



ANÁLISE DA SUBSTITUIÇÃO DO CONSERVADOR METILPARABENO POR ÓLEO ESSENCIAL DE CANELA (*Cinnamomum cassia*) EM XAMPU

Gabriela Fonseca de Oliveira ¹

Gabriela Soares da Fonseca Mendes ¹

Letícia Moura Cordeiro Pires ¹

Seliandra Ferreira Batista ¹

Profa. Orientadora: Aline Alves Ramos ^{1*}

RESUMO

Os parabenos, por apresentarem propriedades antimicrobiológicas, baixo custo e atuar em largas faixas de pH, são muito utilizados pela indústria cosmética como conservadores, retardando a vida útil dos produtos. Todavia alguns problemas como obesidade, câncer de mama e poluição de vias fluviais associados a esses compostos tornam o seu uso inapropriado, fazendo-se necessário à utilização de componentes menos nocivos aos seres humanos e ao meio ambiente. Dessa maneira, tendo em vista que a canela possui propriedades antioxidantes, antibacterianas, antifúngicas e anti-inflamatórias, neste trabalho foi investigada a ação antimicrobiana do óleo essencial de canela em uma formulação de xampu, com o intuito de substituição de parabenos em cosméticos por um conservante natural. Sendo assim, cinco formulações de xampu foram produzidas: sem conservante, com conservante metilparabeno, com 0,2%, 0,4% e 0,6% de óleo essencial de canela. A partir de algumas dessas amostras foram realizados ensaios de estabilidade a fim de caracterizar o xampu produzido como: pH, propriedades organolépticas, centrifugação, teste de espuma e de ação de limpeza, realizados nos 1º, 15º e 30º dias após a formulação, que mostraram que o produto possui uma boa qualidade referente a sua estabilidade e ação de limpeza e espumação. Também foram realizados estudos microbiológicos, nos quais não houve crescimento microbiológico, indicaram uma possível interferência de componentes do xampu: ácido cítrico e extrato de *aloe vera*. Com isso, fica como perspectivas futuras produzir uma nova formula de xampu na ausência dos componentes interferentes, bem como, a realização de novos testes microbiológicos.

Palavras-chave: xampu; óleo essencial de canela; conservante; parabenos.

ABSTRACT

Parabens, because they have antimicrobial properties, low cost and act in wide pH ranges, are widely used by the cosmetic industry as preservatives, delaying the shelf life of products. However, some problems such as obesity, breast cancer and pollution of waterways associated with these compounds make their use inappropriate, making it necessary to use components that are less harmful to humans and the environment. Thus, considering that cinnamon has antioxidant, antibacterial, antifungal and anti-inflammatory properties, this work investigated the antimicrobial action of cinnamon essential oil in a shampoo formulation, with the aim of replacing parabens in cosmetics with a natural preservative. Therefore, five shampoo formulations were produced: without preservative, with methylparaben preservative, with 0.2%, 0.4% and 0.6% of cinnamon essential oil. From some of these samples, stability tests were carried out in order to characterize the shampoo produced as: pH, organoleptic properties, centrifugation, foam test and cleaning action, carried out on the 1st, 15th and 30th days after formulation, which showed that the product has a good quality regarding its stability and cleaning and foaming action. Microbiological studies were also carried out, in which there was no microbiological growth, indicating a possible interference of shampoo components: citric acid and aloe vera extract. With that, it is as future prospects to produce a new shampoo formula in the absence of interfering components, as well as the performance of new microbiological tests.

Keywords: shampoo; cinnamon essential oil; preservative; parabens.

¹Curso Técnico em Química - ETEC Irmã Agostina
Av. Feliciano Correa s/n–Jardim Satélite-CEP 04815-240-São Paulo –Brasil
*aline.ramos22@etec.sp.gov.br

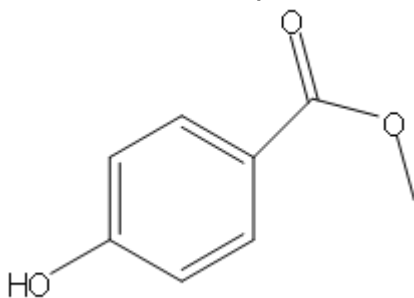
1 INTRODUÇÃO

Segundo a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), entende-se como conservantes toda substância capaz de inibir ou retardar o crescimento de micro-organismos, como bactérias, fungos e leveduras que possam provocar a deterioração do cosmético, durante sua fabricação e estocagem. Portanto, são aditivos químicos, de origem natural ou sintética, adicionados a um produto com o intuito de prolongar sua vida útil (BRASIL, 2008).

Para ser um bom conservador, é necessário que o componente químico utilizado apresente certas características ideais, tais como: amplo espectro de ação, ou seja, ser capaz de inibir o crescimento de grande gama de microrganismos; ser estável e efetivo em grande faixa de pH e temperatura; não afetar as características organolépticas do produto, isto é, não alterar cor, odor ou sabor da formulação; apresentar adequado coeficiente de partição de óleo em água, de modo a garantir concentração efetiva em ambas as fases. Além disso, o conservante sintético utilizado deve ser permitido segundo regulamentação dos órgãos fiscais competentes (LOURENÇO, 2016).

Dentre os conservadores mais empregados na indústria cosmética estão os parabenos. Podendo destacar o metil parabeno (figura 1), presente em cerca de 40% dos cosméticos no mercado, chegando a concentrações 0,04 a 0,35% das formulações (HOPPE; PAIS, 2017).

