

**UNIVERSIDADE DE SANTA CRUZ DO SUL
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS DA VIDA
CURSO DE FARMÁCIA**

Natália Faller Helfer

**DESENVOLVIMENTO DE FORMULAÇÕES TÓPICAS LABIAIS CONTENDO
Mentha x piperita (L): AVALIAÇÃO SENSORIAL E FÍSICO-QUÍMICA**

Santa Cruz do Sul
2023

Natália Faller Helfer

**DESENVOLVIMENTO DE FORMULAÇÕES TÓPICAS LABIAIS CONTENDO
Mentha x piperita (L): AVALIAÇÃO SENSORIAL E FÍSICO-QUÍMICA**

Trabalho de Curso apresentado ao Curso de Farmácia da Universidade de Santa Cruz do Sul, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Farmácia.

Orientadora: Prof. Ms. Arlete Teresinha Klafke

Santa Cruz do Sul
2023

RESUMO

Formulações tópicas labiais são destinadas a aplicação na pele ou em certas mucosas. Batons e *lip balms* são formulações tópicas destinadas a aplicação exclusiva nos lábios. A *Mentha x piperita L.* é a planta da qual é extraído o óleo essencial de hortelã-pimenta, comumente utilizado na indústria farmacêutica e cosmética para fins de tratamento de diversas enfermidades. Seus compostos de maior concentração são o mentol e a mentona, e em menores concentrações demais terpenos como Neo-mentol, D-limoneno e isomentona. Possui propriedades antissépticas, antibacterianas e antiviral comprovadas. O objetivo do trabalho foi desenvolver formulações tópicas labiais contendo óleo essencial de hortelã-pimenta e avaliar as suas características físico-químicas de estabilidade, onde através da condução de estudos de estabilidade acelerada e estabilidade preliminar por ciclo gelo-degelo, buscou-se avaliar a viabilidade da incorporação do OEHP na obtenção de formar farmacêuticas de aplicação labial (batons e *lip balms*). O óleo essencial de hortelã-pimenta foi caracterizado por cromatografia gasosa com espectrometria de massas (CG-MS) do OEHP puro comercial e do OEHP extraído da formulação após os testes de estabilidade. Os batons e o *lip balm* não apresentaram sinais de instabilidade após os testes de estabilidade e houve uma pequena variação de pH. O aspecto sofreu alterações mínimas de consistência. A caracterização do óleo essencial apresentou teores de 43,50 % de mentol e 24,07 % de mentona, sendo os dois marcadores de maior relevância. Pode-se concluir que os batons e o *lip balm* permaneceram estáveis e com alterações mínimas de pH. Os resultados obtidos mostram-se promissores para o desenvolvimento de formar farmacêuticas de uso tópico labial utilizando óleos essenciais em sua composição.

Palavras-chave: óleo essencial de hortelã-pimenta, batom, *lip balm*, análise físico-química, testes de estabilidade, cromatografia gasosa espectrometria de massas.

ABSTRACT

Lip topical formulations are intended for application to the skin or certain mucous membranes. Lipsticks and lip balms are topical formulations intended for application to the lips only. *Mentha x piperita* L. is the plant from which peppermint essential oil is extracted, commonly used in the pharmaceutical and cosmetic industry for the treatment of various diseases. Its highest concentration compounds are menthol and menthone, and in lower concentrations other terpenes such as Neo-menthol, D-limonene and isomenthone. It has proven antiseptic, antibacterial and antiviral properties. The objective of this work was to develop and evaluate the appearance and physical-chemical characteristics of topical lip formulations containing essential oil of peppermint, where through the conduction of studies of accelerated stability and preliminary stability by ice-thaw cycle, it was sought to evaluate the viability of incorporating OEHP in obtaining pharmaceutical formulations for lip application (lipsticks and lip balms). Peppermint essential oil was characterized by gas chromatography with mass spectrometry (GC-MS) of commercial pure OEHP and OEHP extracted from the formulation after stability tests. The lipsticks and lip balm did not show signs of instability after the stability tests and there was a small variation in pH. The appearance has undergone minimal consistency changes. The characterization of the essential oil showed contents of 43.50% of menthol and 24.07% of menthone, being the two most relevant markers. It can be concluded that the lipsticks and lip balm remained stable and with minimal pH changes. The results obtained are promising for the development of pharmaceutical formulations for topical lip use using essential oils in their composition.

Keywords: peppermint essential oil, lipstick, lip balm, physical-chemical analysis, stability tests, gas chromatography mass spectrometry.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Anatomia dos lábios.....	12
Figura 2: Estrutura da folha da Mentha x piperita L.....	19
Figura 3: Estrutura química do Mentol e da Mentona.....	21
Figura 4: Resultado da formulação de batom 1 e da formulação de batom 2, 24 horas após o preparo	36
Figura 5: Resultado do teste de Espalhabilidade das formulações de batom 1 e 2, respectivamente, 24 horas após o preparo	36
Figura 6: Aspecto interno das balas de batom 24 horas após o preparo	37
Figura 7: Teste de ruptura das balas de batom da formulação 1 e da formulação 2 , respectivamente, 24 horas após o preparo	38
Figura 8: Formulação 3 24 horas após o preparo	41
Figura 9: Resultado do teste de espalhabilidade da Formulação 3, 24 horas após o preparo.....	41
Figura 10: a) Cromatograma do OEHP b) Cromatograma do OEHP extraído da Formulação 1	49

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Fatores fisiológicos e físico-químicos que influenciam na permeabilidade de aplicações labiais	13
Tabela 2: Componentes de batons e lip balms e suas funções	16
Tabela 3: Concentrações mínimas e máximas dos componentes do óleo essencial de hortelã-pimenta	20
Tabela 4: Reagentes, ativos e excipientes utilizados na formulação e análise de batons e lip balm (continua)	26
Tabela 5: Equipamentos empregados nos procedimentos experimentais do estudo	27
Tabela 6: Formulação 1 - batom	28
Tabela 7: Formulação 2 - batom	29
Tabela 8: Formulação 3 – lip balm	30
Tabela 9: Avaliação do aspecto	32
Tabela 10: Avaliação de cor e odor	32
Tabela 11: Critérios para espalhabilidade de batons e lip balms	33
Tabela 12: Parâmetros e condições de operação do cromatógrafo a gás	34
Tabela 13: Resultados após ciclo gelo-degelo das Formulações 1 e 2 - batons.....	43
Tabela 14: Resultado após ciclo gelo-degelo da formulação 3 – lip balm.....	44
Tabela 15: Resultados de pH obtidos após estudo de estabilidade acelerada	45
Tabela 16: Resultados obtidos após estudo de estabilidade acelerada da Formulação 1 e da Formulação 2 (continua).....	45
Tabela 17: Resultados obtidos após o estudo de estabilidade acelerada da Formulação 3	47
Tabela 18: Identificação percentual das substâncias presentes no OEHP e na Formulação 1 (continua)	48

