DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE SISTEMA EMULSIONADO TÓPICO E GEL-CREME CONTENDO ÓLEO ESSENCIAL DE *SYZYGIUM CUMINI L.*

DEVELOPMENT AND CHARACTERIZATION OF A TOPICAL EMULSIFIED AND GEL-CREAM SYSTEM CONTAINING *SYZYGIUM CUMINI L.* ESSENTIAL OIL.

José Willams Bandeira Alves Junior[1]

Marcelo Vitor de Paiva Amorim[2]

RESUMO:

O *Syzygium cumini (L*), conhecido popularmente como jamelão, é uma planta nativa da Índia e amplamente distribuída em regiões tropicais. Suas propriedades medicinais têm sido exploradas em várias culturas, sendo utilizado tradicionalmente para o tratamento de diabetes, problemas digestivos e inflamações. O óleo essencial extraído de suas folhas, frutos e sementes é rico em compostos bioativos, como terpenos, flavonoides e ácidos fenólicos, que possuem potenciais atividades antioxidantes, antimicrobianas e antiinflamatórias. Desenvolver um sistema emulsionado tópico e um gel-creme contendo óleo essencial de *Syzygium cumini* (L.) extraído de árvores do Maciço do Baturité-CE e avaliar as características de estabilidade físico-química. O óleo essencial foi extraído das folhas de *Syzygium cumini (L)* por meio do processo de hidrodestilação. As folhas frescas foram submetidas à hidrodestilação por aproximadamente 2 horas, resultando na obtenção do óleo essencial. O óleo essencial foi incorporado em gel-creme e emulsão, submetidos a testes de estabilidade, em diferentes temperaturas, tais como: pH, índice de cremagem, espalhabilidade, teste de centrifugação e análise microscópica. A temperatura ambiente influenciou o pH e índice de cremagem das emulsões, enquanto o óleo essencial afetou a espalhabilidade do gel-creme. A análise microscópica mostrou diferenças nas características das emulsões, com maior coalescência na emulsão armazenada em temperatura ambiente. O gel-creme apresentou instabilidade no teste de centrifugação após 30 dias da data de preparo, indicando a ocorrência de separação de fases. Destacase a importância de uma preparação cuidadosa das formulações. Sugere-se explorar uma concentração maior de óleo essencial e realizar estudos de viscosidade, densidade e composição do óleo. Isso pode melhorar a qualidade e eficácia dos produtos para as indústrias cosmética e farmacêutica.

Palavras-chave: Óleo essencial; *Syzygium cumini*; Gel-creme; Emulsão; Estabilidade.

[1] Discente do curso Bacharelado em Farmácia pela Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira – UNILAB.

[2] Orientador. Doutorado em Desenvolvimento e Inovação Tecnológica em Medicamentos pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN
Professor Adjunto da Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira - UNILAB

ABSTRACT:

Syzygium cumini (L), popularly known as jamelão, is a plant native to India and widely distributed in tropical regions. Its medicinal properties have been explored in several cultures, being traditionally used to treat diabetes, digestive problems and inflammation. The essential oil extracted from its leaves, fruits and seeds is rich in bioactive compounds, such as terpenes, flavonoids and phenolic acids, which have potential antioxidant, antimicrobial and anti-inflammatory activities. To develop a topical emulsified system and a gel-cream containing Syzygium cumini (L.) essential oil extracted from trees from the Baturité Massif-CE and evaluate the physicochemical stability characteristics. The essential oil was extracted from the leaves of Syzygium cumini (L) through the hydrodistillation process. The fresh leaves were subjected to hydrodistillation for approximately 2 hours, resulting in the essential oil being obtained. The essential oil was incorporated into gel-cream and emulsion, subjected to stability tests at different temperatures, such as: pH, cremation index, spreadability, centrifugation test and microscopic analysis. Ambient temperature influenced the pH and cremation index of the emulsions, while the essential oil affected the spreadability of the gel-cream. Microscopic analysis showed differences in the characteristics of the emulsions, with greater coalescence in the emulsion stored at room temperature. The gel-cream showed instability in the centrifugation test after 30 days from the date of preparation, indicating the occurrence of phase separation. The importance of careful preparation of formulations is highlighted. It is suggested to explore a higher concentration of essential oil and carry out studies on the viscosity, density and composition of the oil. This can improve the quality and effectiveness of products for the cosmetic and pharmaceutical industries.

Keywords: Essential oil; *Syzygium cumini*; Gel-cream; Emulsion; Stability

1. INTRODUÇÃO

Syzygium cumini (L.), conhecida popularmente como jamelão ou jambolão ou azeitonaroxa, pertence à família *Myrtaceae*, compreendendo em 129 gêneros e mais de 4620 espécies (STAZI; LIMA, 2002; SANTOS et al, 2022). Nativas dos trópicos, as espécies são amplamente distribuídas no Brasil, em especial na região nordeste. No estado do Ceará, ela pode ser encontrada em todas as microrregiões, com ênfase nas zonas do Norte Cearense, região Metropolitana - em especial a região do parque ecológico do rio Cocó, Sertões Cearenses e Sul Cearense (FERNANDES et al, 2022).

A *S. cumini* é uma árvore frondosa, de porte médio, podendo alcançar 10 metros de altura. Sua copa é cheia, ampla e bastante ramificada, com folhas simples, lisas, escuras e com textura coriácea (SIQUEIRA-NUNES & MARTINS, 2010, SANTOS, 2016). Ela possui diversos aproveitamentos, seus frutos podem ser consumidos, a madeira da árvore pode ser utilizada comercialmente e o óleo essencial proveniente das sementes e das folhas pode ser obtido e utilizado por apresentar efeitos tais como: antioxidantes, hipoglicemiantes, antialérgicos, anti-inflamatórios, antivirais e antibacterianos (CARVALHO, 2013; UCKER, 2016), antiparasitário e antifúngico (BEZERRA et al, 2022; FERNANDES et al, 2022).

Os óleos essenciais são compostos complexos e voláteis, com forte odor característico, o que pode limitar a sua utilização (BAKKALI et al, 2008; UCKER, 2016). São metabólitos secundários produzidos e armazenados em estruturas secretoras especiais, os quais exercem papel na defesa contra microrganismos e predadores, e também na atração de insetos e outros agentes para dispersão do pólen e sementes, ou repelir outros indesejáveis (SIANI, 2000; BAKKALI et al, 2008; SELL, 2010; SANTOS, 2016). Devido às características de forte odor e de ser volátil em temperatura ambiente, os óleos essenciais são mais empregados em produtos alimentícios (conservantes) e cosméticos (perfumes e aromatizantes para ambientes), bem como sua utilização na medicina holística.