Figura 1: Fórmula estrutural metil parabeno



Os parabenos são amplamente utilizados, devido a sua larga ação antimicrobiológicas, fácil acesso e baixo custo, como agente conservante em produtos diversos, como: fármacos, alimentos e cosméticos, isso mantém os usuários em constante contato com o componente. Embora apresente grandes vantagens sua absorção cumulativa levanta preocupações com seus efeitos adversos (QUERINO; SILVA, 2018).

Devido à similaridade de suas moléculas com o principal estrogênio natural esses aditivos podem atuar como desreguladores do sistema endócrino, ocorrendo assim a ligação das

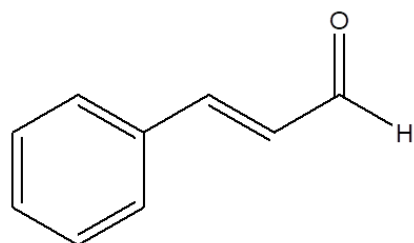
moléculas de parabenos aos receptores de estrogênio, chegando a atuar como hormônio no organismo. Devido a essa ação estrogênica tem crescido a preocupação com os efeitos adversos associados à absorção de forma cumulativa. Alguns estudos apontam haver relação entre a ação do conservante na função reprodutiva, uma contribuição para o aumento da obesidade, além de serem identificados em células de câncer de mama, dentre outros reflexos negativos em relação a saúde do usuário que é exposto ao composto (DARBRE et. al., 2004; SPADOTO, 2017).

A utilização constante direciona parte dos parabenos, para as vias fluviais, através da rede de tratamento de esgoto a qual realiza sua eliminação incompleta tornando o esgoto a principal via de entrada desses compostos no ambiente aquático (SPADOTO, 2017). Dessa maneira, algumas alternativas podem ser empregadas para a substituição desses componentes em formulações cosméticas, como o óleo essencial da canela (*Cinnamomum cassia*).

A canela (*Cinnamomum cassia*) é uma especiaria nativa da China, amplamente utilizada em tratamentos de infecções no sistema respiratório, por apresentar propriedades antioxidante, antimicrobiana, antiinflamatória e antidiabética (CORREIA et. al., 2020) Desde o Egito Antigo, tem-se registro de seu uso como conservante, onde os egípcios utilizavam a casca no processo de embalsamento de seus falecidos (BIZ, 2017).

O cinamaldeído (figura 2) é o componente em maior quantidade na casca da canela, estando presente em seu óleo em cerca de 60% a 75%. Por ter sido aprovado pela Food and Drug Administration (FDA), esse aldeído é largamente utilizado na indústria alimentícia e cosmética (FIGUEIREDO et. al., 2018).

Figura 2: Fórmula estrutural cinamaldeído



De acordo com a pesquisa realizada por Figueiredo e colaboradores (2018), o cinamaldeído possui ação comprovada contra os microorganismos: fungos, bactérias Gram-positivas e Gram-negativas, *Aeromonas hydrophila*, *Enterococcus faecalis*, *Listeria Monocytogenes*, *Clostridium botulinum*, *Staphylococcus aureus*,

Escherichia coli, *Salmonella entérica serovar*, *Typhimurium* e *Porphyromonas gingivalis*.

Sendo assim, foram executadas práticas a fim de estudar as propriedades antimicrobiológicas do óleo essencial de canela (*Cinnamomum cassia*) para sua utilização como um substituinte de parabenos em uma formulação de xampu.

2 METODOLOGIA

2.1. MATERIAIS

Neste trabalho foram utilizados os reagentes:

Tabela 1: Materiais utilizados

Reagentes	Marca
Amida 90	Casa das essências
Lauril Éter Sulfato de Sódio	Casa das essências
Anfótero Betáinico	Casa das essências
Extrato de <i>Aloe Vera</i>	Casa das essências
Metilparabeno	Casa das essências
Óleo essencial de canela	Bio Essência
Ácido Cítrico	Kasvi
Ágar CLED	Kasvi
Ágar caseína de soja	Kasvi
Neutralizador D/E	NEOGEN
Tryptic soy agar	interlab

Tabela 2: Equipamentos utilizados

Equipamento	Modelo	Marca
Balança analítica	AG200	Gehaka®
Incubadora	DT-6150C	Diagtech®
Autoclave	vertical	Marconi
Chapa Aquecedora	K40-1810H	Kasvi
Placas de petri descartáveis	P0073 90X15	INLAB
Capela de fluxo laminar vertical	ORG 1040	Ideoxima
Pipeta Automática	100 µL	Transferpette® Brandtech
Centrífuga	Mod. 206	Fanem®
Balança digital de precisão	1 - 2g	Profissional Top Scale

2.2. MÉTODOS

As formulações de xampu realizadas neste trabalho foram adaptações daquelas descritas por

Corrêa (2012). Primeiro foram feitas as pesagens dos componentes descritos nas tabelas de 3 a 7, correspondentes a cada formulação, seguindo a produção conforme o preparo individual, sendo elas: sem conservante, com metil parabeno, com 0,2%, 0,4% e 0,6% de óleo de canela, respectivamente. A partir das três formulações, com óleo essencial, foram feitos testes de qualidade, tais como: organolépticos, pH, centrifugação, espumação e ação de limpeza. E para as cinco formulações de xampu investigou-se a ação microbiana do óleo essencial como conservante.

