

CENTRO ESTADUAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA PAULA SOUZA
FACULDADE DE TECNOLOGIA DE CAMPINAS
CURSO SUPERIOR DE TECNOLOGIA EM **PROCESSOS QUÍMICOS**

LARISSA OLIVEIRA DA SILVA
MANUELA LUÍSA NUNES SILVA
NICOLAS DANIEL DE CAMPOS MENDES

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE EMULSÃO COSMÉTICA
CONTENDO EXTRATO DA POLPA DE CAFÉ**

CAMPINAS/SP

2024

CENTRO ESTADUAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA PAULA SOUZA
FACULDADE DE TECNOLOGIA DE CAMPINAS
CURSO SUPERIOR DE TECNOLOGIA EM **PROCESSOS QUÍMICOS**

LARISSA OLIVEIRA DA SILVA
MANUELA LUÍSA NUNES SILVA
NICOLAS DANIEL DE CAMPOS MENDES

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE EMULSÃO COSMÉTICA
CONTENDO EXTRATO DA POLPA DE CAFÉ**

Trabalho de Graduação apresentado por
**Larissa Oliveira da Silva, Manuela Luísa
Nunes Silva e Nicolas Daniel de Campos
Mendes**, como pré-requisito para a conclusão do
Curso Superior de Tecnologia em **Processos
Químicos**, da Faculdade de Tecnologia de
Campinas, elaborado sob a orientação da Prof.
Dra. Juliana Pedrilho Foltin e coorientação da
Dra. Gisele Anne Camargo

CAMPINAS/SP

2024

FICHA CATALOGRÁFICA
CEETEPS - FATEC Campinas - Biblioteca

S586a

SILVA, Manuela Luísa Nunes

Avaliação da estabilidade da emulsão cosmética contendo o extrato da polpa de café. Manuela Luísa Nunes Silva, Larissa Oliveira da Silva e Nicolas Daniel de Campos Mendes. Campinas, 2024.
28 p.; 30 cm.

Trabalho de Graduação do Curso de Processos Químicos
Faculdade de Tecnologia de Campinas.

Orientador: Profa. Dra. Juliana Pedrilho Foltin.

1. Compostos fenólicos. 2. Sustentabilidade. 3. Indústria cosmética.
4. Solventes verdes. I. Autor. II. Faculdade de Tecnologia de
Campinas. III. Título.

CDD 668.9

Catálogo-na-fonte: Bibliotecária: Aparecida Stradiotto Mendes – CRB8/6553

TG PQ 24.2

Larissa Oliveira da Silva
Manuela Luisa Nunes Silva
Nicolas Daniel de Campos Mendes

**Avaliação da estabilidade de emulsão cosmética contendo
extrato de polpa de café**

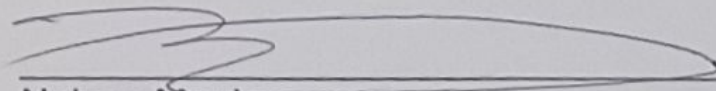
Trabalho de Graduação apresentado como
exigência parcial para obtenção do título de
Tecnólogo em Processos Químicos, pelo
CEETEPS / Faculdade de Tecnologia – Fatec
Campinas.

Campinas, 06 de dezembro de 2024.

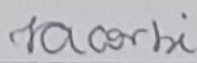
BANCA EXAMINADORA



Juliana Danto Duarte
Fatec Campinas



Nelson Maniasso
Fatec Campinas



Fabiana Cristina Andrade Corbi
Fatec Campinas

AGRADECIMENTOS

Gostaríamos de agradecer primeiramente a Deus por nos proporcionar realizar esse trabalho de graduação mesmo com todas as dificuldades, nossas famílias que sempre nos proveram suporte emocional e financeiro e que nos proporcionaram estar aqui.

Agradecemos também nossas orientadoras Dra Juliana Foltin e Dra. Gisele Camargo por nos ajudarem com seus conhecimentos que foram necessários para o desenvolvimento deste trabalho.

Nosso obrigado as instituições: o Centro Paula Souza (CPS), a Faculdade de Tecnologia de Campinas (FATEC Campinas), ao Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL) e ao Instituto Agrônomo de Campinas (IAC) por disponibilizarem suas instalações e no caso do IAC a matéria prima chave deste trabalho, a polpa de café.

Dessas instituições temos agradecimentos especiais a Dra. Julieta Almeida e Me. Maria Bernadete Silvarolla (IAC), e a Me. Fabiola Toti (Fruthotec/ITAL).

RESUMO

Em um mundo cuja busca por sustentabilidade vem aumentando cada vez mais, o reaproveitamento de subprodutos da cadeia agrícola, tais como a polpa de café, tem se mostrado crucial no desenvolvimento de novos produtos. A polpa de café, uma matéria prima subutilizada, mas rica em compostos bioativos com propriedades antioxidantes, demonstrou em diversos estudos seu potencial para uso na indústria de forma geral. Um uso comum desse material é a extração de compostos bioativos. No entanto, a escolha do solvente é uma preocupação, pois muitos são altamente tóxicos. Mesmo o álcool, considerado uma alternativa mais sustentável, precisa ser removido do extrato, o que aumenta o consumo energético e gera resíduos. Além disso, há o risco de resíduos solventes permanecerem no produto. Uma solução para esse problema é o uso de solventes “ready-to-use”, cuja baixa toxicidade permite a aplicação direta do extrato no produto, eliminando a necessidade de etapas adicionais de purificação. O propilenoglicol é um ingrediente cosmético cuja utilização como solvente verde vem sendo estudada, com isso o objetivo desse estudo foi determinar a estabilidade de uma emulsão cosmética adicionada do extrato de polpa de café. O extrato foi preparado obtendo uma concentração de 5,61 mg EAG/g de compostos fenólicos, que foi realizado no Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL). Para o teste de estabilidade foram preparadas duas amostras chamadas: 1 (adicionada do extrato) e 2 (sem extrato) que foram armazenadas em temperaturas diferentes (5°C, ambiente sem controle de temperatura e 40°C) por 3 semanas com períodos de repouso. Estas amostras foram analisadas quanto ao seu pH e características organolépticas, demonstrando uma boa estabilidade sem que ocorresse a separação de fases, processos oxidativos e alterações na faixa de pH iniciais, que foi realizado na Faculdade de Tecnologia de Campinas (FATEC Campinas). Demonstrando que a preparação de uma emulsão contendo esse extrato pode ser viável.

