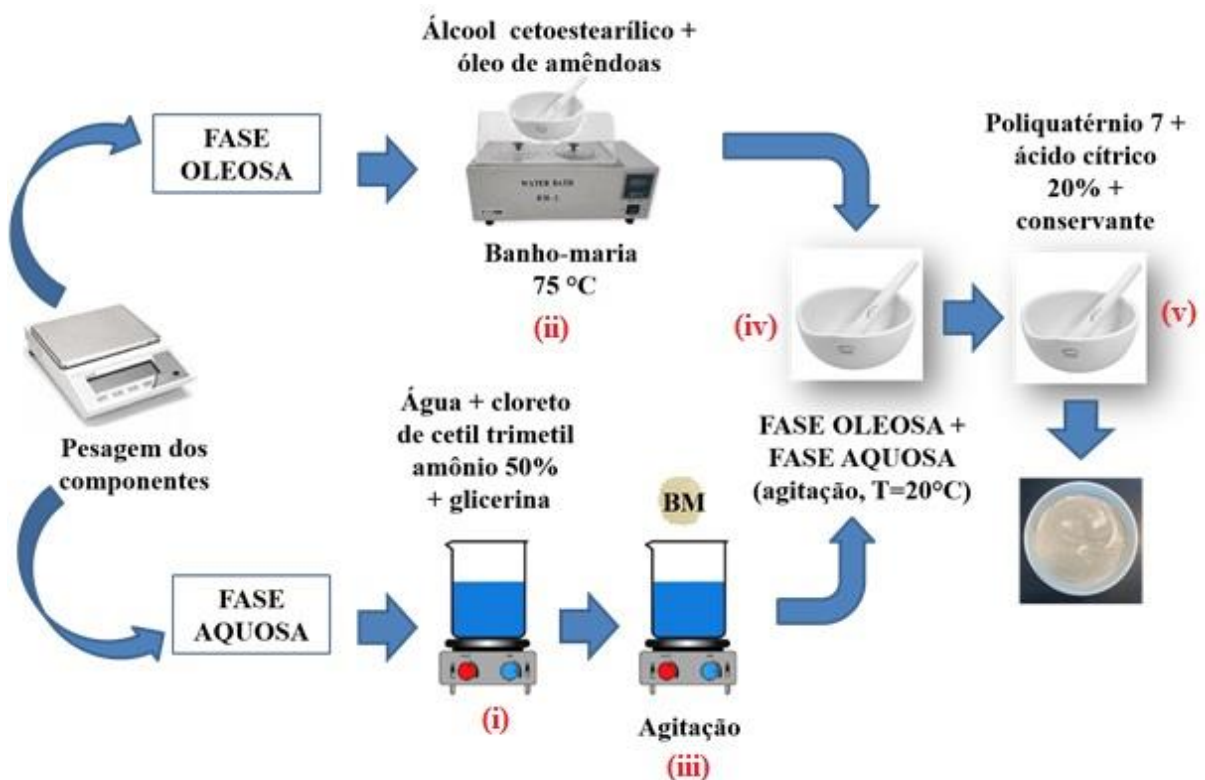
\*\* BM com granulometria: a)  $\leq 45 \mu\text{m}$  e b)  $\leq 180 \mu\text{m}$

Descrição dos componentes e suas funções nas formulações capilares veganas:

- Álcool Cetoestearílico: É um insumo de origem vegetal aprovado pela Farmacopeia Britânica como Cetomacromol 1000. Proporciona suavidade, bastante utilizado na área capilar (RASCHE, 2014).
- Cloreto de cetil trimetil amônio 50%: É um tensoativo de origem sintética, classificado como sal quaternário de amônio. Na cosmetologia, é bastante utilizado como emoliente e sua principal ação é o controle bacteriostático (BRASIL, 2019).
- Glicerina: É um composto orgânico incolor, pode ser de origem vegetal ou animal (utilizada nas formulações a glicerina vegetal). Independentemente de sua origem, antes da utilização deste insumo, é necessário passar por processos de purificações. Esses processos executam a retirada de substâncias químicas e impurezas remanescentes, que possam vir a descaracterizar o produto final. Na cosmetologia, é um dos principais umectantes e emolientes utilizados (BRASIL, 2019).
- Conservante: É o componente que impossibilita o crescimento de microrganismos durante sua fabricação e uso (BRASIL, 2012).

- Óleo de amêndoas: É um óleo de origem vegetal, que pode ser extraído de diversas espécies de castanhas, nozes e amêndoas. Por ser rico em ácidos graxos e possuir propriedades lubrificantes, é classificado como um emoliente, auxiliando a manter a hidratação, a transportar vitaminas solúveis em lipídios e fornecer ácidos graxos essenciais (CALLEGARI; CREN; ANDRADE, 2014).
- Polyquaternium-7: É um insumo sintético que atua como agente antiestático, bastante encontrado em produtos cosméticos relacionados a limpeza, como shampoos, tônicos, entre outros (LI et al., 2015).

A Figura 5 apresenta o fluxograma dos processos realizados no desenvolvimento das formulações. As formulações foram preparadas de acordo com o método convencional (BRASIL, 2005), conforme as etapas descritas a seguir.



**Figura 5.** Desenvolvimento das formulações cosméticas capilares veganas.

- A água, o cloreto de cetil trimetil amônio 50% e a glicerina foram aquecidos em béquer, em banho maria a temperatura de 75°C (fase aquosa);
- O álcool cetosteárilico e o óleo de amêndoas foram aquecidos em gral, em banho maria a temperatura de 75°C (fase oleosa).

(iii) As misturas foram removidas do banho maria e foi adicionada a BM com granulometrias  $\leq 45 \mu\text{m}$  e  $\leq 180 \mu\text{m}$ , separadamente, à fase aquosa (i).

(iv) A fase oleosa verteu-se na fase aquosa, unificando as fases, sob agitação contínua e rigorosa até atingir a temperatura ambiente ( $20^\circ\text{C}$ ).

(v) Foi adicionado à mistura (iv) o poliquatérnio 7, a solução de ácido cítrico 20% e por fim o conservante, sob agitação.

#### **4.4.2 Análise microbiológica**

Foram realizadas as análises microbiológicas das formulações cosméticas capilares veganas contendo BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$  e  $\leq 180 \mu\text{m}$ , no Laboratório de Controle de Qualidade de Medicamentos e Cosméticos (LCMEC) da UCS e utilizando a metodologia da Farmacopeia Brasileira (BRASIL, 2010<sup>a</sup>), conforme metodologia descrita no item 4.3.1.

#### **4.4.3 Caracterização físico-química e avaliação de estabilidade das formulações**

As formulações foram separadas e armazenadas em 27 frascos plásticos de parede dupla contendo 30g de cada formulação (BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$  e  $\leq 180 \mu\text{m}$ ) em cada frasco, para posterior avaliação da estabilidade e caracterização físico-química (Figura 6 e 7).



**Figura 6.** Formulação capilar vegana com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$ , após o preparo.



**Figura 7.** Formulação capilar vegana com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$ , após o preparo.

#### **4.4.3.1 Avaliação de estabilidade**

De acordo com o Guia de Estabilidade da ANVISA (BRASIL, 2004), as formulações foram submetidas à temperatura ambiente ( $20 \pm 2$  °C), em estufa Tecnal modelo TE-393/1 ( $45 \pm 2$  °C) e em geladeira Continental modelo 470 ( $2 \pm 2$  °C), durante o período de 90 dias. Foram realizadas as análises a seguir, nos períodos de: 0, 30, 60 e 90 dias das amostras em triplicata.

#### **4.4.3.2 Análise organoléptica**

A análise organoléptica foi realizada no Laboratório de Farmacotécnica da UCS, visando a observar possíveis alterações nas formulações, a partir da verificação visual de cor, odor, aspecto e textura nos tempos de: 0, 30, 60 e 90 dias.

#### **4.4.3.3 Centrifugação**

O ensaio de centrifugação foi realizado para avaliar a estabilidade físico-química das formulações, prevendo possíveis instabilidades. Em tubo de ensaio cônico graduado para centrífuga (ALC Modelo PK 131) foi adicionado 1,0 g de cada formulação, e após foi submetida ao ciclo de 3000 rpm durante 30 minutos à temperatura ambiente ( $20 \pm 2$  °C) (BRASIL, 2004). O teste de centrifugação foi realizado no Laboratório de Bioquímica do Bloco S da UCS.

#### **4.4.3.4 Determinação de pH**

A determinação do pH das formulações foi realizada no Laboratório de Farmacotécnica da UCS. Para a determinação dos valores de pH foi realizada a dispersão das formulações em água destilada (10%, m/v), a 20°C, em potenciômetro (Micronal modelo DM-20). Foram feitas médias que corresponde a três medições, as amostras foram analisadas nos

tempos 0, 30, 60 e 90 dias com o auxílio de um pHmetro (Digimed, modelo DM-22), sendo o pH indicado para produtos cosméticos em contato com o couro cabeludo de 6,5 a 7,5 (BRASIL, 2004).

#### 4.4.3.5 Determinação de espalhabilidade

O teste de espalhabilidade tem como objetivo verificar o teor de expansão das formulações, avaliando alterações nas características reológicas (BRASIL, 2004). Uma formulação com boa espalhabilidade facilita na aplicação e também garante uma distribuição uniforme, tendo potencial para melhor avaliação no mercado (DANELUZ et al., 2020).

Os testes foram realizados com as formulações em diferentes condições de armazenamento. Foram realizados com uma placa molde circular de vidro (diâmetro = 20 cm; espessura = 0,2 cm), com orifício central de 1,2 cm de diâmetro, a placa foi posicionada sobre uma placa-suporte de vidro (20 cm × 20 cm) localizada sobre uma escala milimetrada e uma fonte luminosa. A amostra foi introduzida no orifício da placa molde e após um minuto, foi realizada a leitura dos diâmetros abrangidos e subsequente calculado o diâmetro médio. Este procedimento foi repetido acrescentando-se sucessivamente outras placas, em intervalos de um minuto. Os resultados foram expressos em espalhabilidade da amostra em função da massa aplicada, de acordo com a Equação 1, sendo que os mesmos correspondem à média de três determinações (BORGUETTI; KNORST, 2006).

$$Ei = d^2 \cdot \frac{\pi}{4} \quad \text{Equação (1)}$$

Sendo:  $Ei$  = espalhabilidade da amostra para uma determinada massa  $i$  ( $\text{mm}^2$ );  $d$  = diâmetro médio (mm).

Esse teste foi realizado no laboratório de Farmacotécnica da UCS nos tempos 30 e 90 dias.

#### **4.4.3.6 Avaliação da viscosidade e comportamento reológico**

A viscosidade das formulações caracteriza reologicamente o sistema, realizando o controle de qualidade e auxiliando na determinação de consistência e fluidez do produto (Brasil, 2004).

A viscosidade das formulações em diferentes condições de armazenamento foi avaliada com o auxílio de um viscosímetro rotacional (Marte, modelo MDV-20) spindle L3 com valores da velocidade de rotação de 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90 e 100 (99) rpm, de modo crescente e decrescente à temperatura ambiente ( $20 \pm 2$  °C). O ensaio foi realizado no Laboratório de Farmacotécnica do Bloco S da UCS.

#### **4.4.3.7 Avaliação da irritabilidade dérmica, irritabilidade dérmica acumulada e sensibilização dérmica *in vivo***

O teste de irritabilidade dérmica, irritabilidade dérmica acumulada e sensibilização dérmica *in vivo* tem como objetivo verificar o potencial de irritabilidade cutânea primária, acumulada e sensibilização da formulação, em condições maximizadas, com área de aplicação e quantidade controladas, sendo esse estudo acompanhado por um médico dermatologista. O teste foi realizado pela empresa Allergisa (São Paulo/SP Brasil) com a formulação que apresentou os melhores resultados de caracterização físico-química.

Foram incluídos no estudo 80 participantes, dentre estes 51 completaram o estudo. Os critérios de inclusão exigem participantes masculinos ou femininos, saudáveis, com pele íntegra na região de teste, que tenham concordância em aderir aos procedimentos e exigências do ensaio e comparecer ao instituto nos dias e horários determinados para as avaliações, que possuam capacidade de consentir sua participação no estudo, com idade entre 18 a 60 anos, com média de idade de 39 anos.

O método utilizado foi o *patch test*, com a formulação distribuída sobre dois discos de papel, devidamente identificados e aplicados na área escapular e no dorso direito ou esquerdo dos participantes da pesquisa. O teste foi dividido em duas fases, a fase de indução que indica a ausência de potencial de irritação para o produto e a fase de desafio que indica a ausência de potencial alergênico para o produto. Entre as fases ocorreu um período de descanso, onde o

produto não é aplicado. No período de indução, entre a 1<sup>a</sup> e a 3<sup>a</sup> semanas de estudo, o produto foi aplicado três vezes por semana. Neste período, o produto permaneceu em contato com a pele por 48 horas entre as aplicações, e aos finais de semana, por 72 horas, sendo avaliada a área em cada retirada e reaplicação da formulação, no mesmo local. Após a fase de indução, o produto foi removido e teve-se o período de repouso durante a 4<sup>a</sup> a 5<sup>a</sup> semana. Em seguida, na 6<sup>a</sup> semana, a fase desafio foi estudada. Nesta etapa, o produto foi aplicado por um período de 48 horas. O estudo foi realizado conforme Resolução CNS N 466/12 e de acordo com as Boas Práticas Clínicas (ICH E6), com acompanhamento de médico dermatologista em todas as fases da pesquisa, assim como todos voluntários receberam e assinaram o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (Apêndice A) para participação na pesquisa.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA DE ARGILA

#### 5.1.1 Análise microbiológica

As Tabelas 4 e 5 apresentam a avaliação da atividade microbiana das amostras contendo BM com tamanhos de partículas  $\leq 45$  e  $\leq 180$   $\mu\text{m}$  a partir da presença de bactérias mesófilas, bolores e leveduras, coliformes fecais e totais e pesquisa de patógenos.