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	7
2 OBJETIVOS	9
2.1 Objetivo geral.....	9
2.2 Objetivos específicos	9
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	10
3.1 Formulações de aplicação tópica	10
3.2 Óleo essencial de Mentha x piperita L.....	18
3.3 Testes aplicáveis a formulações labiais	23
4 METODOLOGIA	26
4.1 Desenho do estudo.....	26
4.2 Procedimentos metodológicos	26
4.2.1 Materiais.....	26
4.2.2 Formulação proposta e preparação	27
4.3 Testes de estabilidade.....	31
4.3.1 Estabilidade preliminar por ciclo gelo-degelo.....	31
4.3.2 Estudo de estabilidade acelerada.....	31
4.3.3 Avaliação das características organolépticas.....	31
4.3.4 Ensaio físico-químico	32
4.4 Caracterização do OEMP	34
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
5.1 Formulações obtidas.....	35
5.1.1 Resultados após estabilidade preliminar.....	42
5.1.2 Resultados do estudo de estabilidade acelerada.....	45
5.1.3 Resultados obtidos após a caracterização do óleo essencial	47
6 CONCLUSÕES	52
REFERÊNCIAS	53

1 INTRODUÇÃO

Formulações tópicas são formulações destinadas a aplicação na pele ou em certas mucosas. São populares devido a facilidade de uso e por alcançarem distribuição ideal dos ativos na camada cutânea e percutânea. As formas farmacêuticas mais comumente aplicadas por via tópica são pomadas, emulsões, pastas e géis (BRASIL, 2019; LACHMAN, LIEBERMAN, KANIG, 2001).

Os lábios possuem estruturas de pele diferentes das demais regiões do corpo, sendo muito susceptíveis a fatores intrínsecos e extrínsecos, o que leva a maiores desafios no desenvolvimento e produção de produtos cosméticos destinados a esta região. Epiderme fina, fluxo sanguíneo aumentado, hidratação diminuída, concentração e solubilidade dos ativos e o tempo de exposição aos ativos são características, tanto dos lábios quanto das formulações, que devem ser levadas em consideração. Por possuírem muitos requisitos e especificações para produção devem passar por uma série de testes que garantem sua qualidade (GALEMBECK, CSORDAS, 2009; GOMES, DAMAZIO, 2009).

Batons e *lip balms* são formulações tópicas para aplicação labial, usualmente comercializados como cosméticos. De acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), estas formulações podem ser classificadas como cosméticos Grau 1, quando não requer comprovação das funções básicas de seus componentes, ou Grau 2, quando a formulação possuir indicações específicas de uso e é necessária a comprovação de segurança e eficácia pretendida. A principal ação de batons como cosméticos de Grau 2 é agir em casos de patologias, como a herpes simples labial (*Herpes simplex*), e como medicamentos, devem ser adicionados de ativos, como por exemplo o aciclovir, que é eficaz contra o vírus da herpes (BRASIL, 2015; BRASIL, 2012; TRABULASI, ARTERTHUM, 2005).

Os batons contêm em suas formulações uma grande variedade de emolientes, emulsificantes e conservantes e, principalmente, corantes. Porém, de um modo geral, batons onde são incorporados princípios ativos não possuem cor, visto que seu principal foco não é a coloração dos lábios, e sim a ação farmacológica. Não costumam ser extremamente hidratantes e costumam se apresentar em forma de bastão, possuindo propriedades específicas, como por exemplo, resistência mecânica (AMIRALIAN, FERNANDES, 2018).

Lip balms diferentemente dos batons, possuem altas propriedades hidratantes e não costumam se apresentar em forma de bastão, sendo encontrados, na maioria das vezes, acondicionados em potes de vidro/plástico/metálico. Surgiram como uma alternativa aos batons, principalmente porque inicialmente eram pensados para serem produtos mais naturais, formulados com ativos naturais (FERNANDES et al., 2013).

A *Mentha x piperita L.* é uma planta da qual é extraído o óleo essencial de hortelã-pimenta, comumente utilizado na indústria farmacêutica e cosmética, para fins terapêuticos e tratamento de diversas enfermidades (KAMATOU, VERMAAK, VILJOEN et al., 2013). O óleo essencial de hortelã-pimenta (OEHP) é composto por mentol e mentona em maiores concentrações. O mentol é o composto que define o cheiro mentolado característico do óleo, e o mesmo possui características refrescantes e de odor doce levemente apimentado. A mentona possui as mesmas características que o mentol. (PATEL et al., 2007; ISO, 2006).

As propriedades farmacológicas deste óleo são comumente utilizadas para tratar sintomas gastrointestinais, como náuseas, vômitos e dores abdominais. Em aplicações externas, age contra espasmos musculares, dores, neuralgia, dores de cabeça e dores de dente. Possui fortes propriedades antissépticas e antibacterianas, tendo ações comprovadas contra cepas de *Escherichia coli* e *Candida albicans*. Além destas propriedades, apresenta atividade antiviral, principalmente contra o vírus do herpes simples labial. Sua toxicidade não é elevada, o que favorece o seu uso (SCHUHMACHER, REICHLING, SCHNITZLER, 2003).

O desenvolvimento de batons e *lip balms* com o uso de OEHP teve por objetivo unificar as propriedades de ambos, visto que os batons e *lip balms* são de fácil aplicação, empregados rotineiramente nos cuidados labiais, e o óleo essencial possui propriedades farmacológicas comprovadas que podem beneficiar a saúde dos usuários. Para o tratamento do herpes labial, pode ser uma alternativa aos fármacos tradicionais, agilizando o alívio dos sintomas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Desenvolver formulações tópicas labiais contendo óleo essencial de hortelã-pimenta.