Como forma de aproveitar os constituintes produzidos pelas plantas e torna-los acessíveis à população, o uso de formas farmacêuticas, tais como cremes e emulsões, têm sido amplamente utilizadas. Estas são sistemas termodinamicamente estáveis e translúcidos de dois líquidos imiscíveis, usualmente água e óleo, estabilizados por um filme interfacial de tensoativos (DAMASCENO et al, 2011) e frequentemente combinado com um cotensoativo (OLIVEIRA et al, 2004; SANTOS et al, 2022).

Os sistemas microemulsionados apresentam como vantagens estabilidade termodinâmica, viscosidade adequada, transparência e alta capacidade de solubilizar fármacos pouco solúveis em água na fase dispersa oleosa (DAMASCENO et al, 2011; SANTOS et al, 2022). Também são considerados, farmacologicamente, mais eficientes, uma vez que altera a biodisponibilidade da substância, e com efeitos colaterais bastante reduzidos, pela diminuição da toxicidade (OLIVEIRA et al, 2004; SANTOS et al, 2022).

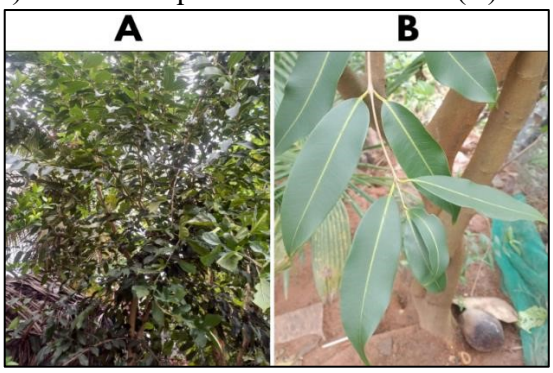
O presente estudo introduz uma contribuição inovadora por meio do desenvolvimento de um sistema emulsionado e um gel-creme, ambos para aplicação tópica, incorporados com óleo essencial (OE) extraído das folhas de *Syzygium cumini (L.)* provenientes de árvores da região do Maciço do Baturité, localizado no Estado do Ceará. Esta abordagem teve como objetivo desenvolver essas formulações tópicas e avaliar as características de estabilidade físico-química.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Material vegetal e coleta

As folhas da espécie Syzygium cumini (L.) foram coletadas em uma área próxima à rua Travessa Prefeito Hildo Furtado, na cidade de Baturité, com as coordenadas geográficas exatas do local com latitude -4,3326927 e longitude -38,8801150. São simples, opostas, coriáceas, pecioladas, lanceoladas ou oblongo-ovadas até elípticas, medindo de 6-12 cm de comprimento e 3-8 cm de largura, com margens coriáceas, onduladas, ápices cuspidados e bases cuneadas. As folhas são aromáticas, lustrosas e dispostas em filotaxia oposta, com ápices finos (AZEVEDO, 2023).

Figura 1. (A) Árvore ao qual foi feito a coleta. (B) Parte da planta.



Fonte: Autores, 2024.

2.2. Reagentes

Os reagentes empregados na preparação do gel-creme e emulsão incluíram o OE de *Syzygium cumini (L.)* obtido através da extração por hidrodestilação. O óleo de macadâmia (Êxodo científica), Tween 20® (EMPROVE), Tween 80® (EMFAL), Carbopol® (Êxodo científica), propilparabeno (Via Farma), propilenoglicol (Dinâmica química contemporânea), trietanolamina (EMPROVE), vaselina líquida (Via farma) e BHT (Via Farma) e água recém destilada.

2.3. Extração do óleo essencial

A extração do OE de *Syzygium cumini (L.)* foi conduzida no Laboratório de Química Orgânica do Instituto de Ciências Exatas e da Natureza da Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira (UNILAB). As folhas foram coletadas às 5:20 da manhã do dia 15 de fevereiro de 2024. Para o processo de hidrodestilação, as folhas foram submetidas a um tratamento inicial, sendo imersas em uma solução de hipoclorito de sódio a 100 ppm por um período de 10 minutos. Posteriormente, foram lavadas e secas utilizando papel toalha, sendo então pesadas em uma balança analítica. O OE foi extraído pelo método de hidrodestilação, empregando-se o aparelho de Clevenger e uma unidade de refrigeração (Ethik Technology BWC 801), conforme descrito por Everton et al. (2020). Para a extração do OE, foram utilizados 200,98g das folhas previamente rasgadas, as quais foram imersas em 2 litros de água destilada. O material foi então aquecido até atingir o ponto de ebulição, sendo o processo de extração mantido por um período de 2 horas.

2.4. Preparação das formas farmacêuticas tópicas

2.4.1. Gel-creme

A preparação do gel-creme seguiu o quantitativo descrito na Tabela 1.

Tabela 1. Proporções dos constituintes nas formulações gel creme.

Matéria-prima	Gel creme com OE	Gel creme sem OE
Fase aquosa	**% p/p**	
Carbopol	0,4	0,4
Propilenoglicol	2,0	2,0
Trietanolamina	*qsp	*qsp
OE de *S. cumini* aquoso	2,0	-
Água destilada	qsp	qsp

Fase oleosa		
Óleo de macadâmia	6,0	6,0
Propilparabeno	0,15	0,15
Vaselina	2,0	2,0
BHT	0,25	0,25

Fonte: Autores, 2024.

* Quantidade de trietanolamina necessária para que o gel creme fosse formado.

Cada matéria-prima, de ambas as fases, foi pesada separadamente. A fase aquosa (gel de carbopol) foi preparada com a solubilização do carbopol sob agitação rápida em água destilada, com posterior adição do propilenoglicol e o OE de *Syzygium cumini (L.)* aquoso, sob aquecimento a 85 °C. A preparação da fase aquosa sem o óleo de *Syzygium cumini (L.)* aquoso, seguiu a mesma metodologia, excetuando-se na ausência de OE e aumento da quantidade de água destilada. Na etapa oleosa do processo de preparação da formulação, foram misturados, sob agitação média e aquecimento a 80 °C, o óleo de macadâmia, propilparabeno, vaselina e BHT, conforme descrito por Magalhães et al. (2018), com adequações.

Uma vez solubilizadas, a fase aquosa foi vertida sob a fase oleosa, sob agitação constante (1200 rpm) até o momento em que se atingiu à temperatura ambiente, utilizando um agitador de hélice (FISATOM 0715WS) e um agitador magnético com aquecimento (TECNAL TE-0851). Em seguida, uma gota de trietanolamina foi adicionada à mistura sob agitação, resultando rapidamente em aumento na viscosidade. Mais duas gotas foram adicionadas para a formação do gel-creme. Após a completa homogeneização, cada gel-creme foi distribuído em dois tubos Falcon. Dois destes tubos continham a formulação com OE de *Syzygium cumini* (L.), enquanto os outros dois continham a formulação sem OE. Estes foram utilizados para avaliar a estabilidade em diferentes temperaturas.