2.2.1 Formulações dos xampus

A primeira formulação preparada foi 100 mL de xampu sem adição de conservantes. Na tabela 3 tem-se os dados das medidas utilizadas na formulação.

Tabela 3: Formulação xampu sem conservantes

Matéria prima	%	Quantidade (g)
Lauril éter sulfato de sódio	30	30
Água destilada	50	50
Amida 90	5	5
Extrato de <i>aloe vera</i>	10	10
Cocoamidopropilbetaina	5	5
Solução de Ácido cítrico (20% m/v)	q. s. p.	q. s. p.

Fonte: Adaptado de Corrêa (2012).

Inicialmente, no béquer 1, o Lauril foi diluído com 40 mL da água destilada sob agitação lenta e constante. Em outro béquer, a amida foi diluída com o restante da água sob agitação até obter-se uma consistência menos viscosa.

Em seguida, verteu-se a amida diluída no béquer 1, juntamente com o extrato de aloe vera e a cocoamidopropilbetaina, seguida de agitação constante e lenta até xampu obter consistência. Por fim, acertou-se o pH utilizando 8 gotas da solução de ácido cítrico e verificado com fita de pH.

A segunda formulação realizada foi 100 mL de xampu com o conservante metil parabeno. Os dados das medidas utilizadas estão na tabela 4.

Tabela 4: Formulação xampu com conservante sintético

Matéria prima	%	Quantidade (g)
Lauril éter sulfato de sódio	30	30
Água destilada	50	49,6
Amida 90	5	5
Extrato de <i>aloe vera</i>	10	10

Cocoamidopropilbetaina	5	5
Metil parabeno	0,4	0,4
Solução de Ácido cítrico (20% m/v)	q. s. p.	q. s. p.

Fonte: Adaptado de Corrêa (2012).

Para o preparo dessa formulação, diluiu-se previamente o conservante metil parabeno na amida 90 sob aquecimento na chapa, aproximadamente 50° C. Após total diluição do parabeno adicionou-se 10 mL de água à mistura, que foi agitada até a mistura engrossar.

No béquer 1, após o lauril ser diluído com o restante da água, verteu-se a mistura do outro béquer e os demais componentes do xampu (amida 90, betaion e extrato) e agitou-se até obter a viscosidade adequada. Por fim, o pH da formulação foi ajustado com aproximadamente 8 gotas da solução de ácido cítrico e analisado com a fita de pH.

Foram formulados três xampus com concentrações distintas de óleo essencial de canela, sendo elas: 0,2 %, 0,4 % e 0,6 %. Nas tabelas 5, 6 e 7, estão as quantidades utilizadas nesse procedimento.

Tabela 5: Formulação xampu com 0,2 % de óleo essencial de canela

Matéria prima	%	Quantidade (g)
Lauril éter sulfato de sódio	30	30
Água destilada	50	49,8
Amida 90	5	5
Extrato de <i>aloe vera</i>	10	10
Cocoamidopropilbetaina	5	5
Óleo essencial	0,2	0,2
Solução de Ácido cítrico (20% m/v)	q. s. p.	q. s. p.

Fonte: Adaptado de Corrêa (2012).

Tabela 6: Formulação xampu com 0,4 % de óleo essencial de canela

Matéria prima	%	Quantidade (g)
Lauril éter sulfato de sódio	30	30
Água destilada	50	49,8
Amida 90	5	5
Extrato de <i>aloe vera</i>	10	10
Cocoamidopropilbetaina	5	5
Óleo essencial	0,4	0,4
Solução de Ácido cítrico (20% m/v)	q. s. p.	q. s. p.

Fonte: Adaptado de Corrêa (2012).

Tabela 7: Formulação xampu com 0,6 % de óleo essencial de canela

Matéria prima	%	Quantidade (g)
Lauril éter sulfato de sódio	30	30
Água destilada	50	49,8
Amida 90	5	5
Extrato de <i>aloe vera</i>	10	10
Cocoamidopropilbetaina	5	5
Óleo essencial	0,6	0,6
Solução de Ácido cítrico (20% m/v)	q. s. p.	q. s. p.

Fonte: Adaptado de Corrêa (2012).

Para as formulações com o óleo essencial, inicialmente o conservante foi diluído na amida 90, seguida da adição de 10 mL de água destilada, agitando lentamente até se obter uma mistura mais espessa.

No béquer 1, com o lauril já diluído no restante da água, misturou-se o conteúdo do outro béquer e os demais componentes da formulação, agitando lentamente até que o xampu obtivesse a consistência adequada. Para finalização, o pH foi ajustado com aproximadamente 8 gotas de ácido cítrico e testado com fita de pH.

Após a produção do xampu foram feitos testes de qualidade nas formulações contendo o óleo essencial, a partir de testes físico-químicos para a verificação da estabilidade dos mesmos no período de 30 dias. Também foram investigadas atividades microbiológicas do xampu.

2.2.2 Teste Organolépticos

Os testes foram realizados com base na metodologia de Guedes, Azevedo e Falcão (2015). Foram observadas as características organolépticas: cor, aspecto e odor, para cada amostra de xampu, nas concentrações de 0,2%, 0,4% e 0,6% de óleo essencial de canela.