2.2 Objetivos específicos

Farmacotecnicamente, elaborar formulações e incorporar óleo essencial de hortelã-pimenta.

Submeter as formulações a estudos de estabilidade.

Avaliar o sensorial e as características físico-químicas das formulações.

Caracterizar o óleo essencial antes e após a submissão as condições de estabilidade acelerada e avaliar.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Formulações de aplicação tópica

Entende-se por formulações tópicas aquelas que se destinam a aplicação na pele ou em certas mucosas, com ação local, ou servindo como local de penetração de ativos. Delas são desejáveis suas ações emolientes e protetoras (BRASIL, 2019).

As formas farmacêuticas de aplicação tópica mais comumente empregadas são as pomadas, emulsões, pastas e géis, principalmente por se manterem aderidas a pele ou as mucosas por um tempo razoável, que, geralmente, é eficiente para o tratamento. Diz-se da permanência por um tempo razoável devido ao fato de que, na pele ou nas mucosas, a remoção é mais frequente, seja por lavagem, ou pelo tempo de uso (BRASIL 2019; LACHMAN, LIEBERMAN, KANIG, 2001).

São formulações populares devido a facilidade de uso, e por alcançarem distribuição ideal do medicamento na camada cutânea e percutânea. Essa facilidade de uso se dá devido a uma propriedade que as formulações de aplicação tópica têm em comum: seu comportamento reológico plástico, ou seja, quando uma força é aplicada sobre eles, sofrem uma deformação e o escoamento. Desse modo, as formulações tópicas são capazes de cobrir uma grande extensão e formarem um filme sobre a pele quando aplicado força sobre as mesmas (AULTON, 2016; LACHMAN, LIEBERMAN, KANIG, 2001).

3.1.1 Formulações tópicas labiais

As formulações de aplicação tópica labial são aquelas destinadas a aplicação externa, sobre os lábios. Dentre estas, podem ser relacionados os batons, brilhos labiais, hidratantes labiais e *balms*. Estas formulações costumam ter pH entre 6 e 7, para que sejam compatíveis com o pH da saliva (BRASIL, 2019; GALEMBECK, CSORDAS, 2009).

Formulações de aplicação labial são, de acordo com a ANVISA, classificados como produtos cosméticos de Grau 1, ou seja, aqueles que possuem propriedades básicas ou elementares cuja comprovação não é necessária e as informações de uso não precisam ser detalhadas. Apesar de as formulações labiais serem classificadas como cosméticos de Grau 1, quando os mesmos possuem propriedades

medicamentosas, são incluídos nos cosméticos de Grau 2, cuja formulação possui indicações específicas de uso e as características exigem comprovação de segurança e/ou eficácia (BRASIL, 2015).

Os cosméticos são, de acordo com a ANVISA, produtos para uso externo, destinados a higiene, proteção ou embelezamento das diferentes partes do corpo. Aos mesmos, não são agregadas características de ação contra patologias, tendo assim somente a ação de manter os tecidos de sua aplicação limpos e perfumados, corrigindo odores corporais e protegendo-os e mantendo-os em bom estado (BRASIL, 2022). Já na definição desta mesma Agência, os medicamentos são os produtos farmacêuticos que contêm um ou mais fármacos e outras substâncias, com finalidade profilática, curativa, paliativa ou que servem para fins de diagnóstico. Desse modo, os cosméticos e os medicamentos possuem atividades distintas, mas as formas farmacêuticas, como os batons, podem ser adicionadas tanto de ativos cosméticos quanto de ativos medicamentosos (BRASIL, 2012).

Os batons, assim como os demais produtos cosméticos, podem receber a inclusão de ativos medicamentosos em sua formulação. Entretanto, são aplicados a uma gama mais estrita de patologias, sendo todas relativas ao acometimento dos lábios como principal foco dos sintomas. O cerne de aplicação dos batons medicamentosos é o tratamento de herpes simples labial, sendo os mesmos compostos, majoritariamente, do ativo aciclovir, topicamente mais eficaz contra este vírus (TRABULSI, ARTERTHUM, 2005).

Como os lábios são estruturas diferentes das demais regiões do corpo, os cosméticos com finalidade de aplicação sobre os mesmos devem ter características específicas para que sua permeabilidade seja adequada. Estas características estão relacionadas com o pH, veículo de produção, tamanho das partículas das moléculas que compõe a formulação, solubilidade e capacidade de difusão do ativo (GOMES, DAMAZIO, 2009; GALEMBECK, CSORDAS, 2009).

3.1.2 Anatomia dos lábios

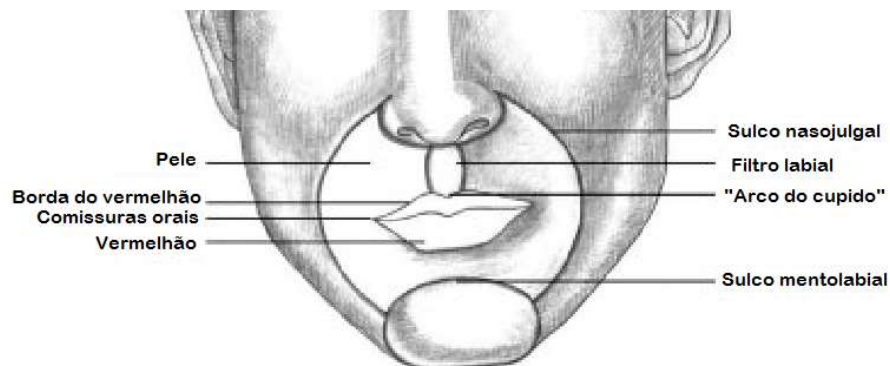
Os lábios podem ser considerados como a característica estética mais visível do rosto, sendo os mesmos relacionados com atratividade e sensualidade. Apesar de estarem altamente relacionados com a estética, os lábios são muito susceptíveis a

fatores intrínsecos, como o desgaste natural das células da pele dos lábios, e extrínsecos, como a radiação solar, o que pode afetar sua aparência (BOGLE, ARNDT, DOVER et al., 2009).

A pele dos lábios é três vezes mais fina do que a pele das demais regiões do corpo, composta de epiderme e mesoderme, apenas. Desse modo, os vasos sanguíneos são muito próximos das camadas externas e dão o aspecto avermelhado para os lábios. A estrutura dos lábios não apresenta produção de secreções sebáceas, como as demais regiões do corpo, tornando-os propensos a desidratação e rachaduras (GALEMBECK, CSORDAS, 2009).