**Tabela 4.** Avaliação microbiológica da amostra de argila  $\leq 45$   $\mu\text{m}$ .

ENSAIO	MÉTODO	ESPECIFICAÇÃO*	RESULTADO
Contagem de Bactérias Mesófilas	Contagem em Placas	No máximo $5,0 \times 10^3$ UFC/g	$< 1,0 \times 10^1$ UFC/g (est)
Contagem de Bolores e Leveduras	Contagem em Placas	Ausência em 1 g	$< 1,0 \times 10^1$ UFC/g (est)
Coliformes Fecais	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Coliformes Totais	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Escherichia coli</i>	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Staphylococcus aureus</i>	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g

**Tabela 5.** Avaliação microbiológica da amostra de argila  $\leq 180$   $\mu\text{m}$ .

ENSAIO	MÉTODO	ESPECIFICAÇÃO*	RESULTADO
Contagem de Bactérias Mesófilas	Contagem em Placas	No máximo $5,0 \times 10^3$ UFC/g	$< 1,0 \times 10^1$ UFC/g (est)
Contagem de Bolores e Leveduras	Contagem em Placas	Ausência em 1 g	$< 1,0 \times 10^1$ UFC/g (est)
Coliformes Fecais	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Coliformes Totais	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Escherichia coli</i>	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Staphylococcus aureus</i>	Detecção	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g

\*Farmacopeia Brasileira 6<sup>o</sup>ed. 2019.

O estudo microbiano revelou que ambas as amostras estão isentas de bactérias patogênicas e a quantidade total de microrganismos está em conformidade. Portanto, o processo

de descontaminação da BM foi eficiente tendo em vista que os resultados obtidos a partir da avaliação microbiológica encontram-se de acordo com os parâmetros microbiológicos para Produtos de Higiene Pessoal, Cosméticos e Perfumes estabelecidos pela Resolução nº 481, de 23 de setembro de 1999.

### 5.1.2 Distribuição granulométrica

A Tabela 6 apresenta as frações retidas em cada abertura de malha das peneiras.

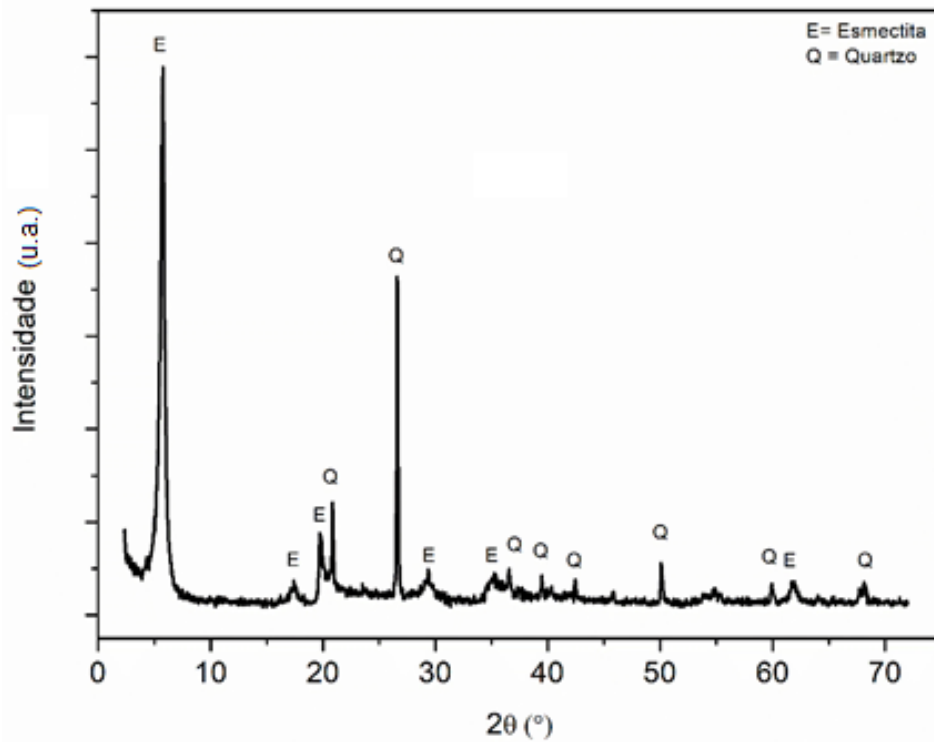
**Tabela 6.** Distribuição do tamanho de partículas da bentonita de Melo por análise granulométrica realizada por peneiramento.

<b>Abertura de malha (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>&gt; 710</b>	<b><math>\leq 710</math></b>	<b><math>\leq 500</math></b>	<b><math>\leq 425</math></b>	<b><math>\leq 180</math></b>	<b><math>\leq 45</math></b>
<b>Retenção (%)</b>	19	11,4	6	19,4	38,4	5,8

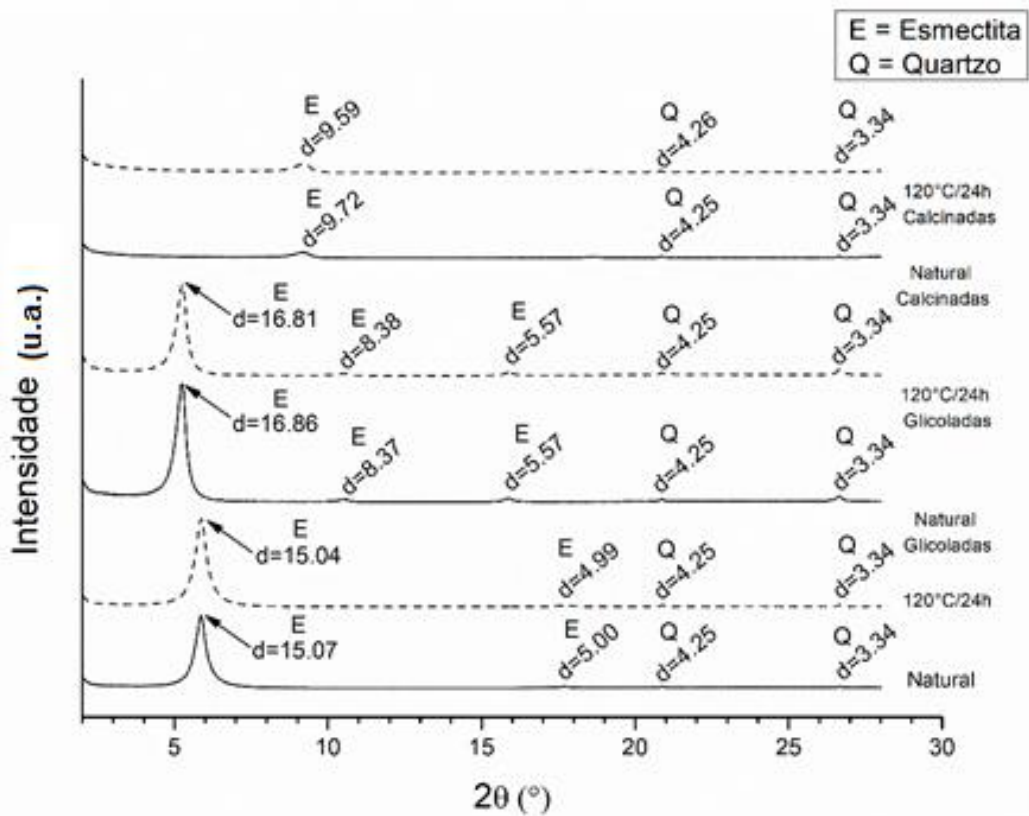
Diferentes tamanhos de partículas foram obtidos após a distribuição granulométrica realizada por peneiramento. Verifica-se a menor fração em partículas  $\leq 45 \mu\text{m}$  (5,8%), e a maior fração retida em  $\leq 180 \mu\text{m}$ , com 38,4% de retenção. Não é possível afirmar que as partículas possuem esse tamanho, pois os fragmentos depositados nessa faixa eram compactos e rígidos, porém passíveis de trituração.

### 5.1.3 Difração de raios X

As Figuras 8 e 9 apresentam os difratogramas (DRX) da BM com tamanhos de partículas  $\leq 45 \mu\text{m}$ .



**Figura 8.** Difratoograma de raios X da bentonita de Melo.



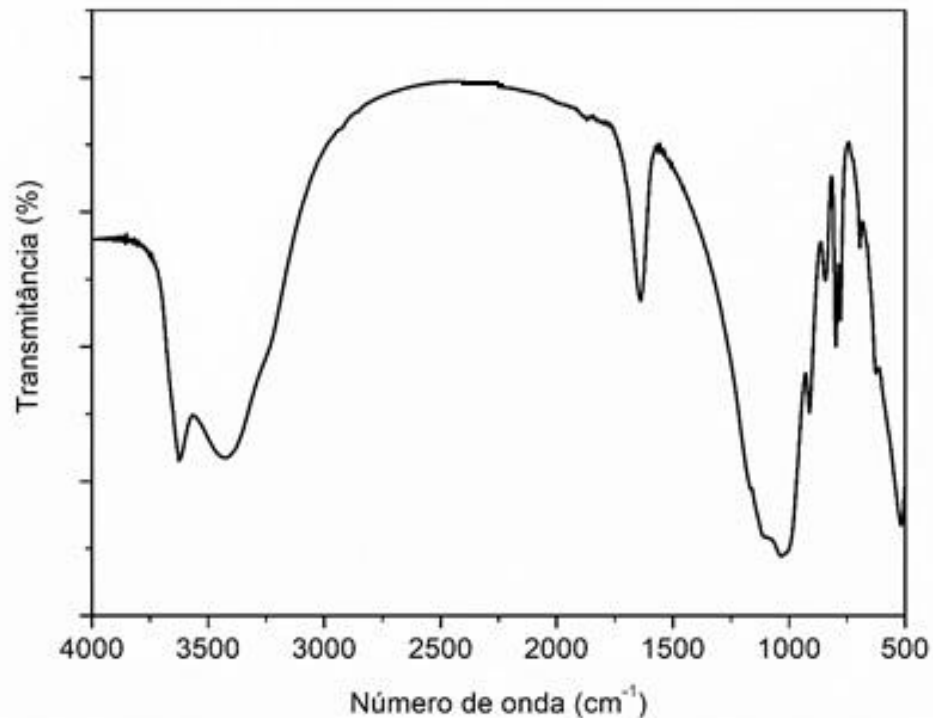
**Figura 9.** Difratoograma da bentonita de Melo de lâminas orientadas: calcinadas, glicoladas e natural (os valores “d” são dados em Å), Favero et al. (2019).

A BM apresenta as fases esmectita (E) e quartzo (Q), cuja a presença foi comprovada pelos respectivos picos nos difratogramas (Figuras 8 e 9). Os resultados das difrações mostraram um comportamento esperado para as esmectitas, e apesar do método de descontaminação ter sido diferente do trabalho analisado (associação de álcool 70 °GL e calor seco), esse processo não teve influência nos resultados obtidos na difração de raios X (FAVERO et al., 2019).

Em um estudo realizado por Zhu et al (2021) avaliando amostras de bentonita sódica foram identificados picos em  $2\theta$  próximos aos encontrados da amostra de BM.

#### 5.1.4 Espectroscopia por Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 10 mostra o espectro de FTIR e a Tabela 7 apresenta as respectivas bandas de absorção relacionadas aos grupos funcionais presentes na bentonita de Melo com tamanhos de partículas  $\leq 45 \mu\text{m}$ .



**Figura 10.** Espectro de FTIR da bentonita de Melo por pastilha de KBr.

**Tabela 7.** Bandas de absorção no FTIR, atribuídas a amostra bentonita de Melo.

Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Grupo funcional	Referência
3625 - 3400	Vibração axial OH	Leite; Raposo; Silva (2008); Shabani; Salimi; Jahangiri, (2019)
1640	Vibração angular H–O–H	Khan; Mahajani; Jadhav (2021); Madejová (2003)
~ 1000	Vibração angular Si–O	Ahmad; Yasin (2020)
~ 930	Vibração axial Al–OH	Laysandra et al. (2017)
867	Vibração axial (Al, Mg) –O	Laysandra et al. (2017)
~ 815	Vibração axial Si–O	Kipçak; Kalpazan (2020)
917 - 793	Corresponde as camadas octaédricas de bentonita	Gong; Liu; Huang (2018)
~ 784	Vibração axial Al–Si–O	Ain et al. (2020)
~ 746	Vibração angular Si–O, Al–O e Mg–O	Shabani; Salimi; Jahangiri (2019)
~ 682	Vibração axial Si–O–Al	Kong et al. (2019)
~ 614	Vibração fora do plano de Al–O e Si–O	Rasaie et al. (2021)
510 - 517	Vibração axial Si–O	Perez et al. (2020)

O espectro de FTIR da BM apresenta as bandas de absorção entre 3625 e 3400 cm<sup>-1</sup> atribuídas ao estiramento da ligação O–H do grupo OH referente à água adsorvida, típico de esmectitas com elevada quantidade de Al no octaedro (MADEJOVÁ, 2003). Podem ser observadas bandas em torno de 1000 - 1050 cm<sup>-1</sup> características das ligações Si–O e entre 920 e 500 cm<sup>-1</sup> correspondentes às camadas octaédricas do aluminossilicato Si–O–Al, relatadas pela literatura (AHMAD; YASIN, 2020; GONG; LIU; HUANG, 2018; PEREZ et al., 2020).

### 5.1.5 Avaliação da área superficial

Na avaliação da área superficial (Tabela 8) a BM com tamanho de partículas ≤ 45 µm apresentou maior área superficial (35,003 m<sup>2</sup>/g) em relação a BM com tamanho de partículas ≤ 180 µm.