2.2.3 Teste de centrifugação

Os ensaios de centrifugação realizados foram adaptados conforme a metodologia feita por Guedes, Azevedo e Falcão (2015)

Para a realização do teste, 5 g de cada amostra, em triplicata, foram submetidas a rotação crescente de 900, 1800 e 3000 rpm na centrifuga, durante dez minutos em cada rotação.

2.2.4 Teste para a Determinação do pH

A partir do preparo das formulações dos xampus, foi realizado o teste de potencial Hidrogeniônico (pH) baseado na metodologia desenvolvida Santos (2017). Seguindo a metodologia para a análise foi utilizada a fita de medição de pH. Colocou-se a fita no recipiente contendo a formulação do xampu mantendo-a em contato com a amostra por 2 segundos. Em seguida a fita foi retirada do recipiente e as cores obtidas foram comparadas com a escala logarítmica de pH.

Esses ensaios foram feitos para as amostras de xampu com concentrações de 0,2 %, 0,4% e 0,6% do óleo essencial de canela.

2.2.5 Teste de ação de limpeza

As análises da ação de limpeza das amostras de xampu foram realizadas baseadas nos procedimentos realizados por Guedes, Azevedo e Falcão (2015), a partir da massa do cabelo sujo e massa do cabelo após a lavagem com o produto.

Primeiramente foi pesado aproximadamente 2,0 g da mecha do cabelo seco e limpo, para cada amostra de xampu (concentrações de óleo de canela: 0,2 %, 0,4% e 0,6%). Em seguida, utilizando uma espátula, sujou-se a mecha de cabelo com o óleo de coco (sujeira sintética) e pesou-se as mechas sujas.

Em seguida, para cada amostra de xampu, transferiu-se 2,0 g para um béquer de 1 L contendo 500 mL de água destilada juntamente com as respectivas mechas sujas. Logo após, utilizando um bastão de vidro os sistemas foram agitados por 5 minutos, e dessa forma realizou-se a lavagem do cabelo.

Passados os 5 minutos, as mechas de cabelo foram enxaguadas com água destilada, secas de forma natural por 48 horas e pesadas.

2.2.6 Teste da formação de espuma

As análises de formação de espuma foram realizadas baseadas nas adaptações feitas por Guedes, Azevedo e Falcão (2015) ao teste de Ross Milles.

Pesou-se 0,38 g das amostras de xampu com óleo de canela (concentrações de 0,2 %, 0,4% e 0,6%) na balança analítica, em seguida transferiu-se para uma proveta de 100 mL e completou-se o volume com 38 mL de água destilada. O bocal da proveta foi vedado com plástico filme, realizou-se agitação manual por 5

vezes consecutivas, em um ângulo de 180° graus. Após a agitação, anotou-se o volume atingido pela espuma e após 10 minutos em repouso, anotou-se novamente o volume.

2.2.7 Testes microbiológicos com ágar caseína soja, por profundidade

Para a investigação da atividade microbiológica do xampu foram realizados três testes em períodos distintos efetuados em triplicata e duplicata. Os ensaios foram feitos após a exposição das amostras pelo período mínimo de sete dias.

Os testes microbiológicos feitos com ágar caseína soja, foram realizados, conforme adaptação da metodologia descrita por Vassoler e colaboradores (2020). Para a realização do teste utilizou-se amostras de xampu (formuladas conforme o tópico 2.2.1) após o período de 07 dias de preparo.

O ágar foi preparado a partir do meio de cultura desidratado, seguindo as orientações do fabricante, após preparado foi esterilizado em autoclave a 121°C por 15 minutos.

Durante a realização da análise foram realizadas duas diluições: 1:10 e 1:100. Na primeira a diluição, 1:10, pesou-se em tubos de ensaio 0,5 g de cada, de modo que cada uma delas foram diluídas em 4,5 mL de miristrato de isopropila. A partir dessas soluções, foram preparadas as diluições de 1:100, transferindo-se com alíquotas de 0,5 mL das primeiras diluições e diluindo as em 4,5 mL do solvente miristrato de isopropila.

Esse processo de preparo da amostra foi realizado para cada uma das cinco amostras (sem conservante, com metil parabeno, com óleo essencial à 0,2%, com óleo essencial à 0,4% e com óleo essencial à 0,6%).

Para identificação do desenvolvimento de micro-organismos, as amostras foram semeadas em placa de Petri utilizando o método de semeadura por profundidade, onde foi aplicado sobre a placa 0,5 mL, de cada uma das diluições, com o auxílio de uma pipeta automática, após aplicadas nas placas foi adicionado 20 mL do ágar e homogeneizado com movimentos de "8", as placas, por fim, as amostras foram incubadas em estufa (35°C +/- 2°C), o procedimento de plaqueamento das diluições foi realizado em triplicata.

Após a incubação em estufa, pelo período de 7 dias, efetuou-se a contagem manual das unidades formadoras de colônias.

2.2.8 Testes microbiológicos com ágar CLED

Foram realizados testes microbiológicos, conforme adaptação da metodologia descrita por Vieira e colaboradores (2017). Para a realização do teste utilizou-se amostras de xampu (formuladas conforme o tópico 2.2.1) após o período de 40 dias de preparo.

Utilizou-se o meio de cultura ágar CLED, que foi preparado a partir do meio de cultura desidratado, seguindo as orientações do fabricante, após preparado foi esterilizado em autoclave a 121°C por 15 minutos.