2.4.2. Emulsão

A preparação da emulsão foi realizada através do método de inversão de fases sob aquecimento à 70 °C, conforme descrito por Morales et al. (2003), de acordo com o quantitativo descrito na Tabela 2.

Tabela 2. Proporção dos constituintes na emulsão com OE de *S. cumini.*

Matéria-prima	**Emulsão com OE**

Fase aquosa	**% p/p**
OE de *S. cumini* aquoso	2,0
Tween 20	1,0
Água destilada	qsp
Fase oleosa	
Óleo de macadâmia	5,0
Tween 80	1,0

Fonte: Autores, 2024.

Cada matéria-prima, de ambas as fases, foi pesada separadamente. A fase aquosa foi preparada com a solubilização dos respectivos constituintes em água destilada, com posterior adição do OE de *Syzygium cumini (L.)* aquoso, sob aquecimento a 70 °C. Na etapa oleosa do processo de preparação da formulação, foram misturados seus constituintes, sob agitação média e aquecimento a 70 °C. Uma vez que as fases foram solubilizadas, a aquosa foi incorporada à oleosa sob forte agitação, utilizando um agitador de hélice (FISATOM 0715WS) à 1600 rpm por 10 minutos. Em seguida, as amostras foram distribuídas em dois tubos Falcon separados para avaliação da estabilidade em diferentes temperaturas. Além disso, foram preparados seis tubos de ensaio para avaliar o índice de cremação das amostras em triplicata em ambas temperaturas.

2.5. Estudo da Estabilidade

As amostras selecionadas foram submetidas a duas condições de armazenamento distintas: uma refrigerada a uma temperatura controlada de 2 a 8 °C e outra mantida em condições ambientais de 25 a 30 °C. As análises foram realizadas nas primeiras 24 horas e nos 7º, 15º e 30º dias. Os parâmetros de características organolépticas e macroscópicas, pH, espalhabilidade e índice de cremagem e avaliação microscópica foram utilizados para monitorar possíveis alterações ao longo do tempo, bem como a avaliação de estresse forçado pelo método da centrifugação.

2.5.1. Teste organoléptico e macroscópico

Os testes organolépticos foram conduzidos mediante a observação visual do aspecto e da coloração das amostras, além da avaliação do odor por meio de análise olfativa, para verificação de eventuais instabilidades, como cremagem, coalescência e separação de fases, bem como modificação da cor e odor. Os dados obtidos em cada análise foram fundamentados

na comparação da amostra armazenada em meio refrigerado com aquela mantida em temperatura ambiente.

2.5.2. Determinação do pH

A medição do pH foi realizada utilizando um pHmetro (MS TECNOPON mPA210), devidamente calibrado com soluções tampão de pH 4,0 e 7,0, conforme recomendado pelo Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA (BRASIL, 2004). As medições foram realizadas a uma temperatura ambiente de aproximadamente 25-30 °C.

2.5.3. Espalhabilidade

A determinação da espalhabilidade da amostra foi realizada pesando 3g de cada gelcreme e colocando-o entre duas placas de vidros, dispostas sobre um fundo preto. Em seguida, foram adicionados pesos de 50g, 150g, 250g e 350g sobre a placa superior e os diâmetros da espalhabilidade foram medidos com o auxílio de um paquímetro. Os valores obtidos foram utilizados para o cálculo da espalhabilidade. (SILVA et al, 2019).

2.5.4. Índice de cremagem

O índice de cremagem (IC) foi determinado empregando um paquímetro para mensurar a altura inicial e final da formação do creme, o que permitiu avaliar a estabilidade apenas dos sistemas emulsionados, conforme descrito por Veríssimo (2007). A presença de cremagem superficial, fenômeno que antecede a coalescência, pode resultar na separação de fases e perda completa da estabilidade do sistema.

2.5.5. Microscopia

Foi realizada microscopia (Nikon eclipse E100) com objetiva de 40x apenas nos sistemas emulsionados, para ambas amostras armazenadas em temperaturas distintas, com o intuito de observar possíveis processos de instabilidade da amostra.

2.5.6. Centrifugação

A centrifugação produz estresse na amostra, simulando um aumento na força de gravidade, aumentando a mobilidade das partículas e antecipando possíveis instabilidades. Estas poderão ser observadas na forma de precipitação, separação de fases, formação de sedimento compacto e coalescência, entre outras (SILVA et al, 2019). No 30º dia de análise, foi realizado o teste de centrifugação nas formas farmacêuticas de gel-creme utilizando a centrífuga (Heraeus Megafuge 16). Aproximadamente 5 mL dos produtos foram alocados em seis tubos

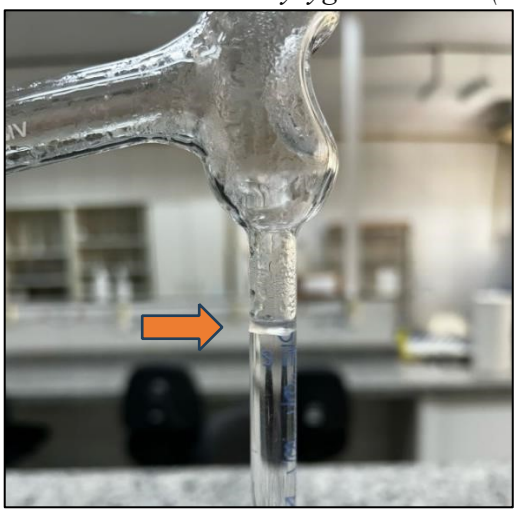
de ensaio de vidro de 15 mL, distribuídos da seguinte forma: quatro continham gelcreme, sendo dois com óleo essencial e dois sem óleo essencial, previamente armazenados na geladeira e no ambiente. Todos os tubos foram centrifugados a 3000 rpm por 30 minutos, conforme estipulado pela ANVISA (BRASIL, 2004).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Extração do óleo essencial

A partir de 200,98 g de material de partida, obteve-se uma quantidade de óleo essencial de *Syzygium cumini (L.)* de 0,12 mL, valores aproximados aos encontrados pelo estudo realizado por Almeida (2019). Este rendimento corresponde a aproximadamente 0,0006 mL/g, indicando um rendimento baixo na extração do óleo essencial, observado na Figura 3. Devido ao baixo rendimento obtido na extração, foi utilizado uma massa aproximada de 2 g para cada formulação, resultando em uma concentração de aproximadamente 0,024% de óleo essencial. Devido ao baixo rendimento, não foi possível observar as características de cor do óleo essencial das folhas de S. cumini extraído por hidrodestilação. Em contrapartida, conforme o estudo descrito por Almeida e Santos (2019), o óleo essencial apresentou uma coloração róseo clara e odor cítrico, obtido a partir de 1 kg de folhas, rendendo 0,6 mL de óleo.