**Tabela 8.** Avaliação da área superficial da bentonita de Melo com partículas ≤ 45 µm e ≤ 180 µm.

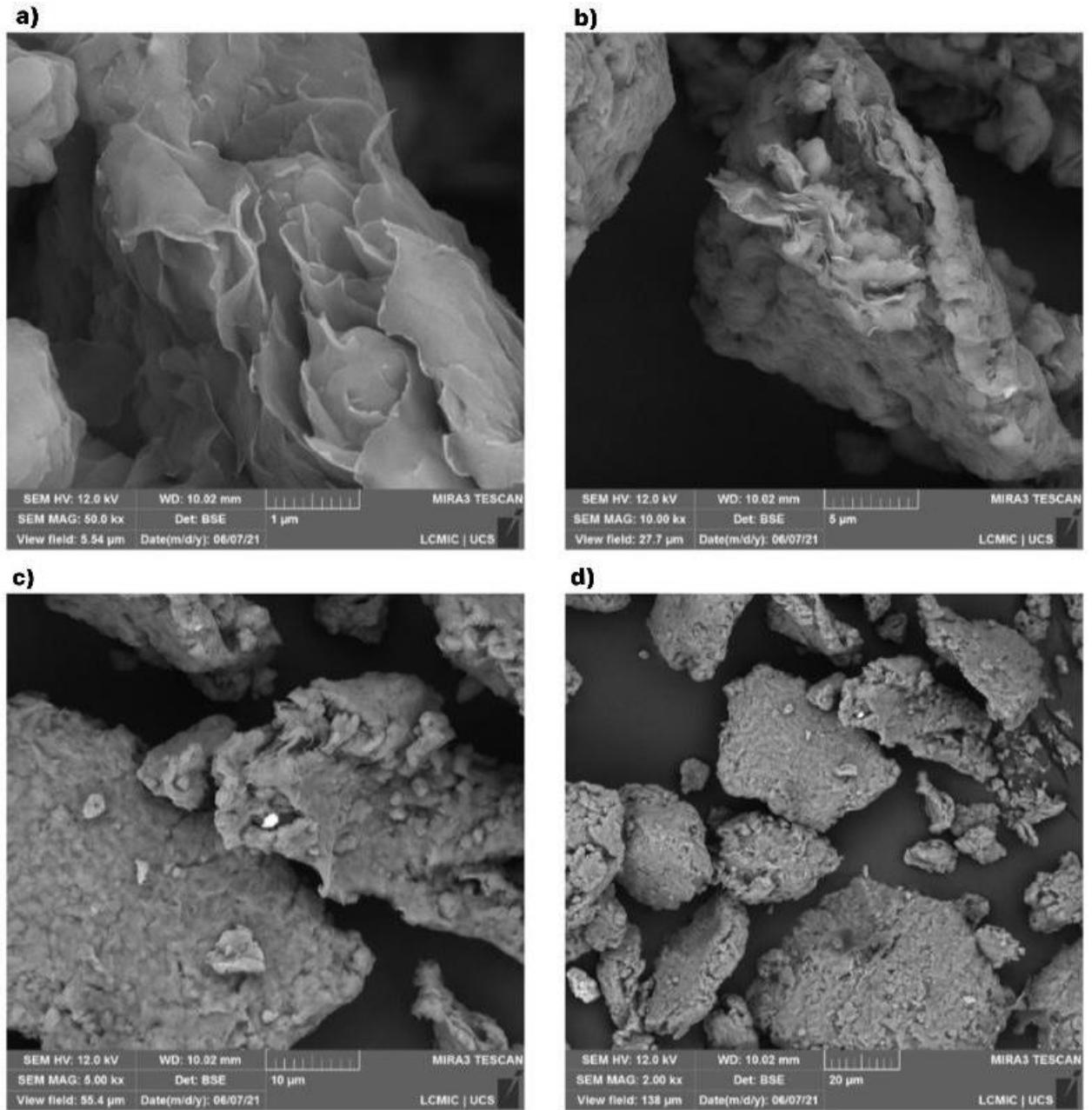
Amostra	Área superficial (m <sup>2</sup> /g)
Bentonita de Melo ≤ 45 µm	35,003
Bentonita de Melo ≤ 180 µm	10,673

De acordo com Favero et al. (2019) a área superficial encontrada para a bentonita de Melo com tamanhos de partículas  $\leq 180 \mu\text{m}$  foi de  $13,905 \text{ m}^2/\text{g}$ , valor próximo ao encontrado no presente estudo.

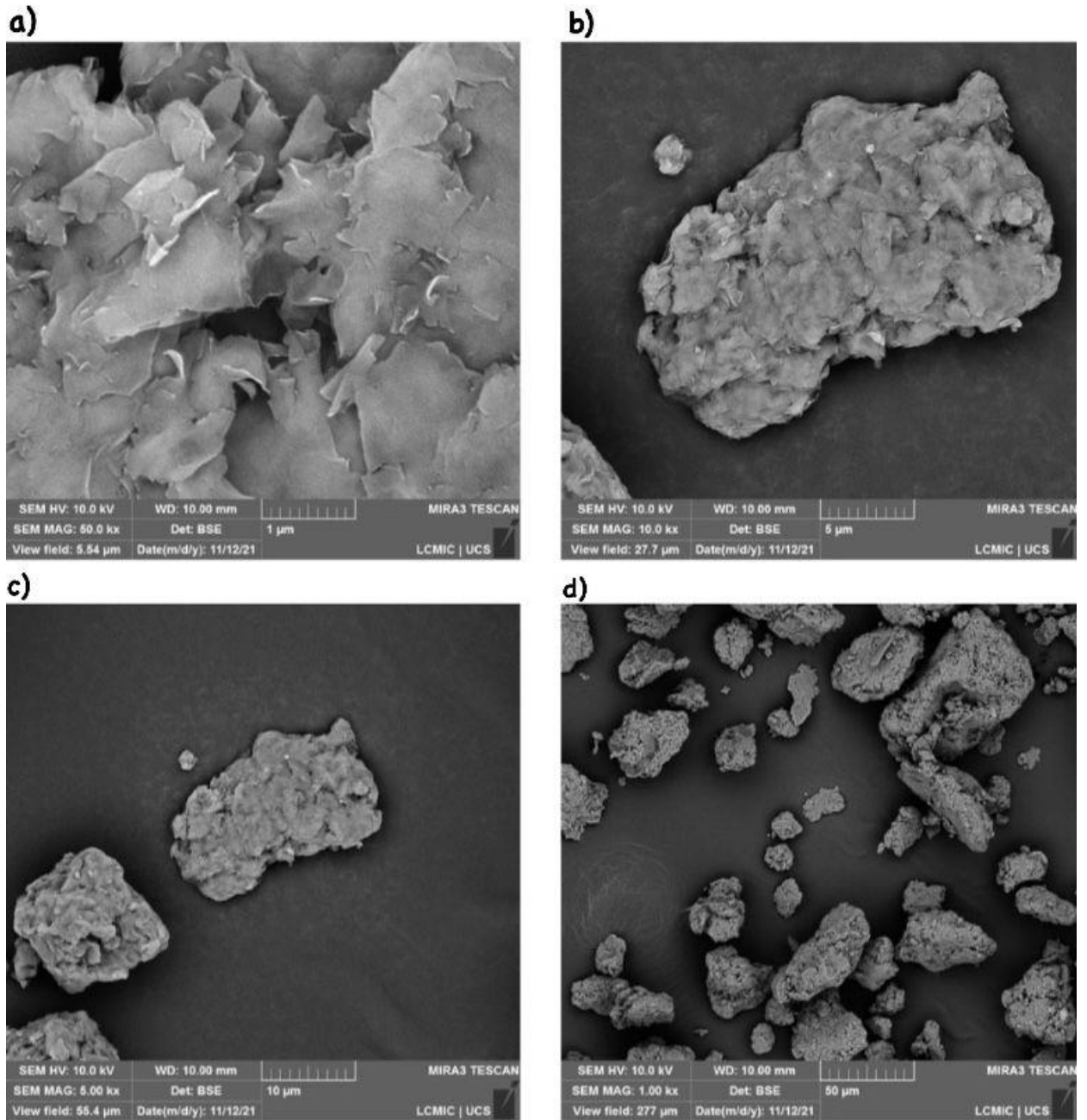
Do ponto de vista da cosmetologia, a informação a respeito da área superficial contribui para propriedades de absorção, que são necessárias para a retenção da oleosidade. Essa capacidade de adsorção está relacionada à porosidade das partículas. Minerais com grande área de superfície são porosos ou ásperos, pois as partículas aderem à pele, formando um filme que oferece proteção e é capaz de reter a oleosidade (FAVERO et al., 2019).

### **5.1.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

A amostra foi caracterizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$  e  $\leq 180 \mu\text{m}$ , Figuras 11 e 12, respectivamente.



**Figura 11.** Micrografias por MEV da BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$  de magnitude: a) 50000x, b) 10000x, c) 5000x e d) 2000x.



**Figura 12.** Micrografias por MEV da BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$  de magnitude: a) 50000x, b) 10000x, c) 5000x e d) 1000x.

As imagens (Figuras 11 e 12) mostram que a BM apresenta tamanhos e diâmetros variáveis, distribuição irregular e uma morfologia lamelar. Considerando que Favero et al. (2019) identificou como uma das fases cristalinas da bentonita de Melo o grupo quartzo, indicativos como tamanho, distribuição e morfologia podem confirmar a presença de quartzo na amostra. Estudos anteriores realizados com a montmorilonita mostraram resultados semelhantes (ALVES et al., 2016; TONNESEN et al., 2012; SARKAR et al., 2008).

Alves et al. (2016) e Rossetto et al. (2009) verificaram diâmetro entre 5  $\mu\text{m}$  e 150  $\mu\text{m}$  das partículas para amostras de bentonita com tamanho de partícula  $\leq 150 \mu\text{m}$ , próximos aos encontrados no presente estudo.

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DA FORMULAÇÃO COSMÉTICA COM GRANULOMETRIA $\leq 45 \mu\text{m}$

### 5.2.1 Análise microbiológica

A Tabela 9 apresenta a avaliação microbiológica da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$ .

**Tabela 9.** Avaliação microbiológica da formulação cosmética contendo BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$

ENSAIO	ESPECIFICAÇÃO*	RESULTADO
Contagem de Bactérias Mesófilas <sup>1</sup>	No máximo $5,0 \times 10^3$ UFC/g	$< 1,0 \times 10^1$ UFC/g (est)
Contagem de Bolores Leveduras <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	$< 1,0 \times 10^1$ UFC/g (est)
Coliformes Fecais <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Coliformes Totais <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Escherichia coli</i> <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Pseudomonas aeruginosa</i> <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Staphylococcus aureus</i> <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g

\*UFC = Unidades Formadoras de Colônias (valor estimado)

\*\*Farmacopeia Brasileira 6ªed. 2019.

A formulação, nos itens analisados, está em conformidade com os parâmetros microbiológicos para Produtos de Higiene Pessoal, Cosméticos e Perfumes por apresentarem níveis permitidos para este parâmetro, segundo a legislação considerada estabelecidos pela Resolução nº 481, de 23 de setembro de 1999 da ANVISA. Os parâmetros aceitos pela legislação brasileira de cosméticos são os mesmos definidos pela Farmacopeia Britânica. Diante desses resultados, verificou-se que o método utilizado para a descontaminação da amostra foi eficaz (DANELUZ et al., 2020).

### 5.2.2 Análise organoléptica

A análise organoléptica de formulações possibilita o reconhecimento primário, de modo a identificar instabilidades (BRASIL, 2004). Os resultados da análise organoléptica estão descritos no Quadro 3.

**Quadro 3.** Parâmetros Organolépticos da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$ .

Armazenamento	Tempo (dias)	Aspecto	Cor	Odor
<b>Estufa (<math>45 \pm 2^\circ\text{C}</math>)</b>	0	Homogêneo	Argila (bege)	Ausência
	30	Homogêneo	Argila (bege)	Ausência
	60	Não homogêneo	Argila (bege)	Ausência
	90	Não homogêneo	Argila (bege)	Ausência
<b>Geladeira (<math>2 \pm 2^\circ\text{C}</math>)</b>	0	Homogêneo	Argila (bege)	Ausência
	30	Homogêneo	Argila (bege)	Ausência
	60	Homogêneo	Levemente modificada (escurecimento)	Ausência
	90	Não homogêneo	Levemente modificada (escurecimento)	Ausência
<b>Temperatura ambiente (<math>20 \pm 2^\circ\text{C}</math>)</b>	0	Homogêneo	Argila (bege)	Ausência
	30	Homogêneo	Argila (bege)	Ausência
	60	Homogêneo	Argila (bege)	Ausência
	90	Não homogêneo	Argila (bege)	Ausência

A Figura 13 apresenta a formulação com separação de fases (não-homogênea) após os 90 dias. A incorporação de ativos em formulações cosméticas pode muitas vezes causar a desestabilização da formulação, fazendo com que ocorra uma instabilidade (DANELUZ et al., 2020).



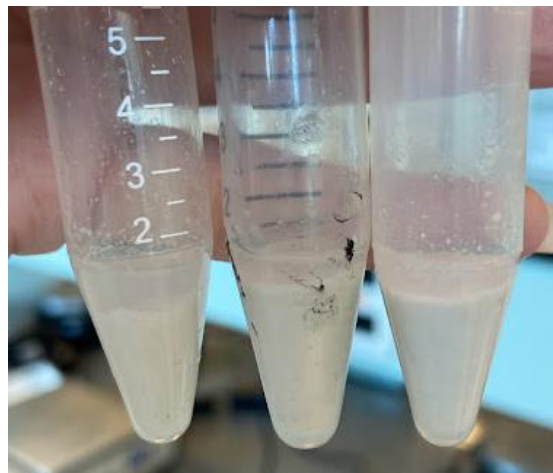
**Figura 13.** Formulação em condição de armazenamento estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ) não-homogênea após os 90 dias.