Para identificação do desenvolvimento de microrganismos, as amostras foram semeadas em placa de Petri (contendo 20 mL de meio de cultura) utilizando o método de semeadura por superfície, onde foi aplicado 0,1 mL com o auxílio de uma pipeta automática através de aplicação direta, sem diluição, de cada uma das cinco amostras (sem conservante, com metil parabeno, com óleo essencial à 0,2%, 0,4% e 0,6%), após aplicadas sob a superfície das placas, elas foram incubadas em estufa (35°C +/- 2°C), este procedimento foi realizado em triplicata.

Após a incubação em estufa, pelo período de 24 horas a 48 horas, efetuou-se a contagem manual das unidades formadoras de colônias.

2.2.9 Testes microbiológicos com tryptic soy ágar (TSA)

Para a realização desse teste foram analisadas as amostras de xampu: sem conservante e com 0,6% de óleo essencial de canela.

Primeiramente o meio de cultura TSA foi preparado, conforme as instruções do fabricante, e autoclavado (121°C por 15 minutos). Em seguida as amostras de xampu foram diluídas no caldo neutralizante D/E a uma proporção 1:10, deixado em descanso por um tempo de 15 min.

Após esse tempo, foi iniciado o plaqueamento pelo método de semeadura por profundidade. Para a realização desse ensaio, 1 mL de cada amostra diluída foram pipetadas nas placas de Petri, seguida da adição 25 mL do TSA. Após a adição do meio de cultura, foram feitos movimentos em 8 nas placas, por dez vezes, e por fim foram incubadas em uma estufa a 36° C (+/- 2°C) por um tempo de 48 horas.

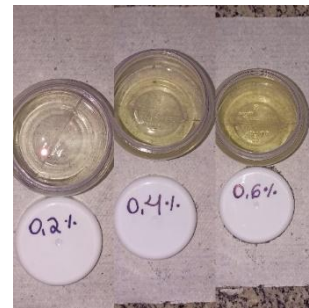
Essa análise foi realizada em duplicata, para cada xampu.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Testes organolépticos

Os testes organolépticos realizados foram baseados na metodologia de Guedes, Azevedo e Falcão (2015). O aspecto, o odor e a cor das formulações de xampu contendo o óleo essencial de canela (figura 3) foram analisados através do caráter visual e olfativo, obtendo-se o critério N (normal) em todos os parâmetros observados nas análises, o que indica um resultado satisfatório e nenhuma alteração considerável que compromettesse as amostras.

Figura 3: formulações de xampu contendo o óleo essencial de canela nas concentrações de 0,2%, 0,4% e 0,6%.



3.2 Teste de centrifugação

Baseado na metodologia de Guedes, Azevedo e Falcão (2015), os testes de centrifugação foram aplicados submetendo as amostras (com óleo essencial 0,2%, 0,4% e 0,6%) à estresse gravitacional, em temperatura ambiente, nos tempos de 1, 15 e 30 dias, nas rotações de 900 rpm, 1800 rpm e 3000 rpm, por 10 minutos sequencial e respectivamente, em triplicata. Os resultados estão demonstrados na tabela 8.

Tabela 8: Resultados do teste de centrifugação nas amostras de xampu em estudo de estabilidade

Amostra	Tempo (dia)	900 rpm			1800 rpm			3000 rpm		
		1	2	3	1	2	3	1	2	3
0,2%	t ₁		N		N		N		N	
	t ₁₅		N		N		N		N	
	t ₃₀		N		N		N		N	
0,4%	t ₁		N		N		N		N	
	t ₁₅		N		N		N		N	
	t ₃₀		N		N		N		N	
0,6%	t ₁		N		N		N		N	
	t ₁₅		N		N		N		N	

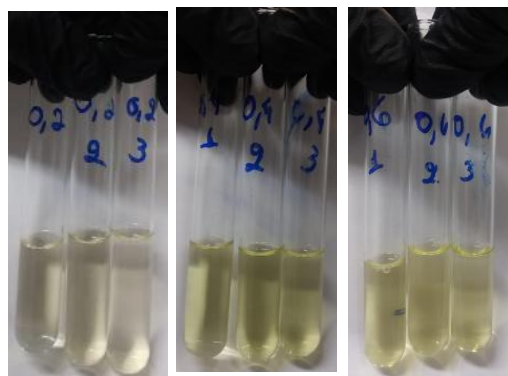
t_{30}	N	N	N
----------	---	---	---

Legenda: (N) Normal, sem alteração; (S) Separado, turvo ou precipitado; (LS) Levemente separado, turvo ou precipitado.

Em avaliação visual (figura 4) observou-se que o estresse empregado sobre a amostra, com o intuito de aumentar a mobilidade das partículas antecipando assim possíveis instabilidades na formulação, não apresentou, nas rotações empregadas, nenhum tipo de alteração macroscópica nos xampus contendo óleo essencial nas concentrações de, 0,2%, 0,4% e 0,6%. (BRASIL, 2008)

A ausência de separação de fases e/ou formação de precipitado demonstra que a formulação se manteve estável, não apresentando incompatibilidades que comprometessem a qualidade do produto, que viesse a indicar a necessidade de reformulação. (BRASIL, 2004)

Figura 4: Teste de estabilidade por centrifugação, xampu óleo essencial de canela 0,2%, 0,4% e 0,6%, respectivamente.