Figura 3. Extração do óleo essencial de *Syzygium cumini (L.)*.



Fonte: Autor, 2024

3.2. Estudo de Estabilidade do Gel-creme e emulsão

3.2.1. Características organolépticas e macroscópicas

As propriedades organolépticas desempenham um papel crucial na aceitação dos produtos pelo consumidor, garantindo que qualquer alteração perceptível não comprometa a eficácia nem a segurança do produto (BONTORIM, 2009). Durante um período experimental abrangendo as primeiras 24 horas, seguido dos dias 7, 15 e 30, foram meticulosamente avaliadas as características organolépticas e macroscópicas de duas formulações preparadas, sob diferentes condições de armazenamento, conforme detalhado na Tabela 3 e representado na Figura 4.

É essencial que o produto mantenha sua integridade ao longo do tempo, preservando suas propriedades originais, exceto quando exposto a condições extremas como temperaturas elevadas, congelamento ou ciclos de variações térmicas. A estabilidade da coloração e do odor é especialmente crítica, devendo permanecer inalterados por um período mínimo de 15 dias mesmo sob exposição solar direta.

No experimento, observou-se que apenas a emulsão sujeita à exposição solar apresentou um odor alterado, detectado exclusivamente no trigésimo dia. Esta alteração foi classificada como odor modificado, conforme os critérios estabelecidos pela ANVISA (BRASIL, 2004). Esse resultado ressalta a sensibilidade do produto às condições ambientais adversas e reforça a importância de estratégias robustas de armazenamento e transporte para garantir a qualidade contínua do produto ao longo de sua vida útil. Manter a integridade do produto é crucial para assegurar sua eficácia e aceitabilidade pelo consumidor. A exposição a fatores como luz solar direta pode acelerar processos de degradação química, resultando em alterações organolépticas que comprometem a experiência do usuário. Portanto, o desenvolvimento de embalagens adequadas que protejam contra luz e variações térmicas, assim como a definição de condições ideais de armazenamento, são estratégias fundamentais para preservar a estabilidade do produto.

Tabela 3. Características organolépticas e macroscópicas dos gel-creme e emulsão em temperaturas diferentes de armazenamento.

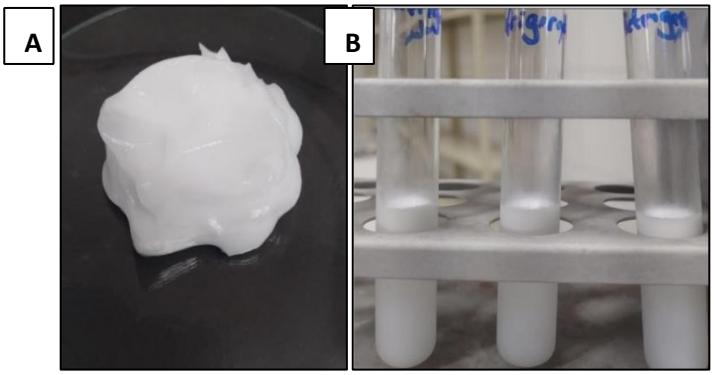
Amostras	Temp.	D0	D7	D15	D30
Gel-creme com OE	Ambiente	GC+B+OE	GC+B+OE	GC+B+OE	GC+B+OE
	Refrigerado	GC+B+OE	GC+B+OE	GC+B+OE	GC+B+OE

Gel-creme sem OE	Ambiente Refrigerado	GC+B+O GC+B+O	GC+B+O GC+B+O	GC+B+O GC+B+O	GC+B+O GC+B+O
Emulsão com OE	Ambiente Refrigerado	L+OE L+OE	L+CR+OE L+CR+OE	L(T)+CR+OE L+CR+OE	L(T)+CR+OC L+CR+OE

Legenda: D, dias indicados; GC, gel creme; B, branco com aspecto brilhoso; L, aspecto leitoso; CR, formação de creme; L (T), aspecto leitoso e transparente; O, odor característico do óleo de macadâmia; OE, odor característico de óleo de macadâmia com leve sensação do OE de *S. cumini*; OC, odor característico e indicativo de contaminação microbiana.

Fonte: Autor, 2024.

Figura 4. Formulações desenvolvidas: (A) Gel-creme. (B) Emulsão.

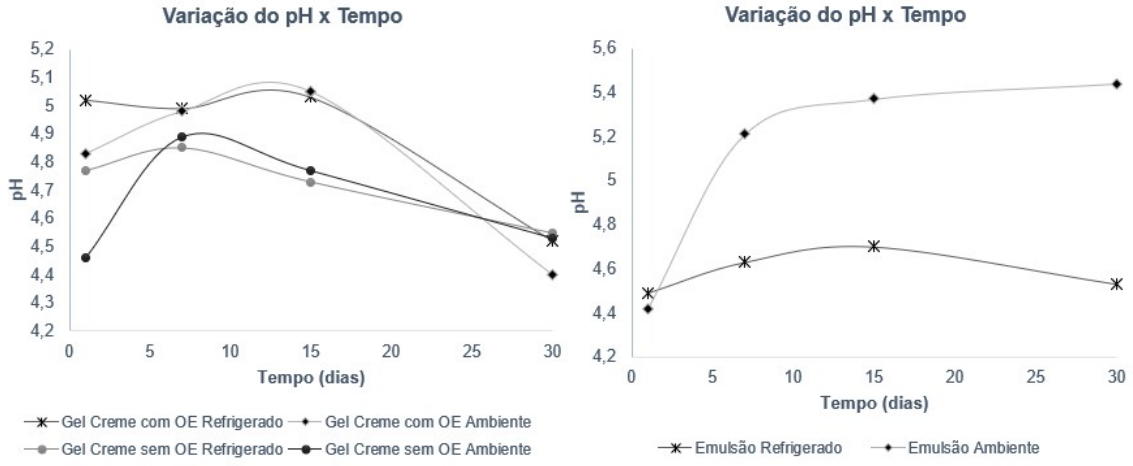


Fonte: Autor, 2024.

3.2.2. Determinação do pH

O pH das formulações foi avaliado ao longo do tempo e está apresentado na Figura 5.

Figura 5. Variação do pH das formulações durante o estudo de estabilidade



Fonte: Autor, 2024.

Para avaliar o impacto do pH, os valores obtidos em triplicata foram analisados utilizando o Teste T de Student para duas amostras, assumindo variâncias equivalentes. Os resultados revelaram um aumento significativo no pH da emulsão ambiente em comparação com a emulsão refrigerada (p-valor < 0,001), indicando que a temperatura foi um fator influente no pH das emulsões. No caso das formulações de gel-creme, não foram observadas diferenças significativas no pH entre elas: Gel-Creme com OE refrigerado versus Gel-Creme com OE ambiente (p-valor = 0,708) e Gel-Creme sem OE refrigerado versus Gel-Creme sem OE ambiente (p-valor = 0,618). Além disso, a presença do OE não teve um impacto estatisticamente significativo no pH das formulações de gel-creme: Gel-Creme com OE refrigerado versus GelCreme sem OE refrigerado (p-valor = 0,502) e Gel-Creme com OE ambiente versus Gel-Creme sem OE ambiente (p-valor = 0,747).