A Figura 1 detalha os aspectos da anatomia dos lábios, que são divididos em lábio superior e lábio inferior e sua superfície é composta por quatro zonas: pele, borda do vermelhão, vermelhão e mucosa oral. A pele é a região que circunda os lábios, tendo a mesma constituição do restante da pele do rosto. A borda do vermelhão é o limite entre a pele e o vermelhão, demarcada por uma pele mais clara e de grande importância para o contorno estético dos lábios. O vermelhão é coberto por uma fina camada córnea composta por células ortoqueratósicas (epitélio pavimentoso, estratificado, queratinizado, com núcleos ausentes) e possuem um volume muito menor destas células que a pele que recobre as outras regiões do corpo, o que a torna muito fina neste local. Já a mucosa oral é a parte mais interna dos lábios, recobrendo toda a cavidade oral, composta por tecido epitelial e conjuntivo (DEHAVEN, 2020; SEGUIL, 2013; ROCHA, 2010; GALEMBECK, CSORDAS, 2009).

Figura 1: Anatomia dos lábios



Fonte: ROCHA et al., 2010

Por esta característica delgada, fatores biológicos, fisiológicos e físico-químicos alteram a sua permeabilidade cutânea, que é a capacidade da pele de permitir a

passagem seletiva de determinadas substâncias. Desse modo, fatores biológicos e fisiológicos como espessura da pele, fluxo sanguíneo local e hidratação podem influir diretamente no comportamento do produto ali aplicado, permitindo ou não que os ativos presentes sejam permeados. Ademais, a composição físico-química dos cosméticos labiais é fundamental para que sua distribuição máxima na epiderme seja alcançada, além de facilitar ou dificultar sua absorção. A relação dos fatores que influenciam a permeabilidade dos lábios está descrita na Tabela 1 (JAYAPRAKASH, HAMEED, 2017; GOMES, DAMAZIO, 2009; WALLER, MAIBACH, 2005).

Tabela 1: Fatores fisiológicos e físico-químicos que influenciam na permeabilidade de aplicações labiais

Fatores	Efeitos observados
Epiderme fina	Maior permeabilidade dos ativos
Fluxo sanguíneo aumentado	Hiperemia e maior permeabilidade dos ativos
Hidratação diminuída	Ressecamento, rachaduras e absorção diminuída.
Concentração dos ativos	Maior concentração, maior permeabilidade.
Solubilidade dos ativos	Substâncias lipossolúveis são mais permeáveis.
Tempo de exposição aos ativos	Maior tempo de exposição, maior permeação.

Fonte: adaptado de GOMES, DAMAZIO, 2009

Pelas diferenças estruturais teciduais entre os lábios e as demais estruturas do corpo, o desenvolvimento de produtos cosméticos para os mesmos deve seguir algumas especificações para que a absorção seja adequada. O pH da saliva humana varia entre 6 e 7, e os cosméticos de aplicação tópica labial devem ter o pH semelhante para que sejam compatíveis entre si. Batons e produtos cosméticos labiais também devem ser formulados, majoritariamente, em veículos oleosos, pois estes facilitam sua permeabilidade. Além disso, veículos oleosos também costumam ter propriedades hidratantes, o que garante maior hidratação para os lábios, que são propícios a ressecamento e rachaduras pela ausência das glândulas sebáceas (BRASIL, 2019; GALEMBECK, CSORDAS, 2009).

A pele humana é o órgão cuja principal função é a proteção, visto que se apresenta como uma barreira funcional que limita a penetração de substâncias exógenas, como bactérias e fungos, por exemplo. Este fator de proteção está relacionado com a epiderme, camada mais externa da pele, especificamente com o

estrato córneo, que impede a perda de água das células. Sabe-se que o conteúdo hídrico presente na pele é um dos fatores mais importantes relacionados com a proteção, pois induz parâmetros de *TEWL* (*transepidermal water loss*), que exemplifica os níveis de água presentes na epiderme, sendo um *TEWL* baixo um sinal de boa hidratação da pele, e um *TEWL* alto um sinal de pele desidratada. Além disso, enzimas e sinalização celular também ajudam no anteparo da pele. Os lábios, entretanto, por possuírem estrato córneo muito delgado, ficam muito mais suscetíveis a contaminação patológica. Portanto, os cosméticos labiais podem melhorar a proteção, pois ao permearem e garantirem uma hidratação prolongada, também garantem que o conteúdo hídrico se mantenha presente, aumentando a função barreira e diminuindo os riscos de contaminação (SOUZA, 2019; LEONARDI, 2008; TAGAMI, 2008).

3.1.3 Desenvolvimento e composição de batom e *lip balm*

O desenvolvimento de formulações para a região dos lábios deve atender a uma série de requisitos para que sejam aptos a aplicação nesta região. Estes requisitos podem incluir o uso de veículos oleosos em sua composição, para garantir a hidratação dos lábios ou o cuidado para que o pH seja compatível com o pH da saliva. Além de atenderem estes requisitos, a variedade e a concentração de cada ingrediente utilizado na formulação podem influir no resultado final, alterando características que impactam na sua viabilidade como forma farmacêutica e na aceitação pelo público, como viscosidade, textura, dureza e ponto de fusão. De um modo geral, são produtos de aplicação agradável, que devem deslizar suavemente sobre os lábios, de modo que a camada aplicada seja fina, mas com cobertura ideal. (AWANG et al., 2006).

Os batons são formulações labiais com uma grande variedade de emolientes, emulsificantes, conservantes e corantes em sua composição. Os corantes lhes conferem uma coloração característica, semelhantes ou não a coloração dos lábios, que é transferida quando o batom é aplicado (SACKHEIM, LEHMAN, 1998). De um modo geral, os batons onde são incorporados ativos farmacêuticos não apresentam cor, visto que o seu principal foco não é a coloração dos lábios, e sim a ação contra alguma enfermidade (BRASIL, 2019; AMIRALIAN, FERNANDES, 2018; AHER et al., 2012).