3.3 Teste de determinação de pH.

A determinação do potencial hidrogeniônico das amostras de xampu contendo o óleo essencial de canela foi realizada com o auxílio da fita de medição de pH, no dia da formulação, após 15 e 30 dias corridos. Os valores obtidos foram os mesmos nas três amostras nos três períodos de análise. O pH obtido na fita foi de 6. Segundo Guedes, Azevedo e Falcão (2015), para que não ocorra mudanças drásticas no pH natural do cabelo, que está entre 4,6 e 5,5, o ideal é que o pH para um xampu seja entre 6,0 e 6,5. Portanto, os valores obtidos foram eficientes.

Tabela 9: Valores obtidos na análise.

Tempo (dias)	Amostras	Valor de pH obtido
t_1	0,2%	0,6 \neq
t_{15}	0,4%	0,6 \neq
t_{30}	0,6%	0,6 \neq

3.4 Teste de ação de limpeza.

O teste de ação de limpeza foi baseado nos procedimentos feitos por Guedes, Azevedo e Falcão (2015), obteve-se resultados satisfatórios sobre a eficácia da limpeza do produto produzido, apresentado a partir de pesagens durante 1, 15 e 30 dias, após as realizações dos testes das mechas de cabelo natural (M1), sujas com óleo de coco (M2), e por fim, lavadas com as amostras de xampu as concentrações com óleo essencial de canela 0,2%, 0,4% e 0,6% e secas naturalmente por 48h (M3). As pesagens obtidas nos testes estão demonstradas nas tabelas 10, 11 e 12. Como pode-se observar nos dados obtidos, a ação de limpeza do produto manteve-se estável na faixa entre 80% a 88%, não havendo dessa forma uma perda no seu potencial de limpeza.

Tabela 10: Resultado dos testes de ação de limpeza dia 1.

Amostra (%)	M1 (g)	M2 (g)	M3 (g)	Teor de Limpeza (%)
0,2	1,7301	2,3370	1,8211	85
0,4	1,7162	2,6565	1,8478	86
0,6	1,6207	2,3388	1,7069	88

Tabela 11: Resultados dos testes de ação de limpeza dia 15.

Amostra (%)	M1 (g)	M2 (g)	M3 (g)	Teor de Limpeza (%)
0,2	2,5899	2,8617	2,6388	82
0,4	2,6368	2,9681	2,6865	85
0,6	2,4946	2,6492	2,5162	86

Tabela 12: Resultados dos testes de ação limpeza dia 30.

Amostra (%)	M1 (g)	M2 (g)	M3 (g)	Teor de Limpeza (%)
0,2	1,0594	1,2185	1,0912	80
0,4	1,5404	1,7274	1,5722	83
0,6	1,2445	1,3920	1,2711	82

3.5 Teste de espuma

A análise da espuma das formulações foi realizada baseada nas adaptações de Guedes, Azevedo e Falcão (2015). As amostras de xampu foram submetidas a agitação manual e em seguida a espuma formada foi medida imediatamente e 10 minutos após agitação. O teste foi realizado no período de 1, 15 e 30 dias e em triplicata. Os resultados obtidos foram descritos na tabela 13 a seguir.

Tabela 13: Valores obtidos nas medições da espuma, dia 30.

Amostr a	Tempo (dias)	Média após agitaçã o	Média após 10min	Percentual da diminuiçã o da espuma (%)
0,2%	t ₁	7,8 cm	7,3 cm	6,4
	t ₁₅	7,0 cm	6,3 cm	10
	t ₃₀	7,1 cm	6,6 cm	7,0
0,4%	t ₁	8,3 cm	7,5 cm	9,6
	t ₁₅	8,8 cm	7,3 cm	17
	t ₃₀	7,1 cm	6,7 cm	5,6
0,6%	t ₁	8,6 cm	7,9 cm	8,1
	t ₁₅	7,1 cm	6,7 cm	5,6
	t ₃₀	8,1 cm	7,9 cm	2,5

Analisando a tabela apresentada, obtiveram-se mudanças nos valores da produção de espuma do xampu, o que segundo Guedes, Azevedo e Falcão (2015) se deve a algumas limitações da metodologia que podem ter interferido na altura da espuma, como à aplicação da força de agitação, pois tratar-se de uma metodologia manual, em que não é possível mensura a quantidade de força aplicada.

3.6 Teste microbiológico com ágar caseína soja, por profundidade.

Realizado o teste microbiológico por profundidade com o meio de cultura ágar caseína soja, conforme a adaptação da metodologia descrito por Vassoler e colaboradores (2020).

Após o período de incubação das amostras de xampu a (35°C +/- 2°C) por 24h a 48h. Não se obteve nenhum resultado do crescimento de microrganismos em nenhuma das placas com as amostras de xampu com óleo essencial 0,2%, óleo essencial 0,4%, óleo essencial 0,6%, sem conservante e com conservante pelo tempo indicado na metodologia. Por este fato, não foi possível realizar a contagens de colônias, como mostra as figuras 5, 6 e 7.