Esses resultados indicam que apenas a temperatura ambiente afetou o pH das emulsões. No entanto, mesmo sem diferença estatística, observou-se uma redução no pH após 20 dias da preparação das formulações de gel-creme e emulsão, possivelmente relacionada à oxidação da fase oleosa com a formação de cadeias oxidadas, hidrólise de triglicerídeos, processos fotoquímicos, degradação microbiana dos componentes das formulações, eletrólitos, bem como à exposição ao calor ou ao frio. A oxidação da fase oleosa pode ocorrer devido à exposição ao ar e à luz, levando à formação de peróxidos e outros produtos de degradação que alteram o pH. A hidrólise de triglicerídeos, catalisada por enzimas lipases, pode liberar ácidos graxos livres, contribuindo ainda mais para a redução do pH. Processos fotoquímicos induzidos pela luz também podem acelerar a degradação dos componentes, afetando a estabilidade da formulação. A degradação microbiana, especialmente em condições de armazenamento inadequadas, pode resultar na produção de metabólitos ácidos. A presença de eletrólitos pode interagir com os componentes aquosos da formulação, alterando seu equilíbrio químico. Finalmente, a exposição ao calor pode aumentar a taxa de reações químicas e microbiológicas, enquanto o frio extremo pode desestabilizar a emulsão, ambos impactando negativamente o pH da formulação. (LEONARDI, 2008; BONTORIM, 2009).

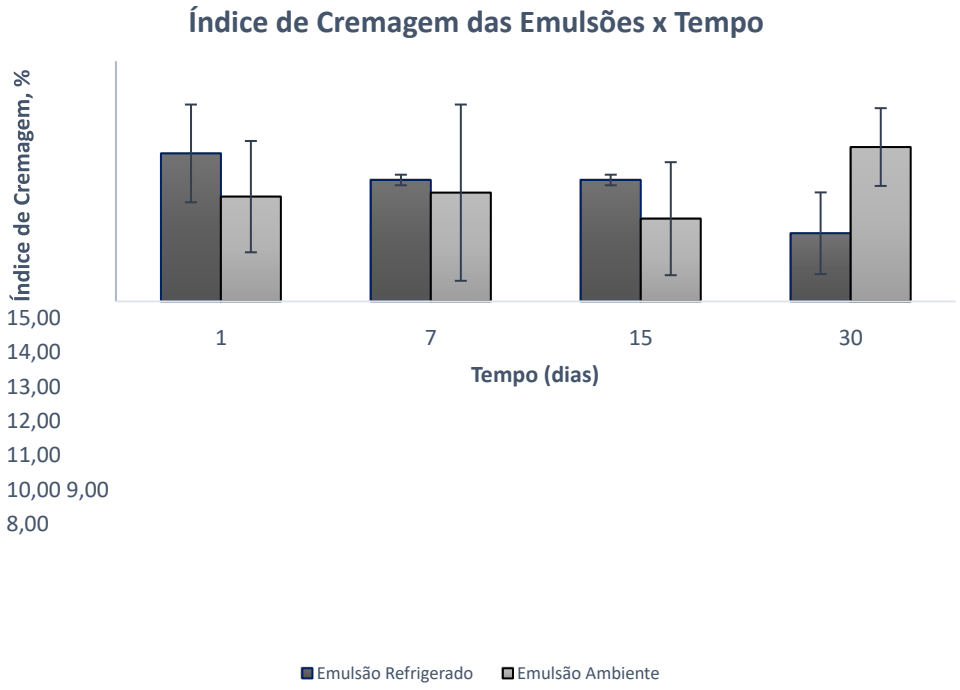
O pH do gel-creme e da emulsão deve estar dentro da faixa aceitável de 4,2 a 5,9 (BRASIL, 2024), harmonizando com o pH natural da pele. Um pH alcalino pode desidratar a pele ao interagir com lipídios por meio da reação de saponificação, removendo a barreira protetora e aumentando a permeabilidade cutânea, favorecendo o crescimento de microrganismos. Portanto, um pH ligeiramente ácido é vantajoso para manter a integridade da

barreira protetora da pele, que naturalmente possui um pH ácido (VENTURI, SANT'ANNA, 2019).

3.2.3. Índice de cremagem

A variação do IC das emulsões foi avaliada ao longo do tempo e está apresentada na Figura 6.

Figura 6. Variação do índice de cremagem das formulações durante o estudo de estabilidade



Fonte: Autor, 2024.

Para fins de avaliação de impacto no IC, os valores obtidos em triplicata foram testados através do Teste *T-student* para duas amostras presumindo variâncias equivalentes. A partir dos resultados encontrados, observou-se que o IC da emulsão refrigerada apresentou uma tendência de diminuição ao longo do tempo, enquanto o IC da emulsão ambiente mostrou uma tendência de aumento. Mesmo com a aparente diferença encontrada nos valores de IC no 30° dia, a temperatura de armazenamento não demonstrou impacto significativo, uma vez que o *p-valor* encontrado foi de 0,145 na comparação entre as variâncias das amostras. No entanto, sugere-se que essa tendência de aumento do fenômeno de cremagem para as formulações armazenadas