### 5.2.3 Centrifugação

A partir do ensaio de centrifugação foi possível verificar instabilidades físico-químicas nas formulações. O aumento da mobilidade das partículas antecipa possíveis instabilidades (BRASIL, 2004).

Após o preparo, a formulação se apresentou estável no ensaio de centrifugação, não apresentando nenhum tipo de separação de fase (coalescência, cremeação ou floculação).

Após os 30 dias, manteve-se sem alterações. Após 60 dias, a formulação em condição de armazenamento estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ) apresentou uma leve separação visual de fases, na qual a sólida se separou da líquida. Apesar da separação inicial de fases na condição estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ) deu-se continuidade aos ensaios para avaliar as demais condições. Após 90 dias, sob condição de estresse, a formulação, independente da condição de armazenamento, apresentou separação de fases, conforme mostra a Figura 14.



**Figura 14.** Ensaio de centrifugação da formulação após 90 dias.

De acordo com estudos anteriores, a separação de fases pode ocorrer devido a diversos fatores, tais como, a tendência de perda de estabilidade ao longo do tempo por coalescência e devido a proporção dos demais componentes presentes na formulação (POZZA et al., 2017).

### 5.2.4 Determinação de pH

A determinação de pH é um parâmetro muito importante em estudos de estabilidade, pois alterações nesses valores podem ocorrer devido à presença de impurezas, decomposição ou modificações químicas (LIMA, 2012).

Os resultados das médias de pH das formulações contendo bentonita de Melo estão apresentados na Tabela 10.

**Tabela 10.** Valores de pH da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$  em diferentes condições de armazenamento.

<b>Tempo</b>	<b>45°C<sup>1</sup></b>	<b>2°C<sup>2</sup></b>	<b>20°C<sup>3</sup></b>
0	6,80	6,80	6,80
30	5,80	7,17	6,76
60	5,33	6,85	6,85
90	5,20	6,92	7,09

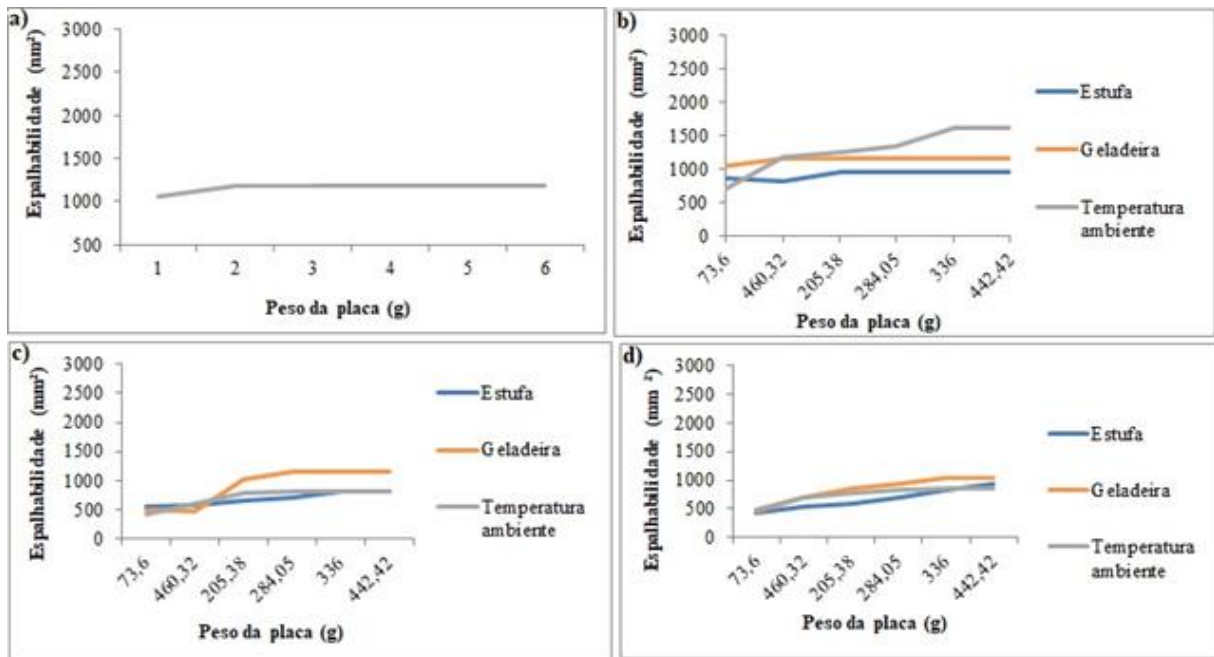
<sup>1</sup>Estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ); <sup>2</sup>geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ); <sup>3</sup>temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

Os valores de pH das formulações em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ) resultaram em uma maior variação, porém ainda se encontra em conformidade para produtos cosméticos em contato com o couro cabeludo que varia de ligeiramente ácido a próximo da neutralidade (5,0 até 7,5) (LIMA, 2012).

As formulações em condições de armazenamento geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ) apresentaram valores de pH entre 6,76 e 7,17, compatíveis com o pH do couro cabeludo (5,0 a 7,5), sem variações significativas. Assim, foram considerados compatíveis com sua aplicação.

### 5.2.5 Determinação de espalhabilidade

A Figura 15 apresenta a espalhabilidade da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$  em diferentes condições de armazenamento, no tempo 0, 30, 60 e 90 dias.



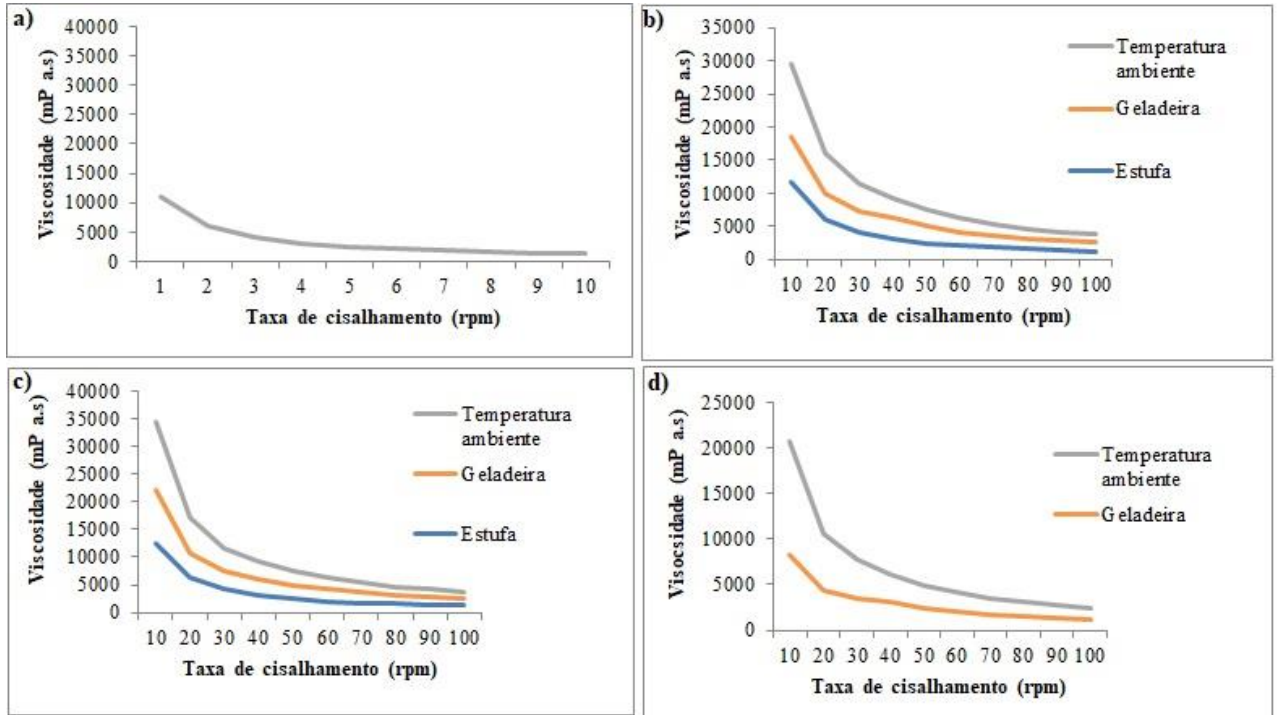
**Figura 15.** Espalhabilidade da amostra de BM no tempo: a) 0, b) 30, c) 60 e d) 90 dias, em diferentes condições de armazenamento. (Temperatura ambiente = valores de espalhabilidade a temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ); Geladeira = valores de espalhabilidade em geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e Estufa = valores de espalhabilidade em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

A partir da Figura 15 foi identificado uma redução de umidade que pode estar relacionada com a embalagem escolhida para a formulação. De acordo com o Guia de Estabilidade da ANVISA (BRASIL, 2004), a embalagem plástica é indicada para observar alterações na formulação como aspecto, cor, odor, entre outros e apesar de apresentar boa vedação, para garantir menor perda de umidade seria necessário que a formulação fosse armazenada em uma embalagem plástica em formato de bisnaga, que propõe maior proteção devido a abertura ser inferior à do frasco. Em virtude de a embalagem não ser totalmente adequada, ocorreu a perda de umidade registrada, interferindo assim na espalhabilidade do produto.

### 5.2.6 Avaliação da viscosidade e comportamento reológico

A Figura 16 apresenta a viscosidade da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 45 \mu\text{m}$  em diferentes condições de armazenamento. Foi possível verificar a redução dos

valores de viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento, classificando-se como uma formulação pseudoplástica. A variação da viscosidade conforme a velocidade, indica comportamento não-newtoniano, pois não há relação linear entre os valores (IBORRA et al., 2006).



**Figura 16.** Viscosidade da amostra de BM no tempo: a) 0, b) 30, c) 60 e d) 90 dias, respectivamente, em diferentes condições de armazenamento. (Temperatura ambiente = valores de viscosidade a temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ); Geladeira = valores de viscosidade em geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e Estufa = valores de viscosidade em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

Na Figura 16(d) que indica a viscosidade no tempo de 90 dias, a condição de armazenamento estufa foi inviável de realizar a leitura devido à perda de umidade, originando o ressecamento da formulação.

Ao comparar os gráficos da Figura 16, se observa que inicialmente a formulação estava mais viscosa, independente da condição de armazenamento, e sob condições de estresse obteve-se uma diminuição em seus valores. A partir das análises foi observado uma perda significativa de água na formulação, esta perda está relacionada à embalagem plástica utilizada, que apresenta uma grande abertura na superfície (BRASIL, 2004).

### 5.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DA FORMULAÇÃO COSMÉTICA COM GRANULOMETRIA $\leq 180 \mu\text{m}$

#### 5.3.1 Análise microbiológica

A Tabela 11 apresenta a avaliação microbiológica da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$ .

**Tabela 11.** Avaliação microbiológica da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$ .

ENSAIO	ESPECIFICAÇÃO*	RESULTADO
Contagem de Bactérias Mesófilas <sup>1</sup>	No máximo $5,0 \times 10^3$ UFC/g	$< 1,0 \times 10^1$ UFC/g (est)
Contagem de Bolores Leveduras <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	$< 1,0 \times 10^1$ UFC/g (est)
Coliformes Fecais <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Coliformes Totais <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Escherichia coli</i> <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Pseudomonas aeruginosa</i> <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g
Pesquisa de <i>Staphylococcus aureus</i> <sup>1</sup>	Ausência em 1 g	Ausência em 1 g

\*Farmacopeia Brasileira 6<sup>o</sup>ed. 2019.

A formulação, nos itens analisados, está em conformidade com os parâmetros microbiológicos para Produtos de Higiene Pessoal, Cosméticos e Perfumes por apresentarem níveis permitidos para este parâmetro, segundo a legislação considerada estabelecidos pela Resolução n<sup>o</sup> 481, de 23 de setembro de 1999 da ANVISA.

#### 5.3.2 Análise Organoléptica

Os resultados da análise organoléptica da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$  estão descritos no Quadro 4.

**Quadro 4.** Parâmetros Organolépticos da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$ .

Armazenamento	Tempo (dias)	Aspecto	Cor	Odor
<b>Estufa (<math>45 \pm 2^\circ\text{C}</math>)</b>	0	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
	30	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
	60	Homogêneo	Levemente modificada	Ausência
	90	Homogêneo	Levemente modificada	Ausência
<b>Geladeira (<math>2 \pm 2^\circ\text{C}</math>)</b>	0	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
	30	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
	60	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
	90	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
<b>Temperatura ambiente (<math>20 \pm 2^\circ\text{C}</math>)</b>	0	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
	30	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
	60	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência
	90	Homogêneo	<i>all white</i> (creme)	Ausência

A Figura 17 apresenta a formulação após os 90 dias, na qual ocorreu uma leve diferença de cor da formulação que foi submetida a estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ), para as demais condições de armazenamento não foram observadas alterações na cor. A mudança de coloração apresentada pelas formulações pode ter ocorrido devido a maior concentração de BM na condição de armazenamento selecionada, podendo ter ocorrido devido ao calor da estufa, que ocasionou a remoção de umidade (DANELUZ et al., 2020).