Figura 5: Teste microbiológico ágar caseína soja, por profundidade no xampu sem nenhum tipo de conservante parabens em diluições de 1:100.**Figura 6: Teste microbiológico ágar caseína soja, por profundidade no xampu com óleo essencial de canela 0,2% parabens em diluições de 1:100.****Figura 7: Teste microbiológico ágar caseína soja, por profundidade no xampu com parabens em diluições de 1:100.**

3.7 Teste microbiológico com ágar CLED, por superfície.

Conforme a adaptação da metodologia descrita por Vieira e colaboradores (2017). Realizado o teste microbiológico por superfície

com o ágar CLED, sem as diluições das amostras de xampu, com o objetivo de diferentes resultados do primeiro teste microbiológico. Durante o período de incubação de 24h por 48h na temperatura de (35°C +/- 2°C), o meio de cultura sofreu ressecamento, fazendo com que encolhesse dentro da placa de Petri. Assim como o teste anterior com o método de profundidade, em nenhuma das amostras (com óleo essencial 0,2%, óleo essencial 0,4%, óleo essencial 0,6%, sem conservante e com conservante) não se obteve o crescimento de nenhum tipo de microrganismo, resultando em uma impossível contagem de colônias, como pode ser visto nas figuras 8, 9 e 10.

Figura 8: Teste microbiológico com ágar CLED, por superfície no xampu sem conservante.

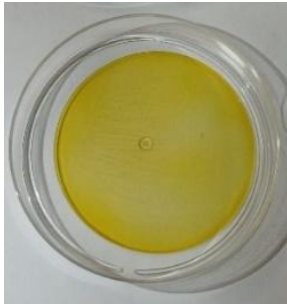


Figura 9: Teste microbiológico com Ágar CLED, por superfície no xampu, com óleo essencial 0,2%.

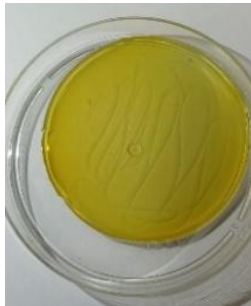


Figura 10: Teste microbiológico com ágar CLED, por superfície no xampu, com óleo essencial 0,4%.



3.8 Teste microbiológico com tryptic soy ágar (TSA)

Após os resultados não satisfatório obtidos na seção 3.1 e 3.2, mais um ensaio microbiológico, em outras condições, foi aplicado para a investigação das propriedades antimicrobiológicas do xampu com o óleo essencial de canela.

Para esse teste foi utilizado duas amostras: xampu sem conservante (controle negativo) e xampu com 0,6% do óleo essencial. Os resultados obtidos podem ser observados nas figuras 11 e 12.

Figura 11: Teste microbiológico com TSA por profundidade: xampu sem conservante.

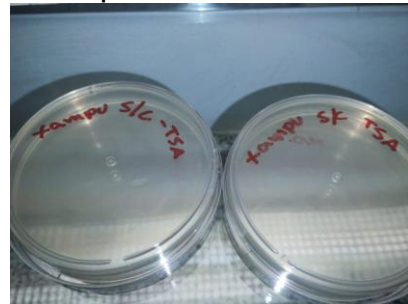


Figura 12: Teste microbiológico com TSA por profundidade: xampu com óleo essencial de canela a 0,6%.



Com base nos dados obtidos, não ocorreu o crescimento microbiológico tanto para investigação microbiológica com TSA como para os testes microbiológicos anteriores. Uma possível explicação levantada seria a interferência de componentes nos xampus formulados, que estaria atuando também como conservante, sendo eles o ácido cítrico e/ou o extrato de *aloe vera*.

O ácido cítrico, responsável por deixar o pH mais baixo em formulações cosméticas, possui propriedades antioxidantes e antimicrobiológicas, potencializando a eficácia dos conservantes (BEROVIC; LEGISA, 2007; MOTTA, 2013).

Quanto a *aloe vera*, embora forneça o efeito hidratante no xampu, segundo a literatura, também apresenta atividades antineoplásica, antimicrobiana, anti-inflamatória e

imunomodulatória (FREITAS; RODRIGUES; GASPI, 2014).

Sendo assim, ambos componentes possuem grandes potenciais para atuar como conservante na formulação do xampu.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Foram produzidos xampus com o óleo essencial de canela, afim de serem realizados os experimentos propostos, para os estudos de estabilidade organoléptica, físico-química e microbiológica. Através dos resultados obtidos, não foram identificadas alterações significativas que indicassem instabilidade entre os componentes das formulações, aos quais pudessem vir a colocar em risco a saúde do consumidor, conforme determina o regulador sanitário brasileiro, determinou-se que as formulações de xampus produzidas obtiveram uma eficiência positiva nos âmbitos qualitativos, mostrando boa estabilidade e detergência, além de aspectos visuais e olfativos positivos durante todo o período de análise.

Após a aplicação dos testes microbiológicos não se obtiveram resultados passíveis de contagem de Unidade de formação de colônias (UFC) conforme determina a metodologia. Dessa forma, levantou-se a hipótese que este impedimento poderia ser por conta da interferência de dois componentes da formulação: ácido cítrico e *aloe vera*, devido suas propriedades antimicrobiológicas.

Embora não foi possível verificar a eficiência do óleo de canela como agente conservante, foi possível obter uma formulação eficiente de xampu com óleo de canela, livre de parabens.

5 PERSPECTIVAS

Como perspectivas futuras, deixamos como recomendação a produção de formulações sem os ingredientes interferentes, para que assim se faça possível uma análise anti-microbiológica mais completa com resultados definitivos e um estudo da ação antioxidante do óleo essencial de canela em xampu.