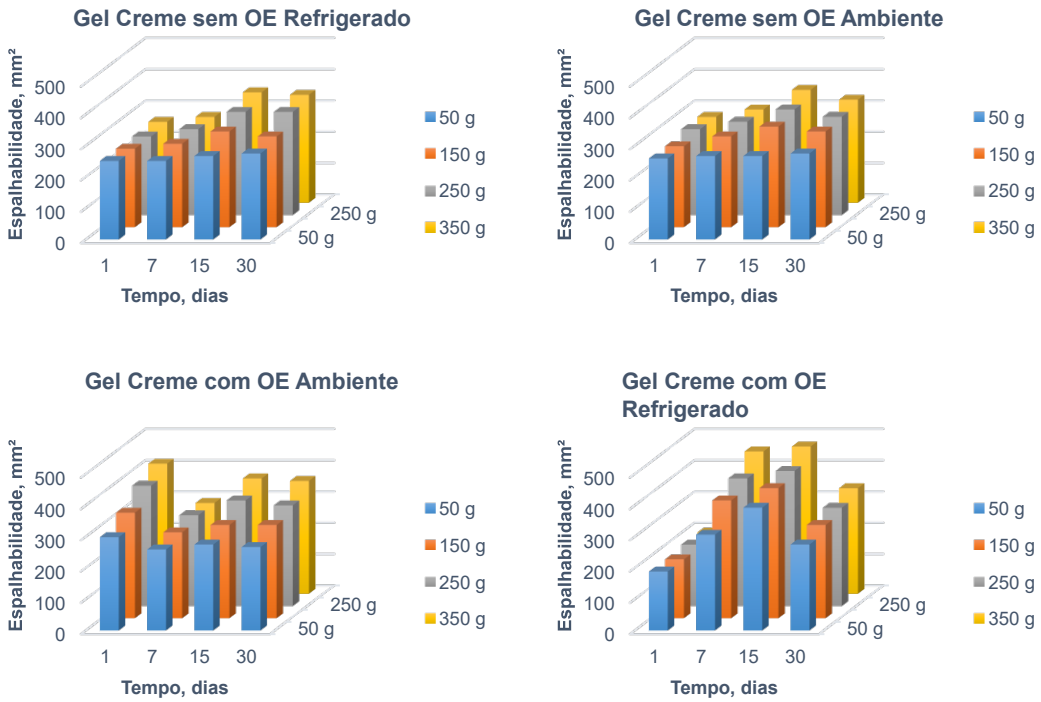
em temperatura ambiente leve à fatores de instabilidade de forma mais acelerada do que no ambiente refrigerado.

3.2.4. Espalhabilidade

A viscosidade ideal de um gel-creme desempenha um papel crucial na experiência do usuário, influenciando diretamente sua espalhabilidade e a adequação ao tipo de embalagem utilizada para comercialização. É fundamental que o creme apresente uma espalhabilidade que permita sua aplicação de maneira uniforme e fácil, garantindo que o produto seja dispensado de forma eficiente durante o uso (ALLEMAND; DEUSCHLE, 2018). A espalhabilidade do gel-creme foi avaliada em diferentes pesos (50g, 150g, 250g e 350g) e está representada na Figura 7. Observou-se que, nas primeiras 24 horas após o preparo, o gel-creme com OE em meio refrigerado inicialmente não apresentou uma espalhabilidade ideal com variações no peso do produto. No entanto, após uma semana, houve um aumento significativo na espalhabilidade. Por outro lado, o gel-creme sem OE refrigerado mostrou uma redução acentuada na espalhabilidade ao longo do tempo. Ao comparar o gel-creme com OE refrigerado versus o gelcreme sem OE refrigerado, não foi encontrada diferença estatisticamente significativa na espalhabilidade, com p-valor de 0,118. Em contraste, o gel-creme com OE em condições ambiente demonstrou melhor espalhabilidade inicial e valores semelhantes ao longo do tempo.

Ao analisar o gel-creme com OE em diferentes condições de armazenamento em comparação com o gel-creme sem OE nas mesmas condições, foram observadas diferenças visuais, porém estatisticamente não foram significativas, com p-valor de 0,654 e 0,409, respectivamente. Conclui-se que o gel-creme contendo OE apresenta uma boa espalhabilidade, tanto no início do uso em ambiente quanto ao longo do tempo se refrigerado. É importante destacar que, mesmo com uma concentração de apenas 0,024% na formulação, o óleo essencial contribuiu de maneira significativa para a melhora da espalhabilidade do gel-creme. Esta melhoria é particularmente relevante considerando-se a importância da espalhabilidade para a eficácia e aceitação de produtos cosméticos. Conforme destacado por Favero (2017), a espalhabilidade é um parâmetro crucial em cosméticos, pois influencia diretamente na eficácia do produto e na satisfação do consumidor. Um cosmético com baixa espalhabilidade pode não se distribuir de maneira uniforme na pele, afetando a aplicação do princípio ativo e prejudicando a percepção geral do produto, resultando em uma aceitação reduzida pelo público.

Figura 7. Variação da espalhabilidade das formulações durante o estudo de estabilidade



Fonte: Autor, 2024.

3.2.5. Teste de centrifugação

A centrifugação induz a movimentação das partículas dentro de uma amostra, simulando um aumento na força gravitacional que incide sobre elas, gerando um estresse que pode acelerar eventuais instabilidades na formulação (BRASIL, 2008). De acordo com Firmino *et al.* (2011), o teste de centrifugação é empregado para avaliar a estabilidade física dos cremes. Quando submetido à centrifugação, um creme que não possui boa estabilidade tende a apresentar separação dos componentes. Formulações de gel-creme com ou sem OE foram submetidas à centrifugação por 30 minutos a 3000 rpm, conforme descrito pela ANVISA (BRASIL, 2004), apenas no 30° dia do estudo de estabilidade. O estudo foi conduzido com o intuito de verificar se as formações propostas resistiriam por mais tempo, mesmo com a interrupção do estudo de estabilidade no 30° dia. Conforme a ANVISA (2004), o produto submetido ao teste de centrífuga deve demonstrar estabilidade, e qualquer sinal de instabilidade indica a necessidade de reformulação. Caso seja aprovado neste teste, o produto está apto a avançar para os testes de estabilidade subsequentes.

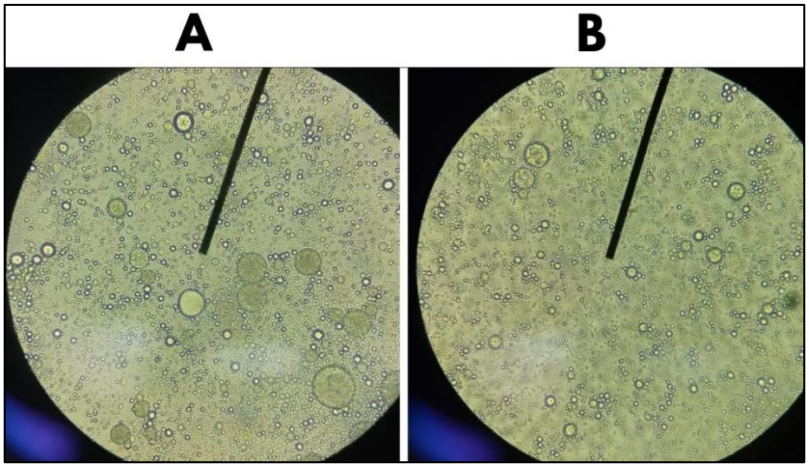
Após a realização do teste, foi observado o processo de separação de fases em todas as formulações, caracterizado pela formação de uma camada de óleo na superfície. Esta instabilidade sugere que a formulação deve ser avaliada quanto ao seu prazo de validade, não sendo recomendado seu uso por mais de 30 dias, conforme os resultados deste estudo. Além

disso, é crucial considerar a reformulação da formulação para mitigar esses efeitos, visando melhorar sua estabilidade ao longo do tempo. Conforme discutido por Spellmeier (2005), o teste de centrifugação é fundamental para acelerar processos como floculação e permitir a observação de fenômenos como cremação, sedimentação ou coalescência. A coalescência pode ser resultante da seleção inadequada dos componentes da formulação, ou ainda, reações químicas como hidrólise, oxirredução, processos fotoquímicos, entre outros, podem ocasionar a instabilidade. Segundo Morais (2006), a separação de fases indica instabilidade no sistema e pode ser detectada por mudanças na aparência, na consistência e no desempenho do produto. A separação de fases ocorre por diversos mecanismos, incluindo cremação, coalescência, floculação e sedimentação. Esses processos podem levar à instabilidade química, refletida em alterações de pH e hidrólise dos tensoativos da formulação, além de favorecer a contaminação microbiana.