Palavras-chave: Compostos Fenólicos; Sustentabilidade; Industrias cosmética; Solventes verdes.

ABSTRACT

In a world where the search for sustainability is increasing, the reuse of by-products from the agricultural chain, such as coffee pulp, has proved crucial in the development of new products. Coffee pulp, an underutilized raw material but rich in bioactive compounds with antioxidant properties, has demonstrated its potential for use in industry in general in several studies. A common use for this material is the extraction of bioactive compounds. However, the choice of solvent is a concern, as many are highly toxic. Even alcohol, considered a more sustainable alternative, needs to be removed from the extract, which increases energy consumption and generates waste. In addition, there is a risk of solvent residues remaining in the product. One solution to this problem is the use of ready-to-use solvents, whose low toxicity allows the extract to be applied directly to the product, eliminating the need for additional purification steps. Propylene glycol is a cosmetic ingredient whose use as a green solvent has been studied, so the aim of this study was to determine the stability of a cosmetic emulsion with coffee pulp extract added. The extract was prepared with a concentration of 5.61 mg EAG/g of phenolic compounds. For the stability test, two samples were prepared: 1 (added extract) and 2 (without extract) which were stored at different temperatures (5°C, ambient without temperature control, 40°C) for 3 weeks with rest periods. These samples were analyzed for their pH and organoleptic characteristics, showing good stability without phase separation, oxidative processes or changes in the initial pH range. Demonstrating that the preparation of an emulsion containing this extract may be viable.

Keywords: Phenolic Compounds; Sustainability; Cosmetic Industry; Green Solvents.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Compostos bioativos presentes no café (A) Cafeína, (B) Trigonelina e (C) Acido clorogênico.....	9
Figura 2 - Estrutura química do propilenoglicol	10
Figura 3 - Fluxograma do Processo de Extração e Aplicação de Extrato em Formulação Cosmética.	13
Figura 4 - Polpa de café em secador de bandejas com temperatura controlada	14
Figura 5 - Moinho granulador Treu utilizado para triturar a polpa seca de café.....	15
Figura 6 - Polpa de café seca e moída.....	15
Figura 7 - Obtenção dos extratos	16
Figura 8 – Curva padrão de ácido gálico com absorbância nas diferentes concentrações	20
Figura 9 – Emulsões prontas, fracionadas e condicionadas em potes de vidro com tampa	21

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Curva de padrão de ácido gálico para quantificação de fenóis.....	15
Tabela 2 – Lista de ingredientes para preparo da formulação cosmética com suas quantidades e respectivas funções.....	15
Tabela 3 – Condições de armazenagem das amostras durante o teste de estabilidade preliminar quanto a temperatura.....	17
Tabela 4 – Resultados de concentração de fenólicos totais em equivalente de ácido gálico para triplicata.....	18
Tabela 5 – Resultados de concentração de fenólicos totais em equivalente de ácido gálico para triplicata.....	19
Tabela 6 – Avaliação da estabilidade durante o período de teste.....	20

LISTA DE ABREVIACES

PG	Propilenoglicol
EAG	Equivalente de cido glico

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	8
1.1	CONTEXTUALIZAÇÃO	8
1.2	JUSTIFICATIVA	8
1.3	OBJETIVOS	8
1.3.1	Gerais.....	8
1.3.2	Específicos	8
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	9
2.1	UTILIZAÇÃO DE SUBPRODUTOS DA CADEIA AGRÍCOLA.....	9
2.1.1	Definição.....	9
2.2	POLPA DE CAFÉ	9
2.2.1	Definição, possíveis aplicações e desafios	9
2.3	PROPILENOGLICOL.....	10
2.3.1	Definição.....	10
2.3.2	Onde é utilizado e sua função como intensificador de penetração.....	10
2.3.3	Segurança do produto	11
2.4	EMULSÕES COSMÉTICAS	11
2.4.1	Definição.....	11
2.4.2	Testes de estabilidade.....	11
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	13
3.1	POLPA DE CAFÉ	13
3.2	EXTRAÇÃO DOS COMPOSTOS FENÓLICOS.....	13
3.2.1	Preparo da polpa de café	13
3.2.2	Extração assistida por ultrassom	15
3.3	QUANTIFICAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS	16
3.3.1	Preparo da solução de carbonato de sódio (Na_2CO_3).....	16
3.3.2	Preparo da solução mãe de ácido gálico	16
3.3.3	Preparo da curva de calibração e amostra.....	16
3.4	PREPARAÇÃO DA EMULSÃO COSMÉTICA, INCORPORAÇÃO E ANÁLISE DE ESTABILIDADE.....	17
3.4.1	Preparação da emulsão e incorporação do extrato	17
3.5	ANÁLISE DE ESTABILIDADE	18
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	20
4.1	PRESENÇA E QUANTIFICAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS NO EXTRATO ...	20
4.2	ANÁLISE DA ESTABILIDADE DA EMULSÃO.....	21

5	CONCLUSÃO	24
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	25

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO

Atualmente o mundo está em uma busca por sustentabilidade, com isso se faz necessário o melhor aproveitamento dos subprodutos de todas as cadeias produtivas, inclusive a agrícola, visando reduzir o desperdício, contribuir para a economia circular e fechar o ciclo de recursos.