Os batons podem ser de diversos tipos, sendo os mais comuns deles os cremosos, cintilantes, acetinados, com efeito mate, *gloss* ou brilho labial, vinil ou líquido. Costumam se apresentar em forma de bastão, formato que lhe é atribuído pela presença de componentes como ceras, gorduras e óleos vegetais. Os principais veículos oleosos empregados na formulação dos batons são óleo de rícino, óleo de carnaúba, ceras de abelhas, lanolina, e uma variedade de outras ceras que podem ser também de origem sintética. Ademais, com os anos, os batons vêm tendo seu espaço no mercado cosmético circundado por alternativas diferentes, que tem se destacado devido sua composição “mais natural”, bastante visada pelos consumidores. Essas alternativas naturais fizeram com que os *lip balms* ganhassem espaço. Batons e *lip balms* são produtos que, quando aplicados sobre os lábios, devem ter um brilho que não deixe aspecto gorduroso (AHER et al., 2012; RAJIN, BONO, MUN, 2007).

Os *lip balms* não são comumente apresentados em forma de bastão, sendo mais encontrados acondicionados em bisnagas ou pequenos potes de vidro ou metálicos. Devido a este fato, não possuem resistência mecânica quando aplicados sobre os lábios, pois, para que sejam espalhados, é preciso que a estrutura básica do mesmo seja rompida. De um modo geral, não possuem cor e sua principal função é a de hidratar os lábios, pela presença majoritária de gorduras e óleos vegetais. Diferente dos batons, onde estes compostos se apresentam em menor proporção na composição, pode-se afirmar que os *balms* possuem maior propriedade hidratante (FERNANDES et al., 2013;).

Os ingredientes que compõem os batons e *lip balms* são semelhantes, embora a quantidade de cada um possa variar na composição, o que altera muito os resultados finais. De um modo geral, os principais componentes destas formulações são: ceras, que agregam forma ao batom/*lip balm*, sendo utilizadas em combinação, não apenas uma; óleos vegetais e ésteres, que ajudam a dispersar os pigmentos, no caso dos batons; manteigas vegetais, que contribuem para homogeneização, maciez da aplicação e hidratação dos lábios; pigmentos, que conferem a cor desejada ao batom, especificamente; conservantes, que mantêm a estabilidade. Um resumo com os principais componentes presentes nos batons e *lip balms*, e exemplos destes componentes e suas funções está apresentado na Tabela 2 (AMIRALIAN, FERNANDES, 2018; KADU, VISHWASRAO, SINGH, 2014).

Tabela 2: Componentes de batons e *lip balms* e suas funções

Componentes	Função	Exemplos
Ceras	Dão forma ao batom (bala)	Carnaúba, candelila, cera de abelhas
Óleos vegetais e ésteres	Ajudam a dispersar os pigmentos, na homogeneização da cor e auxiliam na espalhabilidade do batom	Rícino, óleo mineral, lanolina, óleo de palma, óleo de coco, propilenoglicol, vaselina
Manteigas vegetais	Contribuem na homogeneização da cor e maciez da aplicação, além de hidratarem os lábios	Manteiga de cacau, manteiga de karité
Pigmentos e lacas	Conferem a cor desejada ao batom	Eosina, pigmentos de origem vegetal (açafraão da terra, beterraba, calêndula), dióxido de titânio
Conservadores e antioxidantes	Mantém a conservação e a estabilidade do batom em relação a sua cor e seu odor	Vitamina E, solução conservante de parabenos, BHT
Fragrância	Não utilizada em todos os batons e em baixas quantidades, quando presente. Confere aroma agradável	Baunilha, morango, uva

Fonte: Adaptado de AMIRALIAN, FERNANDES, 2018

Os batons e *lip balms* são produtos cosméticos que, quando formulados, devem levar em conta as características capazes de atender a sua finalidade de uso, sendo estas totalmente relacionadas com as ceras e óleos utilizados na formulação, e a proporção entre os mesmos. A proporção entre as ceras e os óleos implica no produto final obtido. Isso porque, quando são utilizadas razões muito grandes de cera, contra concentrações muito baixas de óleo, o produto obtido será de uso duradouro, porém com um grau variável de brilho e textura, e que não se apresentará muito hidratante. Entretanto, quando se usa um percentual muito elevado de óleos e uma

concentração muito baixa de ceras, o produto formado será mais suave, com mais brilho, e menos durável, como é o caso mais específico dos *lip balms*, por exemplo. (GOUVÊA, 2007; WILLIAMS, SCHMITT, 1996).

Os batons e *lip balms* são formulados considerando, usualmente, três fases de composição e preparação. Essas fases incluem a fase de massa base, a de dispersão dos pigmentos e lacas e a fase de inclusão dos aditivos e ativos funcionais. A fase da massa base tem como principais componentes as ceras, óleos e manteigas. É na fase de massa base que o batom/*lip balm* terá definido algumas de suas características mais básicas, como dureza, brilho e ponto de fusão. A segunda fase consiste na fase de dispersão de lacas e pigmentos, onde o aspecto visual, principalmente a cor, será obtida. Essa fase não é muito comum em *lip balms*, pois os mesmos normalmente não apresentam cor em sua formulação, e a fase três, chamada fase de aditivos, serão adicionados à composição componentes de extrema importância para conservação dos batons/*lip balms*, como os conservantes e antioxidantes (FERNANDES et al., 2013; GOUVÊA, 2007).

Os ativos medicamentosos e cosméticos que são adicionados aos batons/*lip balms* também devem ser acrescentados em fases específicas. Antes de serem enformados (momento onde a “massa” dos batons é colocada em formas, para resfriar em formato de bala, ou quando os *lip balms* são acondicionados em seus recipientes metálicos/de vidro) as massas já devem conter os ativos. Desse modo, a adição é feita entre a fase de massa base e a fase de adição dos aditivos. O principal foco é que, quando adicionados os ativos, sejam respeitadas as suas informações de rótulo básicas, como por exemplo, temperatura as quais os mesmos podem ser expostos. Isso porque, quando um batom/*lip balm* está em processo de preparo de massa, a temperatura para fundir as ceras pode ser muito elevada, o que comprometeria a ação dos ativos adicionados (BRASIL, 2007).

O incremento de ativos em fitocosméticos labiais como batons/*lip balms* é uma prática muito comum, sendo a adição de óleos essenciais ou extratos vegetais os mais empregados. O uso destes ativos, juntamente com o fato de que são cosméticos de formulação natural, resulta em efeitos sobre os lábios significativamente superiores aqueles obtidos com produtos sintéticos. O uso de óleos essenciais em composições labiais é mais comum em *lip balms*, sendo um dos óleos mais utilizados o óleo essencial de hortelã-pimenta (OKIGAMI, MAIA, 2007; KOLE et al., 2005; DRAELOS, 2001).