6 AGRADECIMENTOS

Agradecemos a Deus, primeiramente, que nos deu forças para concluir mais essa etapa em nossas vidas. A nossa orientadora Profa. Dra. Aline Ramos, e ao Prof. Dr. Fábio Rizzo.

Aos professores Dr. Alexandre Barros, Especialista Thais Taciano, Me. Márcia Silva, Dr.

Klauss Engelmann e todos os docentes que com muita paciência e dedicação, nos ensinaram não somente o conteúdo programado, mas também o sentido de persistência e, sempre observar pela ótica da ciência.

A instituição ETEC Irmã Agostina que nos proporcionou a estrutura para a realização de todos os experimentos necessários a conclusão do nosso TCC.

A todos os amigos que direta e indiretamente contribuíram com uma participação valiosa durante toda a jornada, os nossos mais sinceros agradecimentos, mas alguns nomes não poderiam deixar de ser mencionados, como Ketyllin, Andreza, Gabriel e Renan e principalmente Giovanna Procópio.

Gostaríamos de encerrar com uma frase que ouvimos muito durante toda essa trajetória: "Na ciência um resultado não esperado também é resultado."

REFERÊNCIAS

BEROVIC, M., LEGISA, M. **Citric acid production**. Biotechnology annual review, 2007, 13: 303-343.

BRASIL - Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). **Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos**. 2ª.ed. Brasília: Editora Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2008.

BRASIL - Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. 1ª.ed. Brasília: Editora Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2004.

BIZ, M. O que você precisa saber sobre a canela. **Veja Saúde**. Disponível em: <https://saude.abril.com.br/alimentacao/o-que-voce-precisa-saber-sobre-acanela>, Acesso em: 12 de set. 2022

CORRÊA, M. A.; **Cosmetologia: Ciência e Técnica**. São Paulo: Livraria e Edição Medfarma, 2012. p. 196.

CORREIA, F. A. B. et al. **Cinnamomum cassia (Canela da China): Planta Medicinal com muitas atividades farmacológicas**. Ponta Grossa: Atena Editora, 2020.

DARBRE, P. D. et al. Concentrations of parabens in human breast tumours. **Journal of Applied Toxicology: An International Journal**, v. 24, n. 1, p. 5-13, 2004.

FIGUEIREDO, C. S. S. S.; OLIVEIRA, P. V.; SAMINEZ, W. F. S.; DINIZ, R. M.; RODRIGUES, J. F. S.; SILVA, M. S. M.; SILVA, L. C. N.; GRISOTTO, M. A. G. Óleo essencial da Canela (Cinnamaldealdo) e suas aplicações biológicas. **Revista de Investigação Biomédica**, v. 10, n. 3, p. 193- 195. Artigo de Revisão, maio 2018.

FREITAS, V. S.; RODRIGUES, R. A. F.; GASPI, F. O. G. Propriedades farmacológicas da Aloe vera (L.) Burm. f. **Revista brasileira de plantas medicinais**, 2014, 16: 299-307.

GUEDES, J. M.: AZEVEDO, M. G. B.; FALCÃO, J. S. A. Análise da estabilidade de xampus contendo pantenol e vitamina a utilizados para o crescimento dos fios capilares. **EDUCAÇÃO CIÊNCIA E SAÚDE**, Curitiba, v.2, n.1, p.117-136, jan. 2015.

HOPPE, A. C.; PAIS, M. C. N. Avaliação da toxicidade de parabenos em cosméticos. **Revinter**, v. 10, n. 03, p. 49-70, out. 2017.

LOURENÇO, F. **TESTE DE EFICÁCIA DE CONSERVANTES DE MEDICAMENTOS E COSMÉTICOS**. São Paulo. Outubro de 2016. Apresentação em Microsoft PowerPoint. 40 slides, color, e disciplinas-USP. Disponível em: https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/2211766/mod_resource/content/1/Efic%C3%A1cia%20de%20Conservantes.pdf. Acesso em: 13 jun. 2023

MOTTA, E. S. **Adição de ácido láctico e ácido cítrico com conservantes da carne mecanicamente separada**, 2013. Trabalho de conclusão de curso em tecnologia dos Alimentos. Universidade Tecnológica Federal do Paraná-UTFPR, Francisco Beltrão, 2013.

QUERINO, E. T. S.; SILVA, R. P. **Análise Dos Riscos à Saúde, Dos Parabenos Em Cosméticos**. Repositório Universidade Federal Rural do Semi-Arido – UFERSA. Mossoró, 2018

SANTOS, J. M. D., **Desenvolvimento de xampu á base de extrato glicólico de Hamamelis virginiana L. para auxiliar no tratamento da oleosidade capilar e na prevenção do acometimento de caspas**, 2017. Monografia para Bacharel em farmácia – FASF, Luz, Minas Gerais.

SPADOTO, M., **Avaliação dos efeitos dos parabenos sobre organismos aquáticos e comparação de sensibilidade de espécies**, 2017. Pós Graduação em Ciências da Engenharia Ambiental – Universidade de São Carlos, São Paulo, 2017.

VASSOLER, M. et al. Microbiological Contamination of In-Store Lipstick Testers Available to the Consume. **Revista O Mundo da Saúde**, 44 (33), 261–268, 2020.

VIEIRA, I. B., MOREIRA, A. C.; FRIZZO, M. N. Análise microbiológica em formulações de xampu: O controle da qualidade em produtos com e sem conservantes. **Revista Contexto & Saúde**, 17 (33), 132–145, 2017.