Desta maneira, um dos resíduos que pode ser utilizado devido a sua possibilidade de extração de compostos bioativos é a polpa de café, que traz uma grande quantidade de compostos bioativos, tais como os polifenóis com características antioxidantes que são de interesse das indústrias alimentícia, cosmética e farmacêutica.

1.2 JUSTIFICATIVA

Um dos desafios da extração e utilização desses compostos bioativos é a escolha do solvente adequado. O álcool é dos solventes menos agressivos ao meio ambiente o mais utilizado, porém seu uso direto em produtos não é recomendado, sendo necessária uma etapa de evaporação que em caso de compostos termo sensíveis não é interessante.

Diversos estudos têm sido elaborados nos últimos anos com alternativas verdes a extração hidroalcoólica com diversos compostos, entre eles temos o propilenoglicol, um poliol que já é amplamente utilizado na indústria cosmética, o que pode viabilizar o uso do extrato utilizando o mesmo como solvente de maneira direta.

Para que esse extrato possa ser utilizado em cosméticos de maneira direta são necessários estudos de estabilidade tanto da formulação quanto dos compostos extraídos assim como suas características iniciais.

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Gerais

- Avaliar a estabilidade de uma emulsão cosmética contendo extrato de polpa de café utilizando propilenoglicol como solvente e veículo.

1.3.2 Específicos

- Produção do extrato utilizando propilenoglicol como solvente;
- Caracterização do extrato produzido quanto a compostos fenólicos totais;
- Desenvolvimento da formulação e produção da emulsão cosmética;

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 UTILIZAÇÃO DE SUBPRODUTOS DA CADEIA AGRÍCOLA

2.1.1 Definição

Durante todo o processo da cadeia produtiva de um determinado produto agrícola existem resíduos que são gerados e conhecidos como subprodutos da cadeia, por muito tempo esses materiais não recebiam a devida atenção e significavam somente uma perda de recursos produtivos, porém hoje com o aumento da demanda da sustentabilidade e estudos atestando esses subprodutos como possíveis matérias primas de biomoléculas de alto valor biológico, são necessários desenvolvimento e a aprimoração de técnicas para o aproveitamento desses resíduos (Sagar *et al.*, 2018).

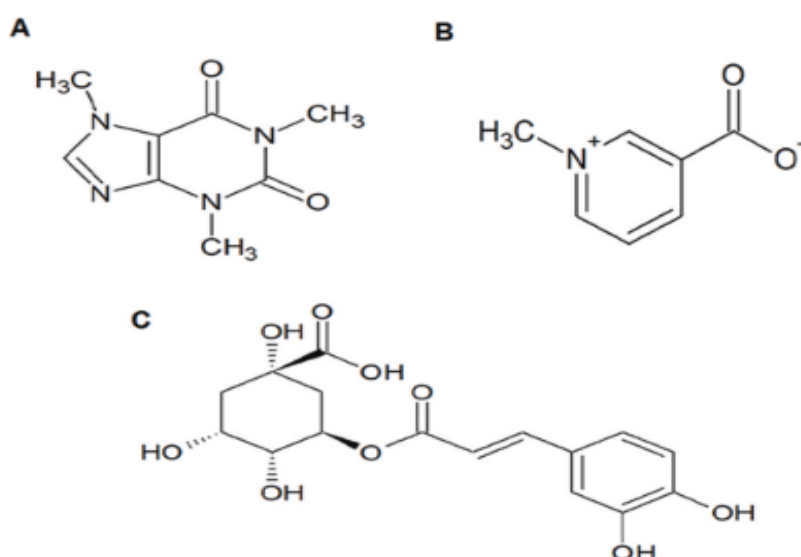
2.2 POLPA DE CAFÉ

2.2.1 Definição, possíveis aplicações e desafios

O café é uma das commodities mais importantes do mundo, sua importância econômica se dá principalmente pela bebida produzida pelos grãos, que são obtidos através do processo de despulpamento dos frutos de café, quando esse despulpamento é feito por via úmida origina o que chamamos de polpa de café, um subproduto rico em compostos fitoquímicos de interesse industrial (Esquivel; Jiménez, 2012).

Esse subproduto possui diversos compostos bioativos, tais como a Cafeína, a Trigonelina e os Ácidos clorogênicos representados na Figura 1, estes são conhecidos por sua alta atividade antioxidante e por isso a produção de extratos provenientes da polpa de café tem ganhado interesse tanto pela indústria alimentícia como aditivo quanto pela indústria cosmética como ingrediente ativo (Geremu; Tola; Sualeh, 2016).

Figura 1 – Compostos bioativos presentes no café (A) Cafeína, (B) Trigonelina e (C) Acido clorogênico



Fonte: SANTOS et al. (2021)

Dentre os desafios do uso do extrato da polpa estão a falta de estudos quanto a sua toxicidade, possível contaminação por micotoxinas e deterioração por microrganismos, mas apesar disso, a polpa do café tem grande potencial no desenvolvimento de formulações tópicas (Santos *et al.*, 2021).