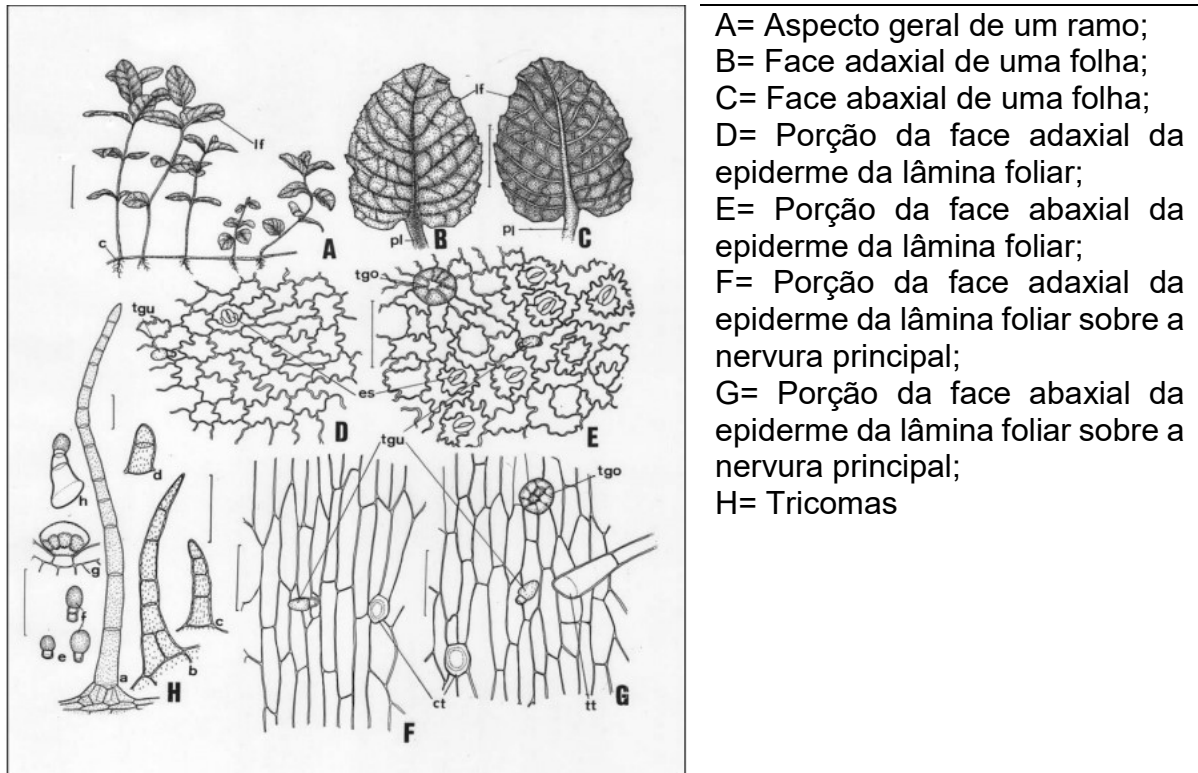
3.2 Óleo essencial de *Mentha x piperita* L.

Mentha x piperita L. é uma planta herbácea rizomatosa perene, que cresce de 30 a 90 centímetros, originária de um cruzamento entre *Mentha aquatica* e *Mentha spicata*. É encontrada principalmente nos Açores, Sibéria, Austrália, Nova Zelândia e em toda Europa, exceto nos países escandinavos, se adapta mais facilmente a climas mais frios, sendo também cultivada nos Estados Unidos e Canadá. A planta possui um odor forte, semelhante ao de pimenta, e ainda mentolado, o que confere o seu nome popular, Hortelã-pimenta (MEENA, NAG, PATHANIA et al., 2013).

É uma planta bastante utilizada para produção de óleo essencial, comumente utilizado na indústria farmacêutica e cosmética, muitas vezes para fins terapêuticos e para tratamento de diversas enfermidades (KAMATOU, VERMAAK, VILJOEN et al., 2013).

A parte mais utilizada de sua estrutura para obtenção do óleo são as folhas, de aspecto ovalado-oblonga a oblongo-lanceolado, de 1,5 a 9 centímetros de comprimento e 1 a 5 centímetros de largura, com ápice agudo e base arredondada e assimétrica. Microscopicamente, as lâminas foliares tem simetria dorsiventral, com estômatos diacíticos. A cutícula é lisa e as células da epiderme têm paredes anticlinais de contorno ondulado na região entre as nervuras e retilíneos sobre as nervuras. Possui tricomas tectores ou glandulares. As epidermes adaxial e abaxial possuem apenas uma camada de células, ricas em gotas de óleo. Os parênquimas são compostos de camadas de células que, assim como as células da epiderme, apresentam muitas gotas de óleo. A descrição botânica das folhas de hortelã-pimenta se encontra na Figura 2 (BRASIL, 2019).

Figura 2: Estrutura da folha da *Mentha x piperita* L



Fonte: BRASIL, 2019

O óleo essencial é extraído das folhas, mais especificamente na epiderme adaxial e abaxial e nos parênquimas (BRASIL, 2019; GUIA PRÁTICO DE AROMATERAPIA, 2018).

3.2.1 Composição química

Na extração, obtém-se um óleo de coloração verde-amarelada pálida, e com características refrescantes, mentoladas e de odor doce levemente apimentado. (MARTINS, COSTA, NEVES et al., 2004).

O óleo essencial de hortelã-pimenta é composto por Mentol, Mentona, 1,8-cineol, Isomentona, Acetato de Metila, Metofurano, sendo todos estes os com as maiores concentrações presentes (GROOT, SCHMIDT, 2016).

A *International Organization for Standardization* (ISO) estipula valores mínimos e valores máximos de concentrações dos ativos mais encontrados no óleo essencial de hortelã-pimenta, conforme especificado na Tabela 3. Dentre os ativos, o que deve se apresentar em maior concentração, é o Mentol, que define o cheiro mentolado característico do óleo (ISO, 2006).