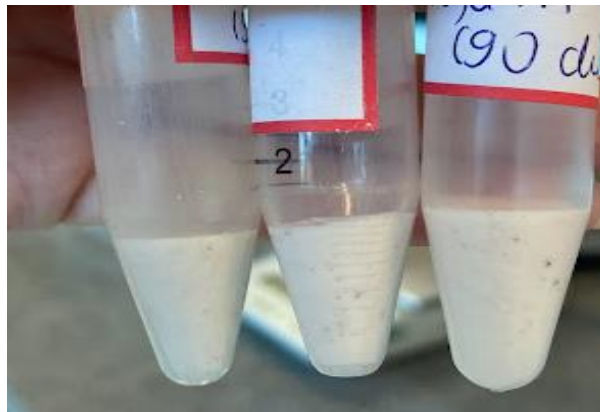
**Figura 17.** Formulação após 90 dias de preparo, em diferentes condições de armazenamento: estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ); geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ); e temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ), respectivamente.

De acordo com o Guia de Estabilidade da ANVISA (BRASIL, 2004) a formulação está de acordo com todos critérios exigidos, visto que o produto se manteve íntegro durante toda a análise, e que pequenas alterações na cor são aceitáveis devido a temperaturas elevadas, como o ocorrido em condição de armazenamento estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

Para todos os parâmetros organolépticos testados, a formulação apresentou características compatíveis com as encontradas no estudo realizado por Daneluz et al. (2020).

### 5.3.3 Centrifugação

As formulações apresentaram-se estáveis no ensaio de centrifugação (Figura 18), não apresentando nenhum tipo de separação de fase (coalescência, cremação ou floculação), independente das condições de armazenamento. Resultados semelhantes foram encontrados em ensaios de centrifugação realizados em um material argiloso natural, em que, a formulação desenvolvida nesse estudo com o material, se apresentou estável e com boas interações entre os componentes (DANELUZ et al., 2020).



**Figura 18.** Ensaio de centrifugação da formulação em diferentes condições de armazenamento após 90 dias.

### 5.3.4 Determinação de pH

Os resultados das médias de pH das formulações contendo bentonita de Melo com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$  estão apresentados na Tabela 12.

**Tabela 12.** pH da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$ .

Tempo	45°C <sup>1</sup>	2°C <sup>2</sup>	20°C <sup>3</sup>
0	6,80	6,80	6,80
30	7,43	7,03	7,09
60	7,89	7,09	7,14
90	8,08	7,11	7,24

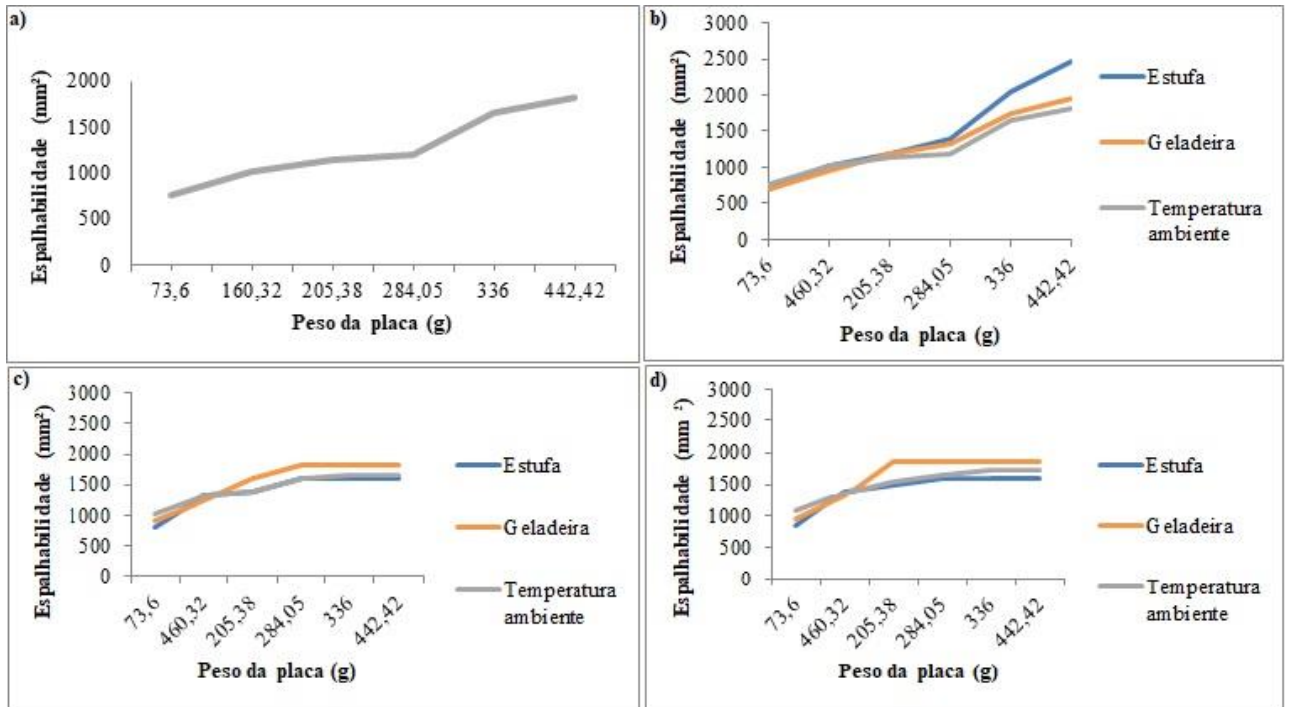
<sup>1</sup>Estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ); <sup>2</sup>geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ); <sup>3</sup>temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

As formulações contendo BM apresentaram aumento nos valores de pH, independente da condição de armazenamento. As formulações em condição de armazenamento estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ) apresentaram maior diferença na medição de pH chegando até 8,08, vale ressaltar que os resultados se referem a partir da média de três leituras. Valores altos de pH foram encontrados por Modabberi et al. (2015) caracterizando bentonitas iranianas, e podem ser explicados devido as temperaturas que as formulações foram submetidas, em temperaturas maiores ou menores é habitual um aumento significativo nos valores de pH.

Os valores de pH encontrados em condições de armazenamento geladeira e temperatura ambiente estão em conformidade para produtos cosméticos em contato com o couro cabeludo (5,0 a 7,5). Já a condição de armazenamento estufa resultou em uma maior variação, sendo ultrapassado o limite considerado neutro, após a determinação de pH dos 60 dias e 90 dias (LIMA, 2012).

### 5.3.5 Determinação de espalhabilidade

A Figura 19 apresenta a espalhabilidade da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$  em diferentes condições de armazenamento, no tempo 0, 30, 60 e 90 dias.



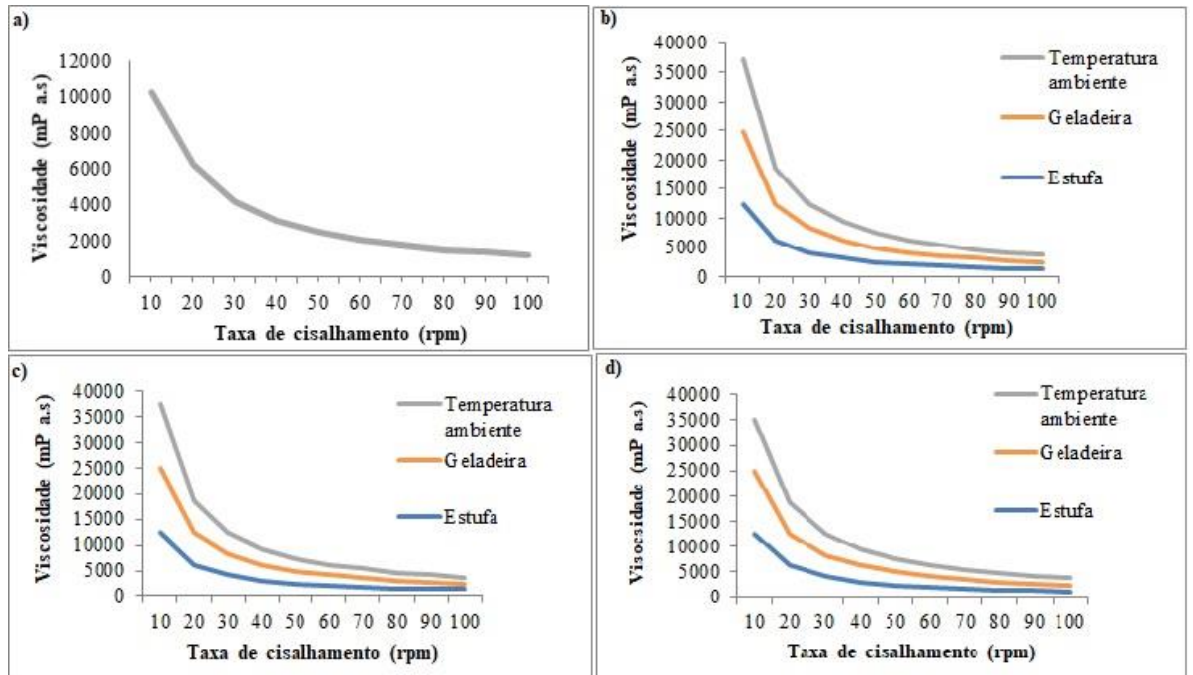
**Figura 19.** Espalhabilidade da amostra de BM no tempo: a) 0, b) 30, c) 60 e d) 90 dias, respectivamente, em diferentes condições de armazenamento. (Temperatura ambiente = valores de espalhabilidade a temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ); Geladeira = valores de espalhabilidade em geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e Estufa = valores de espalhabilidade em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

Verifica-se que a amostra em condição de armazenamento em estufa apresentou uma maior espalhabilidade, e a amostra em temperatura ambiente menor. A formulação apresentou uma espalhabilidade média máxima, independente das condições de exposição, em torno de  $1500 \text{ mm}^2$ . Segundo Daneluz et al. (2020), os valores de espalhabilidade podem variar devido ao diâmetro atingido pela amostra na aplicação da técnica, quanto maior o diâmetro, maior a espalhabilidade.

A perda de umidade ocorreu em virtude a embalagem plástica utilizada não ser adequada, pois apresenta uma grande abertura na superfície, não oferecendo maior proteção (BRASIL, 2004).

### 5.3.6 Avaliação da viscosidade e comportamento reológico

A Figura 20 apresenta a viscosidade da formulação contendo BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$  em diferentes condições de armazenamento.



**Figura 20.** Viscosidade da amostra de BM no tempo: a) 0, b) 30, c) 60 e d) 90 dias, respectivamente, em diferentes condições de armazenamento. (Temperatura ambiente = valores de viscosidade a temperatura ambiente ( $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ); Geladeira = valores de viscosidade em geladeira ( $2 \pm 2^\circ\text{C}$ ) e Estufa = valores de viscosidade em estufa ( $45 \pm 2^\circ\text{C}$ ).

A formulação pode ser classificada como pseudoplástica e seu comportamento não newtoniano, de acordo com os estudos de Iborra et al. (2006). As características pseudoplástica e de comportamento não-newtoniano são desejáveis em formulações de uso cosmético, devido a impedir a mobilidade da fase dispersa. Quando agitada a formulação apresenta fluxo livre, o que é importante no retardamento de coalescência, cremeação ou floculação (FRANGE; GARCIA, 2009).

A perda de umidade ocorreu em virtude a embalagem plástica utilizada, que dispõe de grande abertura na superfície, não oferecendo maior proteção (BRASIL, 2004).

### 5.3.7 Avaliação da irritabilidade dérmica, irritabilidade dérmica acumulada e sensibilização dérmica *in vivo*

Os resultados obtidos na caracterização das formulações de granulometrias diferentes demonstraram que a formulação contendo BM com tamanho de partícula  $\leq 180 \mu\text{m}$  apresentou maior estabilidade, motivo pelo qual esta foi a formulação selecionada para o estudo de irritabilidade dérmica.

A partir da utilização de matérias-primas com seguranças comprovadas que se obtém um produto de confiança. O produto cosmético é de livre acesso ao consumidor, desse modo, a formulação deve ser verificada antes de sua colocação ao mercado cosmético (BRASIL, 2012).

Durante o estudo, nenhum participante apresentou sinal clínico na área de aplicação do produto cosmético e nem na área de aplicação do controle. Durante a fase de indução e desafio nenhuma reação foi observada.

A partir do estudo de irritabilidade dérmica, o produto não apresentou nenhum potencial irritante ou sensibilizante, portanto, o produto é considerado seguro nas condições avaliadas, e o *claim* “Dermatologicamente Testado” pode ser sustentado.

## 6 CONCLUSÃO

A bentonita de Melo está de acordo com as especificações da legislação para ser utilizada como matéria-prima. A partir da avaliação da carga microbiana é verificado que o método de descontaminação é eficiente. A partir das análises realizadas percebe-se que a aplicação da bentonita de Melo em produtos cosméticos apresenta perspectivas positivas.

A viscosidade e a espalhabilidade das formulações são influenciadas pela condição de armazenamento e também pela granulometria da fração de argila. O teste de estabilidade acelerada revela que ambas formulações perderam umidade.

Dentre as duas formulações desenvolvidas, a que apresenta melhores resultados é a BM com granulometria  $\leq 180 \mu\text{m}$ , a formulação se apresenta estável durante todo estudo, sendo selecionada para testes *in vivo* que verifica a irritabilidade dérmica, irritabilidade dérmica acumulada e sensibilização dérmica. Nesse estudo, a formulação não apresenta nenhum potencial irritante ou sensibilizante nas condições testadas, portanto, obteve-se o *claim* “dermatologicamente testado”, permitindo uma possível inserção na indústria cosmética.

## **7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

São necessários novos testes com a bentonita de Melo, para que a mesma seja utilizada como matéria-prima na indústria cosmética. Testar novas embalagens, como na forma de bisnaga, visando uma menor perda de umidade. Formulações com granulometrias diferentes das utilizadas no trabalho ( $\leq 45$  e  $\leq 180 \mu\text{m}$ ) devem ser testadas. O teste que comprova a eficácia do produto (retenção de oleosidade e reconstrução dos tecidos) precisa ser realizado.