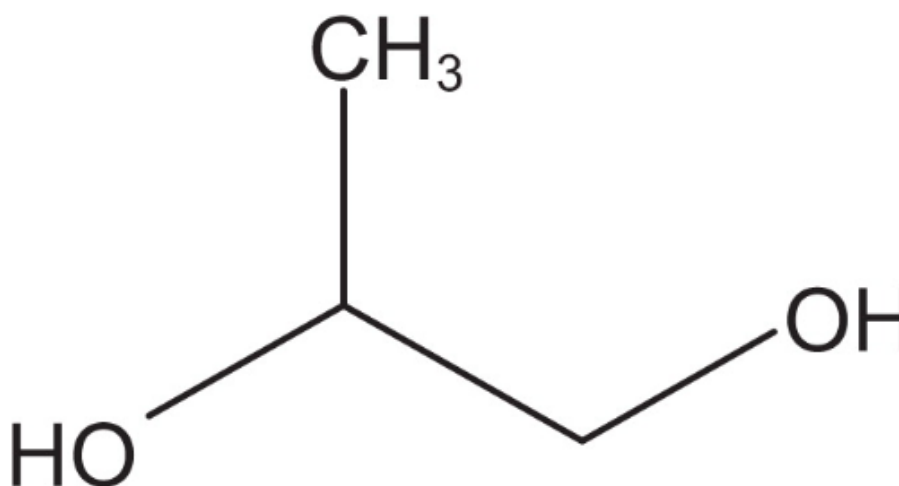
Algumas aplicações em formulações cosméticas tópicas de diferentes extratos foram experimentadas entre elas uma emulsão branca com uma boa aceitação (Struciatti Garcia *et al.*, 2021) e uma loção que demonstrou um bom potencial antioxidante (Widiputri; Wijaya; Kusumocahyo, 2020) ambas as formulações apresentaram uma boa estabilidade.

2.3 PROPILENOGLICOL

2.3.1 Definição

O propilenoglicol (PG) ou propano-1,2-diol (Figura 2) é um álcool, produzido pela hidratação do óxido de propileno, com processos não catalíticos utilizando altas temperaturas, podendo também ser obtido por meio do glicerol, ele é quimicamente estável em condições normais e se apresenta como um líquido claro, incolor, inodoro e viscoso a temperatura ambiente, possui sabor doce e relativamente amargo (Fiume *et al.*, 2012).

Figura 2 – Estrutura química do propilenoglicol



Fonte: Fiume *et al.* (2012)

2.3.2 Onde é utilizado e sua função como intensificador de penetração

Sua utilização se dá nas indústrias cosméticas, farmacêutica e de alimentos, como veículo e solvente para substância instáveis ou insolúveis em água, e agente anticongelante, emulsificante, emoliente e umectante (Fiume *et al.*, 2012).

Além dessas características, o propilenoglicol foi descrito como um intensificador de penetração que atua através de múltiplos mecanismos para melhorar a via transdérmica de entrega. Esses mecanismos incluem a modificação da organização lipídica do estrato córneo, tornando-o mais permeável, e a extração de lipídios estruturais essenciais, o que compromete sua função de barreira. Além disso, o propilenoglicol pode interagir diretamente com as proteínas da camada córnea, levando à desorganização da matriz lipídica e à maior absorção

de ativos. Em concentrações elevadas ou aplicações repetidas, o PG pode ainda causar a remoção excessiva de água da pele, resultando em ressecamento e microfissuras, que também contribuem para a perda da função protetora da barreira cutânea (Fiume et al., 2012).

2.3.3 Segurança do produto

Cerca de 10% das pessoas podem apresentar irritação cutânea ao entrar em contato com o propilenoglicol, enquanto 2% dos indivíduos com dermatite podem desenvolver reações alérgicas (Fiume et al., 2012). Essa sensibilidade é caracterizada por eritema, prurido e, em casos mais graves, dermatite de contato alérgica. Além disso, testes de irritação cutânea realizados com diferentes formulações de desodorantes contendo entre 35% e 73% de propilenoglicol mostraram que a maioria dos produtos não induziu irritação significativa em estudos de uso por 30 dias (Fiume et al., 2012). Apesar da possibilidade de irritação, o Cosmetic Ingredient Review (CIR) concluiu que o propilenoglicol é seguro para uso cosmético quando formulado para minimizar esses efeitos. (Fiume et al., 2012).

2.4 EMULSÕES COSMÉTICAS

2.4.1 Definição

As emulsões são misturas de duas ou mais substâncias imiscíveis compostas geralmente por uma fase aquosa e uma oleosa que são estabilizadas por adição de um emulsionante que é uma substância que compartilha características com as duas fases, elas podem ser classificadas de acordo com sua composição sendo normalmente água em óleo, óleo em água, gel aquoso e silicone em água (Barel; Paye; Maibach, 2001)

2.4.2 Testes de estabilidade

Segundo uma monografia da International Federation of Societies of Cosmetic Chemists – IFSCC (1993) o objetivo de um teste de estabilidade é determinar o período durante o qual um produto permanece conforme com sua especificação original quando armazenado em condições de mercado.

As características da formulação que podem ser avaliadas dependem do produto que está sendo formulado, mas em geral, são avaliados as características organolépticas, viscosidade, valor de pH e o ponto de fusão através de ensaios de estabilidade preliminar ou acelerada (ANVISA, 2004)

Com o tempo, as emulsões tendem a se separar novamente, pois, segundo a Segunda Lei da Termodinâmica, são sistemas instáveis. Isso ocorre porque a separação das fases reduz a energia livre do sistema, tornando-o mais termodinamicamente favorável. Os principais mecanismos responsáveis por essa desestabilização são a floculação, a sedimentação e a coalescência (Barel; Paye; Maibach, 2001).