Tabela 3: Concentrações mínimas e máximas dos componentes do óleo essencial de hortelã-pimenta

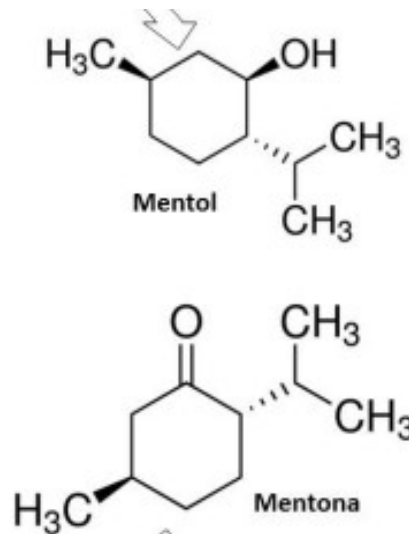
Componente	Concentração	
	Mínima (%)	Máxima (%)
Mentol	32,0	49,0
Mentona	13,0	28,0
1,8-cineol	3,0	8,0
Isomentona	2,0	8,0
Acetato de Mentila	2,0	8,0
Mentofurano	1,0	8,0
Neomentol	2,0	6,0
B-Cariofileno	1,0	3,5
Limoneno	1,0	3,0
Pulegone	0,5	3,0
Trans Hidrato de Sabineno	0,5	2,3
3-Octanol	0,1	0,5

Fonte: ISO, 2006

O mentol e a mentona são os dois principais componentes. São classificados como monoterpenos, sendo o mentol originado a partir da mentona, a partir da ação da enzima citoplasmática mentona redutase. Dos componentes do óleo essencial, o mentol é o mais utilizado, sendo muito presente em produtos cosméticos, de limpeza, alimentícios e de higiene pessoal, além de também estar presente na indústria farmacêutica (PATEL et al., 2007; DAVIS et al., 2005).

A mentona é muito utilizada na indústria de perfumes e aromatizantes, além de ser empregada para os mesmos usos do mentol. Na Figura 4 estão descritas as estruturas químicas do mentol e da mentona (KAMATOU, VERMAAK, VILJOEN, et al., 2013; PAULUS et al., 2007).

Figura 3: Estrutura química do Mentol e da Mentona



Fonte: FEITOSA, 2018

3.2.2 Indicações de uso, atividade farmacológica e atividade antiviral

O OEHP é um óleo cujas propriedades farmacológicas são comumente utilizadas para tratar enfermidades como sintomas gastrointestinais, tais quais náuseas, vômitos, dores abdominais e indigestão. Para estas finalidades, o óleo é ingerido (uma gota em um copo de água morna). A sua atividade contra disfunções gastrointestinais é uma das maiores aplicações farmacêuticas. Para aplicações externas, é utilizado em espasmos musculares, dores, neuralgia, dores de cabeça e dores de dente, sendo aplicado diretamente na região afetada ou utilizado na aromaterapia. É também um óleo coadjuvante no alívio dos sintomas de sinusite, bronquite e rinite alérgica (GUIA PRÁTICO DE AROMATERAPIA, 2018; GROOT, SCHMIDT, 2016; MEENA, NAG, PATHANIA et al., 2013).

É um óleo com fortes propriedades antissépticas e antibacterianas. Um estudo de Lima (2014), que avaliou os óleos essenciais de alecrim, cravo, canela, gengibre e hortelã-pimenta na ação contra cepas de *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus* demonstrou que o óleo de hortelã-pimenta teve atividade antimicrobiana comprovada após demonstrar halos de inibição para as respectivas cepas. Já no estudo de Barros (2017), onde foram utilizadas cepas de *Candida albicans* para avaliar a atividade antifúngica do óleo essencial de hortelã-pimenta, ficou determinado que o mesmo é eficiente. Entretanto, além das propriedades antifúngicas, antissépticas e antibacterianas já conhecidas, o óleo essencial de hortelã-pimenta também possui

atividades antivirais, de acordo com o estudo conduzido por Schuhmacher, Reichling e Schnitzler (2003). O estudo foi conduzido *in vitro*, em culturas de cepas de *Herpes simplex*, em paralelo com o uso de aciclovir. Os resultados demonstraram que em concentração de até 0,01%, não houve nenhuma alteração na morfologia das células virais, em compensação, em concentrações acima de 0,03%, foi observada morte celular. Neste estudo, a citotoxicidade óleo para as células do vírus da Herpes simples foi de 0,014%. O óleo demonstrou atividades antivirais e capacidade de redução de até 92% das células do vírus (BARROS, 2017; LIMA, 2014; SCHUHMACHER, REICHLING, SCHNITZLER, 2003).

A atividade antiviral também foi avaliada em um estudo de Minami e colaboradores (2013), onde o óleo de hortelã-pimenta foi avaliado e comparado com outros óleos essenciais como o de melaleuca, manjerição, eucalipto, lavanda, limão, alecrim e capim-limão na inibição do vírus da Herpes simples *in vitro*. Houve inibição completa do crescimento das cepas com uma concentração de 1% do óleo essencial de hortelã-pimenta. O óleo foi testado em outras concentrações de 0,1%, 0,05% e 0,005% para identificar se haveria crescimento de cepas nas placas quando aplicadas estas concentrações. Os resultados foram, respectivamente, $80,9 \pm 25$, $86,6 \pm 2,8$ e $86,6 \pm 11,5$ de crescimento de cepas, indicando que quanto maior a concentração do óleo utilizado, maior foi a inibição do crescimento das cepas nas placas (MINAMI, 2013).

3.2.3 Toxicidade

A toxicidade aguda, avaliada em ratos, para uso oral, apresentou concentrações máximas de 2.650 mg/kg, e a avaliada em coelhos, para uso cutâneo, maior que 5.000 mg/kg. Quando avaliados os componentes do óleo essencial de hortelã-pimenta separadamente, em ratos (uso oral), a mentona se apresenta como o de maior toxicidade aguda, sendo qualquer valor maior que 2.000 mg/kg considerando tóxico. O mentol, componente presente em maior concentração no óleo, apresenta toxicidade aguda oral, com parâmetro de medida 3.300 mg/kg e cutânea, avaliada em coelhos, maior que 5.000 mg/kg e inalatória, avaliada em ratos, como sendo o limite 5.289 mg/m^3 em 4 horas de exposição (FICHA DE DADOS DE SEGURANÇA DO ÓLEO DE HORTELÃ-PIMENTA, 2021).