## REFERÊNCIAS

- ABIHPEC - Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos. **Caderno de Tendências 2019- 2020: Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos**. São Paulo. BB Editora. 2018a.
- ABIHPEC - Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos. Disponível em: [https://abihpec.org.br/site2019/wp-content/uploads/2022/02/Panorama\\_do\\_Setor\\_Atualizado\\_Dezembro-1.pdf](https://abihpec.org.br/site2019/wp-content/uploads/2022/02/Panorama_do_Setor_Atualizado_Dezembro-1.pdf). 2021b Acesso em: mai, 2022.
- AHMAD, S; YASIN, A. Photocatalytic degradation of deltamethrin by using Cu/TiO<sub>2</sub>/bentonite composite. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 13, n. 11, p. 8481-8488, 2020.
- AIN, Q. U; RASHEED, U; YASEEN, M; ZHANG, H; TONG, Z. Superior dye degradation and adsorption capability of polydopamine modified Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-pillared bentonite composite. **Journal of hazardous materials**, v. 397, p. 122758, 2020.
- ALBARNAZ, L. D.; DANI, N.; FORMOSO, M.; MEXIAS, A.; LISBOA, N. A jazida de bentonita de Bañado de Medina, Melo, Uruguai. Geologia, mineralogia e utilização tecnológica. **Pesquisas em Geociências**, v. 36, n. 3, p. 263-281, 2009.
- AMORIM L. V; VIANA J. D; FARIAS, K. V; BARBOSA, M. I. R; FERREIRA H. C. Estudo comparativo entre variedades de argilas bentoníticas de Boa Vista, Paraíba. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 11, n. 1, p. 30-40, 2006.
- ALVES, J. L.; ZANINI, A. E; SOUZA, M. E. de; NASCIMENTO, M. L. F. Study of selection and purification of Brazilian bentonite clay by elutriation: XRF, SEM and Rietveld analysis. **Cerâmica**, v. 62, n. 361, p. 1-8, 2016.
- BARBOSA, R.; MORAIS, D. D; ARAÚJO, E. M; MÉLO, T. J. A. Caracterizações de argilas bentoníticas e síntese de argilas organofílicas para uso em nanocompósitos poliméricos: parte II. **Cerâmica**, v. 58, n. 347, p. 363-367, 2012.
- BORGUETTI, G. S.; KNORST, M. T. Desenvolvimento e avaliação da estabilidade física de loções O/A contendo filtros solares. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 42, n. 4, p. 531-537, 2006.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia para avaliação de segurança de produtos cosméticos** / Agência Nacional de Vigilância Sanitária. 2a edição. Brasília: ANVISA, 2012. 74 p.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de estabilidade de produtos cosméticos** / Agência Nacional de Vigilância Sanitária. 1a. edição. Brasília: ANVISA, 2004. 52 p.
- BRASIL. **Farmacopeia Brasileira**. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Brasília: Anvisa, 6ª ed. v. 1, p. 605, 2019.

BRASIL. **Farmacopeia Brasileira**. 5a edição. Brasília: Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Parte I: Métodos Gerais, 546 p., 2010<sup>a</sup>.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Formulário Nacional / Ministério da Saúde, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. – Brasília: Ministério da Saúde, 2005.

BRASIL. Resolução RDC Nº 481, de 23 de setembro de 1999. Estabelece os parâmetros de controle microbiológico para os produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Diário Oficial da União, Brasília, DF, 27 de set. 1999.

BRASIL, Resolução RDC nº 211 de 14 de julho de 2014. Estabelece a Definição e a Classificação de Produtos de Higiene Pessoal, cosméticos e Perfumes. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA).

CALLEGARI, F. C; CREN, E. C; ANDRADE, M. H. C. Perspectivas da utilização dos óleos da macaúba (*acrocomia aculeata* (jacq.) lodd. ex mart) no desenvolvimento de cosméticos. **XX COBEC**, 2014.

CARRETERO, M. I. Clay minerals and their beneficial effects upon human health. A review. **Applied Clay Science**, v. 21, p. 155-163, 2002.

CARRETERO, M. I.; POZO, M. Clay and non-clay minerals in the pharmaceutical and cosmetic industries Part II. Active ingredients. **Applied Clay Science**, v. 47, p. 171- 181, 2010.

CESSA, R. M. A.; CELI, L.; VITORINO, A. C. T.; NOVELINO, J. O.; BARBERIS, E. Área superficial específica, porosidade da fração argila e adsorção de fósforo em dois latossolos vermelhos. *Revista Brasileira de Ciências do Solo*, v. 33, p. 1153-1162, 2009.

COELHO, A. C. V.; SANTOS, P. S.; SANTOS, H. S. Argilas especiais: o que são, caracterização e propriedades. **Química Nova**, v. 30, n. 1, p. 146-152, 2007.

DANELUZ, J; FAVERO, J. S; SANTOS, V; WEISS-ANGELI, V; GOMES, L. B; MEXIAS, A. S; BERGMANN, C. P. The influence of different concentrations of a natural clay material as active principle in cosmetic formulations. *Materials Research*, v. 23, 2020.

FARIA, B. S; JALIL, S. M. A. O uso de argiloterapia e óleos essenciais no tratamento da caspa e seborreia. **Conexão Eletrônica**, v. 16, n. 1, p. 178-186, 2019.

FAVERO, J. S.; SANTOS, V.; WEISS-ANGELI, V.; GOMES, L. B.; VERAS, D. G.; DANI, N.; MEXIAS, A. S.; BERGMANN, C. P. Evaluation and characterization of Melo Bentonite clay for cosmetic applications. **Applied Clay Science**, v. 175, p. 40-46, 2019.

FONSECA-SANTOS, B; CORRÊA, M. A; CHORILLI, M. Sustainability, natural and organic cosmetics: consumer, products, efficacy, toxicological and regulatory considerations. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 51, n. 1, p. 17-26, 2015.

FONSECA, M. G; AIROLDI, C. J. Híbridos inorgânico-orgânicos derivados da reação de filossilatos com organossilanos. **Química Nova**, v. 26, n. 5, p. 699-707, 2003.

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.

FURTADO, B. A. Cosméticos Sustentáveis e a Intenção de Compra de Consumidores no Brasil. **Revista MiP Management in Perspective**, v. 1, n. 1, p. 59-78, 2020.

GAMOUDI, S; SRASRA, E. Characterization of Tunisian clay suitable for pharmaceutical and cosmetic applications. **Applied Clay Science**, v. 146, p. 162-166, 2017.

GOMES, C; RAUTUREAU, M; POUSTIS, J; GOMES, J. Benefits and Risks of Clays and Clay Minerals to Human Health from Ancestral to Current Times: a Synoptic Overview. **Clays and Clay Minerals**, p. 1-21, 2022.

GOMES, C. S. F; HERNANDEZ, R; SEQUEIRA, M. C; SILVA, J. B. P. Characterization of clays used for medicinal purposes in the Archipelago of Cape Verde. *Geochimica Brasiliensis*, v. 23, n. 3, 2009.

GONG, N; LIU, Y; HUANG, R. Simultaneous adsorption of Cu<sup>2+</sup> and Acid fuchsin (AF) from aqueous solutions by CMC/bentonite composite. **International journal of biological macromolecules**, v. 115, p. 580-589, 2018.

GUGGENHEIM, S; MARTIN, R.T. Definition of clay and clay mineral: joint report of the AIPEA nomenclature and CMS nomenclature committees. **Clays and clay minerals**, v. 43, n. 2, p. 255-256, 1995.

IBD. **Diretrizes para a certificação de produtos de saúde e beleza orgânicos e naturais e para ingredientes orgânicos e naturais**. 5. ed. Botucatu: IBD – Certificações, 2014. 33p. Acesso em: maio/2021.

IBORRA, C. V; CULTRONE, G; CERESO, P; AGUZZI, C; BASCHINI, M. T; VALLÉS, J; LÓPEZ-GALINDO, A. Characterisation of northern Patagonian bentonites for pharmaceutical uses. **Applied Clay Science**, v. 31, n. 3-4, p. 272-281, 2006.

KIPÇAK, İ; KALPAZAN, E. Preparation of CoB catalysts supported on raw and Na-exchanged bentonite clays and their application in hydrogen generation from the hydrolysis of NaBH<sub>4</sub>. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 45, n. 50, p. 26434-26444, 2020.

KONG, Y; WANG, L; GE, Y; SU, H; LI, Z. Lignin xanthate resin–bentonite clay composite as a highly effective and low-cost adsorbent for the removal of doxycycline hydrochloride antibiotic and mercury ions in water. **Journal of hazardous materials**, v. 368, p. 33-41, 2019.

LAYSANDRA, L; SARI, M. W. M. K; SOETAREDIO, F. E; FOE, K; PUTRO, J. N; KURNIAWAN, A; ISMADII, S. Adsorption and photocatalytic performance of bentonite-titanium dioxide composites for methylene blue and rhodamine B decoloration. **Heliyon**, v. 3, n. 12, p. e00488, 2017.

- LEITE, I. F.; RAPOSO, C. M. O.; SILVA, S. M. L. Caracterização estrutural de argilas bentoníticas nacional e importada: antes e após o processo de organofilização para utilização como nanocargas. **Cerâmica**, v. 54, p. 303-308, 2008.
- LI, J; ZHOU, M. L; LIN, J. Y; YE, W. Y; XU, Y. Q; SHEN, J. N; BRUGGEN, B. V. Monovalent cation selective membranes for electrodialysis by introducing polyquaternium-7 in a commercial cation exchange membrane. **Journal of Membrane Science**, v. 486, p. 89-96, 2015.
- LIMA, G. C. G; COMARELLA, L. C. Sugestão de desenvolvimento de formulações de xampu-sabonete auxiliares no tratamento da dermatite seborreica. **Revista Uniandrade**, v. 13, n. 2, p. 160-174, 2012.
- MACEDO, F. C. A; PIERRE, F. C. CERTIFICAÇÃO NA AGROINDÚSTRIA COSMÉTICA. **Tekhne e Logos**, v. 11, n. 3, p. 42-54, 2020.
- MADEJOVÁ, J. FTIR techniques in clay mineral studies. **Vibrational spectroscopy**, v. 31, n. 1, p. 1-10, 2003.
- MATTIOLI, M; GIARDINI, L; ROSELLI, C; DESIDERI, D. Mineralogical characterization of commercial clays used in cosmetics and possible risk for health. **Applied Clay Science**, v. 119, p. 449-454, 2016.
- MEIRA, J. M. L. Argilas: o que são, suas propriedades e classificações. **Comunicações técnicas**, v. 2, 2001.
- MODABBERI, S; NAMAYANDEH, A; LÓPEZ-GALINDO, A; VISERAS, C; SETTI, M; RANJBARAN, M. Characterization of Iranian bentonites to be used as pharmaceutical materials. **Applied Clay Science**, v. 116, p. 193-201, 2015.
- MOORE, D.M. & REYNOLDS Jr, R.C. X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. 2.ed. New York, **Oxford University Press**, p. 378, 1997.
- MOOSAVI, M. Bentonite clay as a natural remedy: a brief review. **Iranian journal of public health**, v. 46, n. 9, p. 1176, 2017.
- MURRAY, H. H. Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview. **Applied clay science**, v. 17, n. 5-6, p. 207-221, 2000.
- PEREZ, J. J; VILLANUEVA, M. E; SANCHEZ, L; OLLIER, R; ALVAREZ, V; COPELLO, G. J. Low cost and regenerable composites based on chitin/bentonite for the adsorption potential emerging pollutants. **Applied Clay Science**, v. 194, p. 105703, 2020.
- POPPE, L. J.; PASKEVICH, V. F.; HATHAWAY, J. C.; BLACKWOOD, D. S. **A laboratory manual for X-ray powder diffraction**. U. S. Geological Survey Open-File Report 01-041, 2001. Disponível em: <http://pubs.usgs.gov/of/2001/of01-041/index.htm>. Acesso em: ago, 2021.

POZZA, B. M; SILVA, K. A; RIBEIRO, B. D; COELHO, M. A. Z. Avaliação da Estabilidade de Emulsões Cosméticas Elaboradas com Saponinas de Juá (*Ziziphus joazeiro*) e Sisal (*Agave sisalana*). **Visão Acadêmica**, v. 17, n. 3, 2017.

RASAIE, A; SABZEHMEIDANI, M. M; GHAEDI, M; GHANE-JAHROMI, M; SEDARATIAN-JAHROMI, A. Removal of herbicide paraquat from aqueous solutions by bentonite modified with mesoporous silica. **Materials Chemistry and Physics**, v. 262, p. 124296, 2021.

RASCHE, W. D. Formulação e análise de gel-creme hidratante facial. **Lajeado (RS). Centro Universitário UNIVATES**, 2014.

ROSSETTO, E; BERARDIN, R; PENHA, F. G; PERGHER S. B. Caracterização de argilas bentonitas e diatomitas e sua aplicação como adsorventes. **Química Nova**, v. 32, p. 2064-2067, 2009.

SARKAR, M; DANA, K; GHATAK, S; BANERJEE, A. Polypropylene-clay composite prepared from Indian bentonite. **Bulletin of Materials Science**, v. 31, n. 1, p. 23-28, 2008.

SCHULZE, D. G. An Introduction to Soil Mineralogy. **Minerals in Soil Environments, JB Dixon, SB Weed (Eds.), SSSA, Medison, Wisconsin USA**, p. 1-34, 1989.

SILVA-VELENZUELA, M. G; CHAMBI-PERALTA, M. M; SAYEG, I. J; CARVALHO, F. M. S. WANG, S. H; VALENZUELA-DÍAZ, F. R. Enrichment of clay from Vitoria da Conquista (Brazil) for applications in cosmetics. *Applied Clay Science*, v. 155, p. 111-119, 2018.