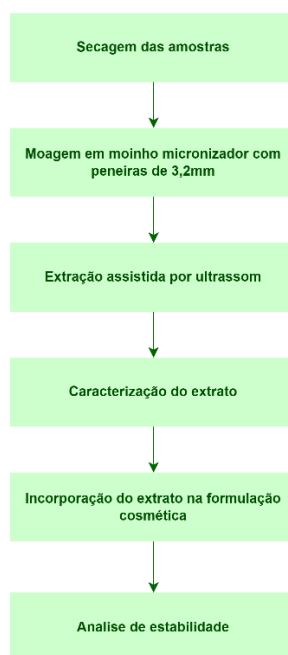
Dentre os fatores que afetam essa estabilidade, tanto em emulsões quanto em formulações em geral, estão os extrínsecos, determinados por fatores externos, e os intrínsecos, ligados aos componentes da formulação. Fatores extrínsecos, como temperatura, luz e umidade, podem acelerar a degradação e a separação das fases. Já os intrínsecos envolvem características da formulação, como a escolha dos emulsificantes e a proporção dos ingredientes, que influenciam diretamente a estabilidade. Assim, qualquer mudança na

formulação ou na embalagem pode levar a problemas de estabilidade, como separação de fases ou perda de eficácia do produto (ANVISA, 2004).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o desenvolvimento deste trabalho, foram realizadas quatro etapas principais, sendo que a extração dos compostos fenólicos da polpa de café utilizando propilenoglicol e a quantificação dos compostos fenólicos extraídos foram feitas no Centro de Tecnologia de Frutas e Hortaliças (Fruthotec) do Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL) e a preparação, incorporação e análise de estabilidade do extrato em uma emulsão cosmética simples foram feitas na Fatec Campinas. As etapas desse trabalho estão descritas na Figura 3.

Figura 3 – Fluxograma do Processo de Extração e Aplicação de Extrato em Formulação Cosmética.



Fonte: Própria

3.1 POLPA DE CAFÉ

A polpa de café da espécie *Coffea arábica* ‘mundo novo’ foi obtida no campo experimental do Instituto Agrônomo de Campinas (IAC) na Fazenda Santa Elisa, os frutos foram colhidos manualmente e submetidos a despulpamento por via úmida.

3.2 EXTRAÇÃO DOS COMPOSTOS FENÓLICOS

Para a extração dos compostos fenólicos utilizou-se uma metodologia baseada em (Myo; Khat-Udomkiri, 2022) com algumas modificações.

3.2.1 Preparo da polpa de café

A polpa de café foi seca na planta piloto do Centro de Tecnologia de Frutas e Hortaliças (Fruthotec) no Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL) utilizando um Secador

de bandejas - Proctor & Schwartz K13964 em uma temperatura controlada de 55 °C por aproximadamente 6 horas, conforme Figura 4.

Figura 4 – Polpa de café em secador de bandejas com temperatura controlada.



Fonte: Própria

Com a polpa seca, levou-se o material a um moinho granulador da marca Treu (Figura 5) com peneiras de 3,2 mm para a obtenção de um pó fino (Figura 6) que foi congelado em freezer vertical programado em uma temperatura de -22 °C até posterior uso.

Figura 5 – Moinho granulador Treu utilizado para triturar a polpa seca de café.



Fonte: Própria

Figura 6 – Polpa de café seca e moída



Fonte: Própria

3.2.2 Extração assistida por ultrassom

Para a produção dos extratos, pesou-se aproximadamente 11,25 g do pó de polpa de café obtido na etapa anterior em balões de 250 mL, utilizando uma balança analítica (Shimadzu). Em seguida, os balões foram preenchidos com uma solução de propilenoglicol:água a 50% e levados ao banho ultrassônico (Unique USC-1400) por 7 minutos.

Após o banho ultrassônico, os extratos foram levados para um agitador orbital em temperatura ambiente para maceração por 30 minutos. Na sequência, realizou-se a filtração a vácuo e o extrato filtrado foi armazenado em sacos plásticos dentro de um freezer vertical.

Figura 7 –Obtenção dos extratos



Fonte: Própria

3.3 QUANTIFICAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS

A determinação de compostos fenólicos presentes no extrato foi analisada através de espectrofotometria-UV Vis utilizando o método de Folin-Ciocalteu e uma curva padrão de ácido gálico, conforme metodologia padrão utilizada pelo Fruthotec (ITAL).

3.3.1 Preparo da solução de carbonato de sódio (Na_2CO_3)

Para o preparo dessa solução, 35,0062 g de carbonato de sódio foram pesados e transferidos para um balão volumétrico de 500 mL com água destilada. Em seguida, o balão foi levado ao banho ultrassônico para garantir a dissolução completa do carbonato.

3.3.2 Preparo da solução estoque de ácido gálico

Foram pesados $0,1 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de ácido gálico em balança analítica, essa massa de ácido gálico foi diluída com água utilizando um balão volumétrico de 50 mL.

3.3.3 Preparo da curva de calibração e amostra

A curva de calibração ou curva padrão foi preparada utilizando-se de balões volumétricos de 10 mL e 25 mL com 5 concentrações finais diferentes de ácido gálico, descritas na Tabela 1.