3.2.6. Microscopia da emulsão

A avaliação da microscopia das emulsões foi realizada com o intuito de verificar processos de instabilidade das formulações pela observação das gotículas da fase oleosa (tamanho, proximidade e distribuição) dispersas no meio aquoso, após 24h das formulações serem preparadas, as quais estão representadas na Figura 8.

Figura 8. Avaliação microscópica das emulsões diferentes temperaturas: ambiente (A) e refrigerada (B)



Fonte: Autor, 2024.

Na emulsão armazenada em ambiente, foi possível observar gotículas de diferentes tamanhos e mais próximas umas das outras, indicando um processo de instabilidade, como a coalescência. Este fenômeno ocorre quando gotículas menores se fundem para formar gotículas

maiores, comprometendo a estabilidade da emulsão. Emulsões com gotículas grandes geralmente apresentam uma menor vida de prateleira, ou seja, menor estabilidade cinética, em comparação com aquelas que possuem pequenas gotas (Couto, 2014). Já a emulsão refrigerada apresentou gotículas menores, com uma distribuição mais uniforme e maior distância entre si, o que sugere uma maior estabilidade. A refrigeração pode retardar os processos de degradação e coalescência, ajudando a manter a integridade das gotículas dispersas. Em uma emulsão composta pela combinação de duas fases (água e óleo), é essencial avaliar o tamanho, a forma e a distribuição dos glóbulos dispersos, pois esses fatores afetam diretamente sua estabilidade. Glóbulos menores e uniformemente distribuídos tendem a resultar em uma emulsão mais estável, reduzindo a probabilidade de coalescência e separação das fases ao longo do tempo. Além disso, a distância entre as gotículas também desempenha um papel crucial, uma vez que gotículas mais afastadas têm menos chances de se fundirem, preservando a homogeneidade da emulsão (Siqueira, 2016).

Segundo Costa *et al*. (2004), uma emulsão estável é alcançada através da proporção adequada de tensoativos e do processo correto de emulsificação. A partir das imagens analisadas, pode-se observar que as emulsões apresentam glóbulos pequenos e distribuídos de forma uniforme. A característica microscópica auxilia na avaliação de processos físicos de instabilidade de formulações dispersas, como as emulsões. Podem ser usadas para facilitar na melhor escolha dos componentes a serem utilizados na formulação, bem como, indicar a tecnologia de preparo mais adequada para garantir uma maior estabilidade à forma farmacêutica.

O processo de fabricação das emulsões utilizando um agitador de hélice com a rotação selecionada não foi capaz de alcançar uma distribuição ideal e tamanho nanométrico das gotículas. Considerando isso, poderia ser vantajoso explorar o uso de um homogeneizador de alta pressão em substituição ao agitador de hélice, o que poderia melhorar significativamente a distribuição e o tamanho das gotículas. Outro fator que pode ter influenciado na estabilidade das emulsões é o equilíbrio hidrófilo-lipófilo dos tensoativos em relação à fase oleosa da formulação. Portanto, para avançar no estudo, é fundamental uma avaliação mais detalhada dessa formulação.

4. CONCLUSÃO

Em síntese, os resultados deste estudo sugerem que a preparação de gel-creme e emulsão com óleo essencial de *Syzygium cumini (L.)* requer cuidados específicos quanto à estabilidade

das formulações. Observou-se que a temperatura ambiente exerce uma influência significativa no pH e no Índice de Cremagem (IC) das emulsões. Além disso, a presença do óleo essencial demonstrou ter um efeito positivo na espalhabilidade do gel-creme, proporcionando uma aplicação mais uniforme e fácil.

A análise microscópica revelou diferenças nas características das emulsões, especialmente naquelas armazenadas em ambiente, que apresentaram maior coalescência. Essas descobertas têm implicações cruciais para o desenvolvimento de formulações estáveis e eficazes com OE de *Syzygium cumini (L.)* para aplicações cosméticas e farmacêuticas. É importante salientar que, neste estudo, o óleo essencial foi utilizado em uma concentração de aproximadamente 0,024% em cada formulação. Mesmo em baixa concentração, o óleo essencial melhorou significativamente a espalhabilidade do gel-creme, destacando seu potencial na formulação de produtos cosméticos. Esta melhora pode ser atribuída às propriedades físico-químicas do óleo essencial, que facilita a distribuição uniforme do gelcreme sobre a pele.

Considerando o potencial do OE, concentrações maiores, como 1%, poderiam ser exploradas em pesquisas futuras para avaliar seu impacto na formulação. Tal aumento na concentração poderia influenciar não apenas a estabilidade das formulações, mas também o odor, dado o aroma cítrico e forte presente no óleo essencial. As características organolépticas, como o odor, devem ser cuidadosamente avaliadas para garantir a aceitação do produto pelo consumidor.

Estudos adicionais de viscosidade, densidade, potencial Zeta e avaliação do tamanho de partículas seriam valiosos em pesquisas posteriores, proporcionando uma compreensão mais aprofundada das propriedades físicas das formulações. Além disso, a identificação das substâncias presentes no óleo essencial por meio de técnicas como cromatografia poderia oferecer informações fundamentais para o desenvolvimento e aperfeiçoamento das formulações.

Portanto, a continuação dessa pesquisa é essencial para uma compreensão mais profunda dos efeitos do óleo essencial de *Syzygium cumini (L.)* e para a otimização das formulações, visando garantir produtos de alta qualidade e eficácia para a indústria cosmética e farmacêutica. Essa busca pela excelência contribuirá significativamente para avanços nesse campo, fornecendo bases sólidas para futuros desenvolvimentos e inovações.

REFERÊNCIAS

ALLEMAND, A. G. S.; DEUSCHLE, V. C. K. N. **Formulações em cosmetologia.** Porto Alegre, RS: SAGAH, 2018. 182 p.

AZEVEDO, J. B. S. Caracterização botânica do jambolão syzygium cumini (l.) Skeels: uma revisão de literatura. **Revista Multidisciplinar de Educação e Meio Ambiente**, v. 4, n. 4, 2023. DOI: 10.51189/bioesb2023/20421. ISSN: 2675-813X.