SILVA, A. R. V.; FERREIRA, H. C. Argilas bentoníticas: conceitos, estruturas, propriedades, usos industriais, reservas, produção, e produtores/fornecedores nacionais e internacionais. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 3, n. 2, p. 26-35, 2008.

SHABANI, E; SALIMI, F; JAHANGIRI, A. Removal of arsenic and copper from water solution using magnetic iron/bentonite nanoparticles ( $Fe_3O_4$ /bentonite). **Silicon**, v. 11, n. 2, p. 961-971, 2019.

SOUZA, V. M.; ANTUNES JUNIOR, D. **Ativos Dermatológicos**: Guia de ativos dermatológicos utilizados na farmácia de manipulação para médicos e farmacêuticos. 5ª edição, vol. 5. São Paulo: Pharmabooks, 2008.

TONNESEN, D. A; BERTOLINO, L. C; LUZ, A. B; SILVA, F. T; TIMÓTEO, D. M. Caracterização mineralógica e beneficiamento das bentonitas da região de Cubati e Pedra Lavrada-PB. *Holos*, v. 1, p. 2-14, 2012.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO – UFES. Argilominerais, propriedades e aplicações, 2011. Disponível em: <https://ecivilufes.files.wordpress.com/2011/08/argilominerais-propriedades-e-aplicac3a7c3b5es.pdf>. Acesso em: junho/2020.

VISERAS, C; SÁNCHEZ-ESPEJO, R; PALUMBO, R; LICCARDI, N; GARCÍA-VILLÉN, F; BORREGO-SÁNCHEZ, A; LÓPEZ-GALINDO, A. Clays in cosmetics and personal-care products. **Clays and Clay Minerals**, v. 69, n. 5, p. 561-575, 2021.

ZHU, Y; CUI, Y; SHAN, Z; DAI, R; SHI, L; CHEN, H. (2021). Fabrication and characterization of a multi-functional and environmentally-friendly starch/organo-bentonite composite liquid dust suppressant. **Powder Technology**, 2021.

## APÊNDICE A



### ANEXO 1. TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Devido ao compartilhamento do estudo entre diferentes patrocinadores, o TCLE anexo se a todas as pesquisas sobre as quais o participante foi esclarecido e incluído.



Part n°: \_\_\_\_\_

### TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TCLE APC 0040 - VER\_01 – 26/05/2021

página 1 de 9

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ Grupo: \_\_\_\_\_

**TÍTULO DO PROJETO DE PESQUISA:** AVALIAÇÃO DO POTENCIAL DE IRRITABILIDADE PRIMÁRIA E ACUMULADA E SENSIBILIZAÇÃO CUTÂNEA DE PRODUTOS PARA APLICAÇÃO NA PELE EM CONDIÇÕES CONTROLADAS E MAXIMIZADAS (RIPT)

**NOME DO PESQUISADOR RESPONSÁVEL:** Mariane Martins Mosca

**CENTRO DE PESQUISA:** Allergisa Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Você está sendo convidado(a) a participar de uma pesquisa que será conduzida pela equipe da Allergisa em conjunto com uma indústria que está patrocinando essa pesquisa.

Antes de qualquer decisão, é importante que você leia com atenção as informações que estão sendo apresentadas e, caso você decida participar, será solicitado que você assine duas vias deste termo de consentimento livre e esclarecido e uma via será entregue a você.

A sua participação nesta pesquisa é totalmente voluntária e depende somente da sua vontade, sendo que você estará livre, para se retirar da mesma a qualquer momento.

Todas as dúvidas surgidas antes, durante e após a pesquisa serão esclarecidas.

Essa pesquisa será realizada com todas as medidas de segurança necessárias para evitar a contaminação pelo coronavírus, causador da doença COVID-19. No caso de concordar em participar da pesquisa, por favor siga todas as instruções colocadas abaixo para que sua segurança seja mantida.

#### Quais são os objetivos dessa pesquisa?

O objetivo do estudo é comprovar a ausência de potencial de irritabilidade e/ou sensibilização cutânea de produtos cosméticos (exemplos: sabonetes, shampoos, desodorantes, talcos, óleos para banho, hidratantes, loções, perfumes, colônias, protetores solares, repelentes de insetos, dentre outros), produtos para saúde (exemplos: curativos, esparadrapos, produtos de uso médico-hospitalar), medicações tópicas (exemplos: pomadas, géis para uso na pele), produtos saneantes (exemplos: detergentes, sabões, amaciantes, multiusos, dentre outros) e/ou matérias primas (ingredientes individuais que compõem um produto).

Você poderá participar de um ou mais painéis (grupos de participantes) contendo até 150 participantes cada, podendo esses painéis serem de participantes portadores ou não de pele sensível.

Irritabilidade e Sensibilização cutânea são reações de irritação e alergia que podem ocorrer em sua pele, após aplicação de produtos.

#### Eu posso participar da pesquisa?

Para participar da pesquisa você deverá primeiramente apresentar boa saúde e preencher outros requisitos chamados de critérios de inclusão e não inclusão, que serão avaliados e discutidos pelo(a) médico(a) especialista.

Você poderá ainda ser dispensado(a) pelo(a) médico(a) especialista após assinatura do termo de consentimento livre e esclarecido, caso apresente algum dos critérios de não inclusão da pesquisa e também caso a quantidade total de participantes da pesquisa já tenha sido atingida.

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TCLE APC 0040 - VER\_D1 – 26/05/2021

página 2 de 9

### Onde será realizada a pesquisa?

A pesquisa será realizada em uma das unidades da ALLERGISA pesquisa dermato-cosmética Ltda., unidade matriz localizada na Av. Dr. Romeu Tórtima, 452/466 – Barão Geraldo – Campinas – SP, com todas as precauções necessárias para sua segurança e da equipe.

### O que eu terei que fazer?

A sua participação na pesquisa será de 06 semanas. Durante este período serão realizadas cerca de 13 visitas.

No início da pesquisa você passará previamente por uma avaliação clínica dermatológica e será acompanhado(a) durante a realização da pesquisa.

Você também poderá telefonar ao centro de pesquisa, a qualquer momento, para esclarecer dúvidas ou informar qualquer desconforto que apresentar durante a pesquisa. Se o seu desconforto gerar a necessidade de um atendimento presencial, uma consulta será agendada conforme a urgência do seu caso, na qual serão tomados todos os cuidados recomendados pelos especialistas para garantir a sua segurança em primeiro lugar.

É importante, para os resultados da pesquisa, sua adesão ao programa de visitas. No caso de não poder comparecer à data marcada, por favor, contate o pesquisador ou equipe da pesquisa e verifique a possibilidade de retornar o quanto antes para a realização da visita.

Você se compromete a não participar de nenhuma outra pesquisa no decorrer deste estudo.

### Quais os procedimentos dessa pesquisa?

Serão realizados os seguintes procedimentos durante o estudo:

- Antes do início do estudo o técnico irá limpar a bancada e as cadeiras da sala usando álcool gel 70%;
- Antes de entrar e ao sair da sala de teste, o técnico irá colocar álcool em gel em suas mãos para que você faça sua higienização;
- Você será orientado(a) a sentar e se acomodar na cadeira da sala de teste respeitando uma distância mínima de 2 metros de outro participante;
- Você será orientado(a) a evitar conversar com outros participantes para minimizar o risco de contaminação dentro da sala de teste;
- Você receberá uma máscara para uso obrigatório na chegada ao instituto para fazer uso durante todo o tempo de permanência dentro da sala de teste;
- Você será orientado(a) a evitar tocar ou manusear seu rosto e máscara;
- Você será questionado(a) se sua máscara está úmida, se sim, você ganhará outra para uso;
- Caso você necessite ir ao banheiro, você deverá lavar suas mãos com água e sabão e em seguida higienizá-las novamente com álcool em gel fornecido;
- Você será informado(a) do objetivo do estudo, metodologia e duração, e dos benefícios possivelmente esperados e restrições ligadas ao estudo e se concordar assinará este Termo de Consentimento Livre e Esclarecido;
- Você passará por uma avaliação clínica dermatológica no início e no final da pesquisa e será acompanhado(a) durante toda a realização da mesma.

Rubrica participante: \_\_\_\_\_

Allergisa Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Rubrica Resp. por aplicar o TCLE: \_\_\_\_\_

IRRITABILIDADE - SENSIBILIZAÇÃO

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TCLE APC 0040 - VER\_01 - 26/05/2021

página 3 de 9

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ Grupo: \_\_\_\_\_

- Serão aplicados "testes de contato" (fita adesiva) contendo os produtos avaliados em seu dorso (costas) direito e/ou esquerdo, sempre no mesmo local, três vezes por semana, durante três semanas consecutivas.
- Após esse período de "indução" você ficará em descanso por, no mínimo, 10 dias e deverá retornar para aplicar novamente os "testes de contato" contendo os produtos avaliados, os quais serão removidos pelos técnicos treinados, após 48 horas, ou por você mesmo em domicílio, após 24 horas. Neste caso, você será informado(a). Você deverá comparecer ao instituto para aplicação dos produtos e realização das leituras após as aplicações.

### IMPORTANTE!!!

Nestes retornos serão tomados todos os cuidados recomendados pelos especialistas na área da saúde para garantir a sua segurança e da equipe da pesquisa. Serão fornecidas máscaras pelo instituto para uso durante a sua ida ao Instituto e uso durante toda pesquisa e disponibilização de álcool gel para a higienização das mãos. Será realizada limpeza e desinfestação dos ambientes com álcool 70%, distanciamento adequado entre pessoas, atendimentos marcados e individualizados e a medição da sua temperatura à distância sempre que necessário.

Pedimos que esteja no instituto APENAS no horário informado a você a fim de evitar aglomerações.

Resumo dos procedimentos:

PROCEDIMENTOS	VISITA	TEMPO DE PERMANÊNCIA
Assinatura do Termo de consentimento livre e esclarecido Avaliação Clínica Dermatológica Leituras antes da Aplicação pelo técnico treinado Aplicação dos "testes de contato" (fita adesiva)	1	15 a 30 minutos
Retirada dos "testes de contato" (fita adesiva) Aplicação dos "testes de contato" (fita adesiva) Leituras pelo técnico treinado	2-10	15 a 30 minutos
Retirada dos "testes de contato" (fita adesiva) Leituras pelo técnico treinado	11 e 13	15 a 30 minutos
Leituras pelo técnico treinado Avaliação Clínica Dermatológica	13	15 a 30 minutos
Diagnóstico para COVID-19 (se aplicável)	Qualquer visita mediante necessidade	15 a 30 minutos

### Quais informações serão obtidas ao meu respeito?

Serão obtidas suas informações pessoais, por exemplo: nome, idade, medicações usuais, etc.

Para essa pesquisa serão obtidas informações sobre possíveis reações adversas que o produto possa causar em sua pele.

Rubrica participante: \_\_\_\_\_

Alérgica Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Rubrica Resp. por aplicar o TCLE: \_\_\_\_\_

IRRITABILIDADE - SENSIBILIZAÇÃO

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TCLE APC 0040 - VER\_01 – 26/05/2021

página 4 de 9

Caso você apresente reação adversa com sinal clínico na pele (reação que seja possível ser observada com os olhos: irritação, vermelhidão, inchaço, etc.), fotos serão realizadas com o objetivo único de investigação da reação e registros destas informações. Sua identidade será mantida em sigilo em todo o processo dos registros fotográficos realizados.

As fotos que precisarem ser enviadas serão recebidas em um número de telefone exclusivo de uso médico do Instituto e todas as informações e os arquivos enviados serão confidenciais e será mantida a privacidade.

Caso você apresente algum sintoma de gripe (dor de cabeça, febre, falta de ar, etc.), não compareça ao instituto. Você deverá ligar para agendarmos uma teleconsulta com um médico e iremos informa-lo(a) a respeito dos procedimentos a serem seguidos.

### O que é teleconsulta?

A teleconsulta é uma consulta à distância realizada por um médico através de chamada telefônica ou vídeo chamada. Durante a teleconsulta será garantido a você a confidencialidade do atendimento médico, ou seja, será feita em um local restrito onde somente o médico e uma pessoa autorizada da área técnica estiveram presentes durante ligação.

### Como as informações serão protegidas para manter minha privacidade?

Todas as informações obtidas a seu respeito, a partir da sua participação nesta pesquisa, serão tratadas de forma confidencial, ficando sua identidade, sob todas as hipóteses, mantida em segredo. As informações coletadas a seu respeito serão utilizadas somente para fins dessa pesquisa.

Sua identidade será mantida em sigilo em todo o processo e somente o pesquisador responsável ou pessoas da equipe, delegadas por ele, poderão ter acesso a estes registros.

Se os resultados da pesquisa forem publicados, sua identidade também permanecerá confidencial.

Caso seja necessário a realização da teleconsulta: será realizada com ferramenta que possui segurança de informações, garantindo confidencialidade do atendimento médico.

De acordo com a Lei no 13.709, de agosto de 2018, que trata da Lei Geral de Proteção de Dados, a Allergisa Pesquisa Dermato-Cosmética LTDA juntamente com o patrocinador declaram que cumprem todas as obrigações aplicáveis ao Processamento de Dados Pessoais, incluindo todas e quaisquer obrigações de informação ao Titular dos Dados. A Allergisa Pesquisa Dermato Cosmética LTDA garante o monitoramento contínuo dos riscos e falhas de Segurança da Informação que possam comprometer os seus dados pessoais (nome, sobrenome, RG, CPF, endereço, etc) e dados pessoais sensíveis (informações pessoais referentes a saúde, etnia, origem racial, preferências partidárias entre outros) por meio de nossas plataformas de armazenamento digital de informações.

Caso ocorra alguma alteração em seus dados cadastrais (telefone, endereço, etc.) solicite à equipe da pesquisa que estes sejam atualizados.