Tabela 1 – Curva de concentração de ácido gálico e leituras de absorbâncias

Padrão	Solução de Ácido Gálico (mL)	Balão utilizado para diluição (mL)	Concentração final (µg/mL)
P1	1,0	25	40
P2	2,0	25	80
P3	3,0	25	120
P4	4,0	25	160
P5	5,0	10	200

Fonte: Própria

Foram pipetados 1 mL tanto das soluções padrões, quanto da amostra, esta última sendo feita em triplicata e adicionadas de 9mL de água destilada em tubos de ensaio, devidamente identificados.

Para a leitura todos os tubos foram adicionados 1 mL do reagente de Folin-Ciocalteu e mantidos em repouso por 5 minutos. Após esse tempo pipetou-se 10mL da solução de carbonato de sódio 7% e mais 4 mL de água destilada.

Os tubos foram levados a um agitador de tubos (Phoenix HS22) para homogeneização por 20 segundos e deixados em repouso ao abrigo da luz e em temperatura ambiente por 90 minutos.

A leitura no espectrofotômetro (Agilent) ocorreu a 750 nm, com o aparelho devidamente calibrado utilizando o branco, a regressão linear da curva e o resultado de concentração foram obtidos com o software Microsoft Excel.

3.4 PREPARAÇÃO DA EMULSÃO COSMÉTICA, INCORPORAÇÃO E ANÁLISE DE ESTABILIDADE

Esse trabalho utilizou o conceito de grupo de controle, ou seja, foram preparadas duas emulsões com a mesma formula variando somente a presença ou não do extrato.

3.4.1 Preparação da emulsão e incorporação do extrato

A formulação cosmética elaborada foi um creme óleo em água (o/w) que seguiu a estrutura básica descrita por (Barel; Paye; Maibach, 2001) para emulsões com ingredientes selecionados pelos autores deste trabalho conforme Tabela 2.

Tabela 2 – Lista de ingredientes para preparo da formulação cosmética com suas quantidades e respectivas funções

Fase Aquosa		
Ingrediente	Quantidade	Função na formulação
Água destilada	q.s.p.	Veículo
Glicerina	5%	Umectante
Goma Xantana	0,2%	Espessante
EDTA	0,1%	Quelante
Fase Oleosa		

Ingrediente	Quantidade	Função na formulação
TGACC (Triglicerídeos de ácido cáprico e caprílico)	5%	Emoliente
Álcool Cetoestearílico	4%	Emulsionante secundário e agente de consistência
Álcool Cetoestearílico etoxilado (Cetareth-20)	2%	Emulsionante
Fase Termolábil		
Ingrediente	Quantidade	Função na formulação
Geogard® 221	0,3%	Conservante
Extrato	5%	Ingrediente Ativo

Fonte: Própria

Para o preparo da fase aquosa, a goma xantana foi incorporada e misturada na glicerina até que uma pasta homogênea fosse formada, essa pasta e o EDTA foram então adicionados na água destilada que estava sob agitação para incorporação deles.

A fase oleosa foi pesada e aquecida juntamente com a fase aquosa em uma temperatura de aproximadamente 70 °C visando o derretimento das ceras.

Após o derretimento das ceras foi feita a mistura da fase aquosa com a fase líquida em um sistema de agitação sem aquecimento visando a incorporação e recristalização das ceras, que agora estavam emulsionadas dentro da fase aquosa.

Após a temperatura da emulsão baixar para 55 °C o conservante e o extrato foram adicionados e mantidos sob agitação por mais alguns minutos, após isso e completo resfriamento até a temperatura ambiente, a emulsão foi adicionada em frascos, analisada quanto seu pH e suas características organolépticas (aspecto, cor e odor) iniciais e levada para o teste de estabilidade.

3.5 ANÁLISE DE ESTABILIDADE

A estabilidade foi avaliada por meio de uma metodologia adaptada do Manual de Estabilidade de Cosméticos da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2004), devido às limitações técnicas.

Para o experimento, foram preparadas duas emulsões: a emulsão 1, contendo o extrato, e a emulsão 2, sem o extrato. O pH foi aferido utilizando um medidor de pH de bancada (LUCA-210), e três alíquotas de cada amostra foram armazenadas em frascos de vidro com tampa, conforme descrito na Tabela 3. As amostras foram submetidas a repouso em temperatura ambiente ao final de cada semana na Fatec Campinas.

Tabela 3 – Condições de armazenagem das amostras durante o teste de estabilidade preliminar quanto a temperatura

Amostra	Equipamento	Temperatura
1-A	-	Ambiente, longe da luz
1-B	Estufa	$40 \pm 2^{\circ}\text{C}$
1-C	Geladeira	$5 \pm 2^{\circ}\text{C}$
2-A	-	Ambiente, longe da luz
2-B	Estufa	$40 \pm 2^{\circ}\text{C}$
2-C	Geladeira	$5 \pm 2^{\circ}\text{C}$

Fonte: Própria

No início e ao final de cada ciclo de tratamento, as amostras foram analisadas quanto à cor, odor, aparência (características organolépticas) e pH.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 PRESENÇA E QUANTIFICAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS NO EXTRATO

Para se obter a concentração de fenólicos totais, foi construída uma reta linear utilizando os padrões de ácido gálico em diferentes concentrações como descrito na metodologia, as absorbâncias que puderam ser observadas para cada concentração estão descritas na tabela abaixo:

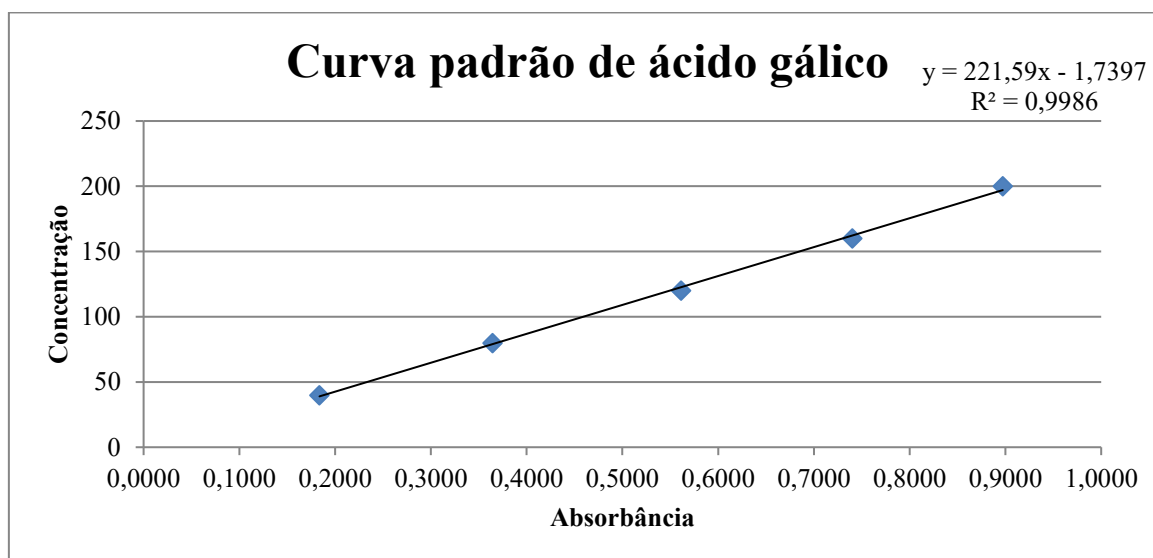
Tabela 4 – Concentrações utilizadas para preparo da curva padrão e respectivas absorbâncias

Concentração (µg/mL)	Absorbância
40	0,1837
80	0,3646
120	0,5613
160	0,7402
200	0,8972

Fonte: Própria

Através desses valores foi construída utilizando o Excel a regressão linear obtendo se um $Y=221,59x - 1,7397$ e um $R^2=0,9986$ indicando a precisão da reta.

Figura 8 – Curva padrão de ácido gálico com absorbância nas diferentes concentrações



Fonte: Própria

A leitura de absorbância dos extratos foi feita em triplicata e os resultados expressos em equivalente de ácido gálico (EAG) em base úmida chegando em um valor médio de 564,18 EAG mg/100g ou 5,64 mg EAG/g, os valores foram descritos na Tabela 5.

Tabela 5 – Resultados de concentração de fenólicos totais em equivalente de ácido gálico para triplicata

Leitura	Absorbância	Concentração (EAG mg/g)	Média	Desvio	% Erro
1	0,2415	5,31	5,61	0,42	7,44
2	0,2782	6,09			
3	0,2478	5,44			

Fonte: Própria

Apesar do teor de fenólicos totais encontrado 5,61 EAG mg/g não ter sido tão alto quanto o de (Myo; Khat-Udomkiri, 2022) que foi de 9,29 +/- 0,02 EAG mg/g isso provavelmente ocorreu por culpa da diferença entre a procedência das matérias primas e o fato do artigo ter utilizado ultrassom de maneira direta ao invés de um banho ultrassônico que foi o caso deste trabalho, com isso concentração final dos fenólicos totais foi de 39 mg EAG /100g de emulsão.

4.2 ANÁLISE DA ESTABILIDADE DA EMULSÃO

Ao serem preparadas, as amostras A e B apresentaram pH de 4,28 e 4,11, respectivamente. A amostra sem extrato apresentou cor branca, sem odor e com aspecto mais fluido em comparação à amostra com extrato, que também não apresentou odor, mas exibiu um aspecto mais consistente e coloração levemente amarelada (Figura 9).

Figura 9 – Emulsões prontas, fracionadas e condicionadas em potes de vidro com tampa

Fonte: Própria

A Tabela 6 resume os dados de estabilidade das emulsões ao longo do período de análise. As variações de pH, tanto no grupo 1 quanto no grupo 2, mantiveram-se estáveis, com flutuações pontuais possivelmente influenciadas por variações de temperatura diárias. Essa estabilidade sugere uma boa resistência a degradações e influências externas sobre o pH.

Em relação às características organolépticas de cor e odor, os resultados foram consistentes, indicando ausência de processos de oxidação ou degradação perceptíveis nos componentes das emulsões.

Quanto ao aspecto, observou-se uma leve variação apenas na emulsão contendo extrato (amostra B), mantida em estufa a 40 °C, que apresentou uma tendência de se tornar mais fluida ao ser submetida ao tratamento térmico. Esse comportamento pode estar relacionado a uma melhor incorporação do extrato às ceras presentes na formulação, já que, após o primeiro ciclo de tratamento, o aspecto permaneceu constante.