ALMEIDA, S. C.; SANTOS, C. C. S. Composição química do óleo essencial das folhas da azeitona roxa (Syzygium cumini). **Revista Eletrônica Acervo Saúde**, Vol.Sup.30, e974, 2019.

BAKKALI, F., AVERBECK, S., AVERBECK, D., IDAOMAR, M. Biological effects of essential oils - A review. ***Food Chem. Toxicol***. 46, 446-447, 2008.

BEZERRA, J. N. *et al*. Chemical composition, evaluation of antiparasitary and cytotoxic activity of the essential oil of *Psidium brownianum* MART EX. DC. ***Biocatal. Agric***. 39, 102247, 2022.

BONTORIM, Gisela**. Estudo de estabilidade de emulsão cosmética utilizando reologia e técnicas convencionais de análise**. 2009. 74 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Química, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de estabilidade de produtos cosméticos**. 1. ed. v. 1, 52 p. Brasília, 2004.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de controle de qualidade de produtos cosméticos**. 2. ed. 120 p. Brasília, 2008.

CARVALHO, C. R. D. *Dissertação Mestrado.* Relação entre parâmetros ecofisiológicos e a produção de óleo essencial em espécies arbóreas. Sergipe-UFS, 2013.

COSTA, C K. et al. Um estudo da pele seca: produtos emulsionados para seu tratamento e busca de sensorial agradável para o uso contínuo. v. 5, n. 2, p. 69-78, Curitiba, dez. 2004.

COUTO, M. I. .P . B. **Avaliação estrutural e reológica de emulsões preparadas com óleo de Dipterix alata Vog. (Baru), estabilizadas com goma arábica e quitosana**. Universidade Federal de Goiás, escola de agronomia. Goiânia, 2014.

FAVERO, J.S. **Caracterização, tratamento e viabilidade de aplicação de argilas provenientes de resíduos de extração de areia na área cosmética**, dissertação [Mestrado apresentado no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias], Universidade de Caxias do Sul, 2017, 116 p.

FERNANDES, P. A. S. *et al*. Phytochemical analysis, antibacterial activity and modulating effect of essential oil from *Syzygium cumini* (L.) Skeels. ***Molecule****s*. 27, 3281, 2022.

FIRMINO, C. R. et al. Avaliação da qualidade de bases farmacêuticas manipuladas no município de Jundiaí – SP. **Revista Multidisciplinar da Saúde**, ano 3, n. 05, p. 2-14, São Paulo, 2011.

LEONARDI, G. R. **Cosmetologia aplicada**. 2. ed. São Paulo: Santa Isabel, 2008.

MAGALHÃES, S. A.; SILVA; V. C. A.; TESCAROLLO, I. L. Caracterização físico-química e otimização sensorial de hidratante formulado com manteiga de karité**. Brazilian Journal of Surgery and Clinical Research**. v. 23, n.3, p.13-19, 2018.

MORAIS, G.G., **Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de emulsões O/A com cristais líquidos acrescidas de xantina para tratamento da hidrolipodistrofia ginóide (celulite)**, dissertação [Mestrado em Ciências Farmacêuticas, Área de concentração: Medicamentos e cosméticos] Faculdade de Ciências Farmacêuticas da USP, Ribeirão Preto, 2006, 181 p.

MORALES, D.; GUTIERREZ, J. M.; GARCIA-CELMA, M. J.; SOLANS, Y. C. A study of the relation between bicontinuous microemulsions and oil/water nanoemulsion formation. **Langmuir**. v. 19, n. 18, p. 7196-7200, 2003.

OLIVEIRA E. G. et al. Caracterização química, atividade antimicrobiana e toxicidade dos óleos essenciais da Pimenta dioica L. (pimenta da Jamaica) e Citrus sinensis L. Osbeck (laranja doce). **Revista Colombiana de Ciencias Químico Farmacêuticas** , v. 49, n. 3, pág. 641–655, 2020. Disponível em: http://www.scielo.org.co/pdf/rccqf/v49n3/1909-6356-rccqf-49-03-641.pdf. Acesso em: 14 abr 2024.

SANTOS, F. R. *Tese Doutorado*. Estudo comparativo dos óleos essenciais de espécies da família Myrtaceae através do perfil cromatográfico, análise multivariada e atividades biológicas. Seropédica-UFRRJ, 2016.

SANTOS, S. B. R. et. al. Elaboração de microemulsão do extrato da planta Syzygium cumini com atividade antimicrobiana. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 13, e288111335174, 2022.

SELL, C. Chemistry of Essential Oils. In: BASER, K. H. C.; BUCHABAUER, G. (eds). **Handbook of Essential Oils: Science, Technology and Applications**. CRC Press, Florida, USA. 2010, cap. 5, p. 121-150.

SILVA, F. V. F. et al. Desenvolvimento e controle de qualidade de um gel-creme antiacneico a base do óleo da Copaífera officinalis L. (copaíba). **Revista Eletrônica Acervo Saúde**, Vol. Sup. 30, e974, 2019. Disponível em: https://acervomais.com.br/index.php/saude/article/view/974. Acesso em: 15 abr. 2024. DOI: https://doi.org/10.25248/reas.e974.2019.

SIQUEIRA-NUNES, A., MARTINS, M. B. G. Estudo anatômico de folhas de *Syzygium cumini* (L.) Skeels (Myrtaceae). ***Rev. Biociências***. 16, 116-122, 2010.
STAZI, L. C. D., & LIMA, C. A. **Plantas medicinais na Amazônia e na Mata Atlântica**. (2a ed.): Ed. UNESP. 323-324, 2002.

SIQUEIRA, J. C. **Avaliação da estabilidade de uma emulsão cosmética cold cream contendo diferentes tipos de ceras**. Trabalho de Conclusão de Curso, UNIVATES, 2016.

SPELLMEIER, F. **Estudo comparativo entre dois métodos de produção de bases emulsionadas através da estabilidade acelerada**. 2005. 98 f. Monografia (Graduação) – Curso de Farmácia, Centro Universitário UNIVATES, Lajeado, nov. 2005.

UCKER, C. D. L. *Dissertação Mestrado*. Óleo essencial de sementes e folhas de *Syzygyym cumini* e óleo desodorizado de *Melaleuca alternifolia*: potencial antimicrobiano e antioxidante. Pelotas-UFPel, 2016.

VENTURI, I.; SANT'ANNA, L. C. **Nutrição aplicada à estética**. Porto Alegre, RS: SAGAH, 2019. 330 p.

VERÍSSIMO, L. M. *Dissertação Mestrado*. Desenvolvimento de sistemas farmacêuticos emulsionados para veiculação gênica. Natal-UFRN, 2007.