### Quais são minhas responsabilidades nessa pesquisa?

Você deverá comparecer ao instituto nos dias e horários determinados para cada visita. Além disso, existem algumas restrições que você deverá seguir, tais como:

- Uso de máscara durante todo o procedimento do estudo e deslocamento até o instituto;

Rubrica participante: \_\_\_\_\_  
Allergisa Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Rubrica Resp. por aplicar o TCLE: \_\_\_\_\_  
IRRITABILIDADE - SENSIBILIZAÇÃO

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TCLE APC 0040 - VER\_01 – 26/05/2021

página 5 de 9

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ Grupo: \_\_\_\_\_

---

- Manter o distanciamento social;
- Limpeza frequente das mãos com sabão e/ou álcool gel;
- Comparecimento somente nos horários agendados para evitar aglomerações;
- Permitir medições de temperatura realizadas pela equipe técnica nas visitas ao instituto, caso necessário;
- Não aplicar qualquer outro produto na região de teste (dorso);
- Não alterar os hábitos cosméticos, incluindo higiene;
- Não realizar tratamentos estéticos ou dermatológicos corporais;
- Não alterar os hábitos de dieta;
- Não alterar tratamento hormonal;
- Se do sexo feminino, não alterar método contraceptivo medicamentoso;
- Não molhar os "testes de contato" (fita adesiva) no banho, através de banhos de piscina ou mar, sauna e suor excessivo;
- Não retirar os "testes de contato" (fita adesiva);
- Não usar roupas justas que possam remover os "testes de contato" (fita adesiva) através de fricção ou causar vermelhidão;
- Não se expor à luz solar intensa prolongada e não se submeter a câmaras de bronzamento artificial;

Você não poderá realizar qualquer tratamento dermatológico durante a pesquisa. Caso o tratamento seja necessário, comunique imediatamente o centro de pesquisa.

Pedimos que comunique o instituto sobre o uso de qualquer tipo de medicamento seja para uso externo/pele ou uso oral, comprimidos e líquidos (soluções e xaropes) ou injeções como cortisona, antialérgico ou qualquer outro e também vitaminas.

Todos os dias que você deverá comparecer para a pesquisa (retornos) estão descritos no cronograma que você receberá no início do estudo.

Se houver qualquer modificação nos seus hábitos, solicitamos que nos comunique para melhor interpretação dos resultados.

Pedimos que não utilize qualquer tipo de produto (ex.: desodorante ou antiperspirante, talco, óleo para banho, cremes, loções, perfumes, colônias e medicações tópicas) nas áreas próximas à área de aplicação dos produtos. Caso utilize algum destes ou faça uso de qualquer medicação, por favor avise.

### **Posso desistir da pesquisa a qualquer momento?**

Sim, você é totalmente livre para desistir da pesquisa a qualquer momento, não devendo se preocupar com quaisquer consequências negativas. Você poderá também retirar seus dados (informações cedidas) a qualquer instante, se assim desejar.

Em casos de novas informações disponíveis que possam mudar seu desejo em continuar participando da pesquisa, você será comunicado(a), em tempo adequado, pelo pesquisador e equipe da pesquisa e estará totalmente

Rubrica participante: \_\_\_\_\_  
Allergisa Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Rubrica Resp. por aplicar o TCLE: \_\_\_\_\_  
IRRITABILIDADE - SENSIBILIZAÇÃO

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TCLE APC 0040 - VER\_01 – 26/05/2021

página 6 de 9

livre para deixar de participar da pesquisa. Apenas nos comunique sobre sua vontade de desistir.

### Quais benefícios eu terei em participar da pesquisa?

As pesquisas clínicas visam comprovar a segurança e eficácia dos produtos. Participando dessa pesquisa você estará contribuindo para que esses produtos sejam utilizados pela população com risco comprovado bem menor de reações de pele. Você também passará por avaliações médicas gratuitas.

### Há algum risco em participar da pesquisa?

De uma forma geral, produtos utilizados na pele apresentam uma boa relação riscos/benefícios, entretanto, podem causar alergia e irritação, especialmente com o uso prolongado. No caso da ocorrência de qualquer tipo de reação, você passará por avaliações e receberá todo acompanhamento clínico dermatológico necessário.

Todas as matérias-primas utilizadas no produto são aprovadas para uso tópico e não são tóxicas.

Entretanto, como qualquer produto, poderá causar reações inesperadas como "vermelhidão", "inchaço", "coceira" e "ardor" nos locais de aplicação dos produtos. Os riscos apresentados já são conhecidos e, se ocorrerem, serão minimizados o máximo possível. Você será acompanhado(a) clinicamente pelo centro de pesquisa até que suas condições de saúde sejam restabelecidas, independente do tempo que isso demore. Qualquer problema de saúde que você possa ter durante esta pesquisa deve ser informado a pesquisador ou equipe da pesquisa imediatamente. Toda assistência imediata ou tardia será prestada.

O risco de contaminação pelo Coronavírus existe independente da sua participação na pesquisa. Corre o risco de contrair o coronavírus pessoas que usam o transporte coletivo, devido a aglomerações de pessoas sem os cuidados necessários.

Como mais uma medida de segurança e redução de risco, o instituto irá recrutar participantes que não precisem deste meio de transporte, e que resida perto da unidade, porém, se for necessário utilizar esse meio de transporte para o comparecimento nas visitas, é importante que siga as medidas de segurança de higienização das mãos com o álcool gel fornecido e uso das máscaras, evitando levar a mão ao rosto. A transmissão do coronavírus acontece de uma pessoa doente para outra ou por contato próximo por meio de: toque, espirros, tosse, catarro, os objetos ou superfícies contaminadas como celulares, mesas, etc. caso você se sinta doente, com sintomas de gripe como febre, tosse, falta de ar, perda de olfato, paladar, dentre outras indisposições, deve evitar contato físico com outras pessoas, principalmente idosos e doentes crônicos e deverá ficar em casa por 14 dias.

Durante a condução do estudo, poderá ser realizado teste para diagnóstico da COVID-19 (doença causada pelo novo coronavírus), como mais uma medida de segurança tomada pelo Instituto nesse período. Este teste será feito com um dispositivo manual, através de um furinho no seu dedo para coletar uma pequena amostra de sangue. A vantagem desse teste é a obtenção de resultado rápido e praticamente indolor. Em caso de suspeita ou confirmação de COVID-19, deverá seguir as recomendações que o Instituto irá fornecer baseado nos órgãos de saúde. Toda assistência imediata e integral será prestada e, caso aconteça de contrair Covid-19, serão fornecidas todas as orientações a serem realizadas de isolamento ou busca por atendimento hospitalar segundo recomendações dos órgãos de saúde. Você será acompanhado(a) até que sua saúde seja restabelecida.

Rubrica participante: \_\_\_\_\_  
Alergisa Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Rubrica Resp. por aplicar o TCLE: \_\_\_\_\_  
IRRITABILIDADE - SENSIBILIZAÇÃO

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TCLE APC 0040 - VER\_01 – 26/05/2021

página 7 de 9

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ Grupo: \_\_\_\_\_

---

### **E se eu estiver grávida ou amamentando?**

Mulheres grávidas ou que estejam amamentando e ainda, mulheres que planejam engravidar não devem participar deste estudo.

Se, apesar de todas as orientações fornecidas pelo médico e equipe do estudo, você ficar grávida e descobrir durante a pesquisa, sua participação será encerrada para sua segurança e do bebê. Avise imediatamente o pesquisador da pesquisa ou equipe. Ele irá garantir que você receba aconselhamento sobre o que fazer na gravidez e você será acompanhada durante esse período e até o nascimento do bebê.

### **Serei de alguma forma ressarcido(a) pelas despesas decorrentes da participação nesta pesquisa?**

Conforme previsto pelas leis brasileiras, você não receberá qualquer tipo de compensação financeira/pagamento pela sua participação na pesquisa, entretanto, receberá um ressarcimento ao fim da pesquisa pelas despesas decorrentes de sua participação.

No caso de ser retirado(a) da pesquisa antes de sua finalização pelo pesquisador responsável, por exemplo, por motivo de segurança ou não cumprimento das exigências da pesquisa, você receberá o ressarcimento pelas despesas relativas aos dias que participou.

### **Como eu poderei ter conhecimento dos resultados desta pesquisa?**

Os resultados desta pesquisa serão avaliados pelo pesquisador responsável após o seu encerramento. Os resultados também poderão ser publicados, porém, seu nome não será mencionado.

Você poderá ainda questionar o pesquisador sobre os resultados após a conclusão da pesquisa.

Caso você venha a fazer o teste para diagnóstico da COVID-19, você será informado(a) sobre resultado imediatamente em particular.

### **Poderei ser retirado(a) da pesquisa?**

Sim, a sua participação na pesquisa pode terminar mais cedo do que o previsto.

É dever do pesquisador responsável, a qualquer momento, fazer a sua retirada da pesquisa caso você apresente alguma reação aos produtos ou caso a sua saúde esteja sendo afetada por algum motivo e você não esteja em condições de continuar como participante desta pesquisa. Você também poderá ser retirado(a) caso não cumpra com suas responsabilidades, segundo o protocolo da pesquisa.

### **E se minha participação na pesquisa prejudicar qualquer outro medicamento que eu esteja tomando?**

É muito importante que você comunique ao pesquisador responsável sobre o uso de medicações habituais, ou o uso de qualquer outro medicamento diferente, ao assinar este documento e durante sua participação.

Caso ocorra a necessidade de uso de um medicamento específico não falado anteriormente você deverá comunicar o pesquisador responsável imediatamente, pois ele saberá lhe orientar quanto a melhor conduta para o seu caso.

Rubrica participante: \_\_\_\_\_

Allergisa Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Rubrica Resp. por aplicar o TCLE: \_\_\_\_\_

IRRITABILIDADE - SENSIBILIZAÇÃO

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

TCLE APC 0040 - VER\_01 – 26/05/2021

página 8 de 9

**Com quem poderá entrar em contato se não me sentir bem durante a pesquisa ou apresentar alguma reação aos produtos?**

Caso você não se sinta bem ou no caso de qualquer sinal de irritação na pele, nos comunique imediatamente, pelo telefone 19-3517-6800 (horário comercial) ou 19-99778-0204 (das 17:00 às 22:00). Em caso de dúvida ou problema você poderá entrar em contato com a pesquisadora responsável (**Mariane Martins Mosca**) ou equipe médica através dos mesmos telefones.

Garantimos que para qualquer complicação ou danos decorrentes da pesquisa será dada assistência integral aos participantes da pesquisa juntamente com os patrocinadores dessa pesquisa.

Eventuais indenizações por danos decorrentes da pesquisa estão asseguradas.

Pedimos que se a qualquer momento você sentir qualquer sintoma tais como tosse, febre, coriza, dor de garganta ou dificuldade de respirar, ou deseje cancelar a sua participação no estudo entre em contato com o instituto através dos telefones 19-3517-6800 (horário comercial) ou 19-99778-0204 (das 17:00 às 22:00). Participantes que apresentem esses sintomas não poderão participar da pesquisa e se você chegar ao instituto com sintomas será impedido de participar da pesquisa e orientado(a) a retornar para casa.

Se você tiver qualquer reclamação ou alguma dúvida e/ou perguntas sobre seus direitos como participante desta pesquisa, você pode entrar em contato com o Comitê de Ética em Pesquisa INVESTIGA – Instituto de Pesquisas, localizado à Avenida Romeu Tórtima, 739 – Cidade Universitária – Campinas-SP – CEP: 13084-791 através dos telefones (19) 3517-6830 e (19) 99822-9083. O horário de atendimento é de segunda-feira à sexta-feira das 9h às 17h. O Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) é um órgão que tem por objetivo fazer a avaliação e acompanhamento dos aspectos éticos de todas as pesquisas envolvendo seres humanos, visando assegurar a dignidade, os direitos, a segurança e o bem-estar do participante da pesquisa.

Rubrica participante: \_\_\_\_\_  
Allergisa Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Rubrica Resp. por aplicar o TCLE: \_\_\_\_\_  
IRRITABILIDADE - SENSIBILIZAÇÃO

**TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO**

TCLE APC 0040 - VER\_01 – 26/05/2021

página 9 de 9

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ Grupo: \_\_\_\_\_

**Informação importante!**

Se você tiver qualquer dúvida sobre a pesquisa que ainda não tenha sido respondida, você deve perguntar ao pesquisador ou equipe da pesquisa.

Por favor, guarde este documento para sua informação.

**Página de Assinaturas – AVALIAÇÃO DO POTENCIAL DE IRRITABILIDADE PRIMÁRIA E ACUMULADA E SENSIBILIZAÇÃO CUTÂNEA DE PRODUTOS PARA APLICAÇÃO NA PELE EM CONDIÇÕES CONTROLADAS E MAXIMIZADAS (RIPT)**

Eu li e entendi as informações fornecidas neste Termo de Consentimento Livre e Esclarecido. Recebi respostas para todas as minhas perguntas e decidi livremente participar desta pesquisa. Ofereço o meu consentimento, livremente, para participar desta pesquisa, conforme foi explicado neste documento.

Estou ciente que as fotos e/ou vídeos obtidos para consulta e investigação fazem parte do procedimento desta pesquisa e concordo com a obtenção destas imagens.

Ao assinar este documento eu não renunciei a quaisquer dos direitos legais aos quais teria direito participando de uma pesquisa, inclusive de indenização.

01		
	Assinatura do Participante da pesquisa (igual ao R.G. ou C.N.H.)	Data
02		
	Assinatura do Responsável por aplicar o TCLE	Data

Rubrica participante: \_\_\_\_\_  
 Alergisa Pesquisa Dermato-Cosmética Ltda.

Rubrica Resp. por aplicar o TCLE: \_\_\_\_\_  
 IRRITABILIDADE - SENSIBILIZAÇÃO