Tabela 6 – Avaliação da estabilidade durante o período de teste

1^a				
Data	pH	Cor	Odor	Aspecto
21/10/2024	4,30	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
25/10/2024	4,31	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
29/10/2024	4,32	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
01/11/2024	4,27	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
04/11/2024	4,32	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
08/11/2024	4,31	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
1B				
21/10/2024	4,27	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
25/10/2024	4,24	Branco amarelado	Nenhum	Fluida
29/10/2024	4,28	Branco amarelado	Nenhum	Fluida
01/11/2024	4,21	Branco amarelado	Nenhum	Fluida
04/11/2024	4,26	Branco amarelado	Nenhum	Fluida
08/11/2024	4,21	Branco amarelado	Nenhum	Fluida
1C				
21/10/2024	4,27	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
25/10/2024	4,36	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
29/10/2024	4,28	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
01/11/2024	4,27	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
04/11/2024	4,28	Branco	Nenhum	Consistente

amarelado				
08/11/2024	4,36	Branco amarelado	Nenhum	Consistente
2^a				
21/10/2024	4,21	Branco	Nenhum	Fluida
25/10/2024	4,23	Branco	Nenhum	Fluida
29/10/2024	4,22	Branco	Nenhum	Fluida
01/11/2024	4,21	Branco	Nenhum	Fluida
04/10/2024	4,22	Branco	Nenhum	Fluida
08/10/2024	4,24	Branco	Nenhum	Fluida
2B				
21/10/2024	4,2	Branco	Nenhum	Fluida
25/10/2024	4,15	Branco	Nenhum	Fluida
29/10/2024	4,21	Branco	Nenhum	Fluida
01/11/2024	4,20	Branco	Nenhum	Fluida
04/10/2024	4,19	Branco	Nenhum	Fluida
08/10/2024	4,14	Branco	Nenhum	Fluida
2C				
21/10/2024	4,21	Branco	Nenhum	Fluido
25/10/2024	4,25	Branco	Nenhum	Fluida
29/10/2024	4,22	Branco	Nenhum	Fluida
01/11/2024	4,21	Branco	Nenhum	Fluida
04/10/2024	4,21	Branco	Nenhum	Fluida
08/10/2024	4,27	Branco	Nenhum	Fluida

Fonte: Própria

Os dados do teste indicam que as emulsões analisadas apresentaram boa estabilidade inicial, especialmente quanto ao pH, cor e odor. As emulsões da série 1 mostraram-se ligeiramente mais consistentes do que as da série 2. No geral, as formulações mantiveram características organolépticas e físico-químicas adequadas durante o período de análise, sugerindo uma boa estabilidade das emulsões nas condições testadas. Esses resultados preliminares indicam que o sistema emulsionado é estável em diferentes condições.

5 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, este trabalho demonstrou o potencial da polpa de café como fonte de compostos fenólicos com aplicação cosmética. Utilizando propilenoglicol como solvente, foi possível extrair e identificar a presença destes compostos, confirmados pela análise de Folin-Ciocalteu. A emulsão formulada com o extrato mostrou boa estabilidade inicial, indicando viabilidade de aplicação em produtos tópicos.

Para validar a estabilidade a longo prazo e a eficácia antioxidante dos compostos fenólicos, recomenda-se a continuidade dos testes, com monitoramento da emulsão por períodos estendidos de 30, 60 e 120 dias. A análise da atividade antioxidante ao longo desse período permitirá avaliar a durabilidade dos benefícios funcionais do extrato na formulação cosmética, fornecendo subsídios para futuras aplicações industriais e comerciais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (BRASIL). **Guia de estabilidade de produtos cosméticos**. [s.l.: s.n.]. Disponível em:

<www.anvisa.gov.br/portal_conhecimento/index.htmFonte de informação técnico-científica em Vigilância Sanitária.www.anvisa.gov.br/cosmeticos/index.htm>.

BAREL, A. O.; PAYE, M.; MAIBACH, H. I. **Handbook of cosmetic science and technology**. [s.l.] Marcel Dekker, 2001.

INTERNATIONAL FEDERATION OF SOCIETIES OF COSMETIC CHEMISTS. Fundamentals of stability testing. Weymouth, England: **Micelle Press**, 1991

ESQUIVEL, P.; JIMÉNEZ, V. M. Functional properties of coffee and coffee by-products. **Food Research International**, v. 46, n. 2, p. 488–495, maio 2012.

FIUME, M. M. et al. Safety Assessment of Propylene Glycol, Tripropylene Glycol, and PPGs as Used in Cosmetics. **International Journal of Toxicology**, v. 31, p. 245S-260S, 2012.

GEREMU, M.; TOLA, Y. B.; SUALEH, A. Extraction and determination of total polyphenols and antioxidant capacity of red coffee (*Coffea arabica* L.) pulp of wet processing plants. **Chemical and Biological Technologies in Agriculture**, v. 3, n. 1, 2016.

MYO, H.; KHAT-UDOMKIRI, N. Optimization of ultrasound-assisted extraction of bioactive compounds from coffee pulp using propylene glycol as a solvent and their antioxidant activities. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 89, 1 set. 2022.

SAGAR, N. A. et al. Fruit and Vegetable Waste: Bioactive Compounds, Their Extraction, and Possible Utilization. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 17, n. 3, p. 512–531, 1 maio 2018.

SANTOS, É. M. DOS et al. Coffee by-products in topical formulations: A review. **Trends in Food Science and Technology** Elsevier Ltd, 1 maio 2021.

STRUCIATTI GARCIA, J. et al. **DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE FORMULAÇÕES TÓPICAS**. Campinas: [s.n.]. Disponível em: <<https://proceedings.science/p/136314?lang=pt-br>>.

WIDIPUTRI, D. I.; WIJAYA, S.; KUSUMOCAHYO, S. P. **Development of Skin Lotion Containing Antioxidant Extract from Coffee Pulp and Study on Its Stability**. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. **Anais...**Institute of Physics Publishing, 9 mar. 2020.