O óleo, quando utilizado em concentrações tóxicas, pode provocar irritação cutânea, irritação ocular grave, quando em contato com os olhos diretamente,

sensibilização alérgica ou cutânea através da sensibilização respiratória/cutânea. Não é um óleo que causa mutagenicidade das células germinais e não tem potencial carcinogênico. A posologia geral para o óleo essencial de hortelã-pimenta, em adultos, é recomendada como 5,4% para uso tópico. Quando utilizado acima desta concentração limite, podem ser percebidos efeitos tóxicos (TISSERAND, YOUNG, 2014).

3.2.4 Caracterização química dos óleos essenciais

Óleos essenciais possuem características de volatilidade, pois passam rapidamente do estado líquido para o estado gasoso. A quantificação desse óleo pode se dar por diversas maneiras, sendo a mais eficaz, segundo Rubiolo (2008), o emprego da metodologia de cromatografia rápida, em particular, cromatografia gasosa rápida (FAST-GC), combinada com espectrofotometria de massas com análise quádrupla. A fast-GC é uma metodologia que pode ser afetada por diversos parâmetros, como comprimento e diâmetro interno da coluna, espessura do filme da fase estacionária, programa de temperatura e velocidade linear do gás que é utilizado como arraste (RUBIOLLO, 2008).

O processo de avaliação do óleo essencial é importante para caracterizar e quantificar cada componente presente, além de ser importante quantificar o óleo essencial puro, também é importante avaliá-lo quando presente em formulações cosméticas ou farmacêuticas (BRASIL, 2004).

3.3 Testes aplicáveis a formulações labiais

As características principais dos batons e *lip balms* estão relacionadas com aplicação, ponto de fusão, resistência a ruptura, brilho e cor, sendo o odor também avaliado. O ponto de fusão varia entre 55 e 75°C, e devem ter uma resistência mecânica adequada para evitar que sejam quebrados na aplicação (AMIRALIAN, FERNANDES, 2018; GOUVÊA, 2007).

A cor, no caso dos batons, deve ser idêntica, quando aplicada nos lábios, a aquela demonstrada no bastão. O odor dos batons e *lip balms* é característico, tendo variação de acordo com as fragrâncias utilizadas na sua composição. Entretanto, através do odor também pode-se dizer se o batom é adequado para uso ou não, pois um odor rançoso pode indicar rancificação dos óleos, manteigas e ceras presentes. Os antioxidantes, que fazem parte da composição dos batons, tem como principal

função a de não permitir que este processo de rancificação ocorra, e por isso devem ser escolhidos cuidadosamente e é de suma importância que estejam presentes nas formulações (AMIRALIAN, FERNANDES, 2018; KADU, VISHWASRAO, SINGH, 2014).

Como são formulações que apresentam características físicas desejáveis para sua aplicação, são necessários testes que identifiquem a conformidade dos batons e *lip balms* com estas características pré-estabelecidas. Estes podem ser descritos como testes físico-químicos que são avaliados após a preparação e durante sua avaliação de estabilidade. Na estabilidade preliminar e acelerada, são avaliadas as características organolépticas, como aparência, cor, odor, ponto de fusão, pH, ponto de ruptura e espalhabilidade (AHER et al., 2012; BRASIL, 2007).

O teste para ponto de fusão garante a armazenagem segura do produto para que o mesmo não sofra o processo de derretimento completo. O batom deve ser armazenado em até 55°C para que não ocorra sua fusão, visto que a mesma pode começar a ocorrer a partir de 55°C até 75°C, variando de produto para produto e da composição dos mesmos. Para tal teste, é feita uma análise térmica, que identifica as mudanças químicas/físicas em função da temperatura de exposição (BRYCE, 1993. BROWN, 1988).

A avaliação do ponto de ruptura e da força de aplicação também são importantes. A força de aplicação empregada na aplicação de batom é variável e depende de cada usuário. Os batons/*lip balms* devem se apresentar macios para aplicação, tanto em climas frios quando em climas quentes. A força aplicada não deve exceder 300 g em 15 segundos, pois acima disso o batom pode apresentar ruptura (AHER, et al., 2012; GALEMBECK, CSORDAS, 2009).

A cor, o odor e o brilho são observados respeitando as características de cada produto, pois batons possuem cores diferentes, aplicabilidades diferentes e seus odores podem ser muito característicos. Estes atributos são avaliados visualmente ou com a ajuda de instrumentos e pelo teste de espalhabilidade, onde o produto é aplicado, em temperatura ambiente, em um vidro, para que seja observada a uniformidade de aplicação. O odor é comparado diretamente através do olfato e todas as avaliações sempre são feitas em comparação a uma amostra padrão (FERNANDES et al., 2013; BRASIL, 2007).

Quando estas características organolépticas, de espalhabilidade e de temperatura não apresentarem nenhuma inconformidade após o preparo e quando

comparadas com um padrão, os batons/*lip balms* são submetidos ao estudo de estabilidade. O estudo de estabilidade preliminar inicia 24 a 48 horas após o término da preparação da formulação. Para este estudo, as amostras são armazenadas a temperatura ambiente por 48 horas e também são armazenadas sob diferentes condições de temperatura e avaliadas em dias diferentes, como por exemplo, no terceiro dia após armazenamento, sétimo, décimo, décimo quinto, trigésimo. Os testes conduzidos são os mesmos aplicados a amostra inicial (BRASIL, 2007; GOUVEA, 1993).

Os testes para comprovação de eficácia e segurança aplicados a cosméticos Grau 2 fazem parte do processo de regularização para comercialização. Existe uma grande variedade destes testes *in vivo*, geralmente aplicado em animais e depois em humanos, e podem ser exemplificados pelos testes de toxicidade oral, irritação/corrosividade cutânea, avaliação da irritação primária, avaliação da irritação acumulada, sensibilização dérmica, teste de irritação da mucosa oral, entre outros (BRASIL, 2012).

4 METODOLOGIA

A seguir estão apresentados os procedimentos metodológicos realizados neste trabalho, descrevendo-se os materiais utilizados e os experimentos desenvolvidos.

4.1 Desenho do estudo

Este estudo realizado foi de natureza experimental e descritiva, através do preparo de três formulações labiais, dois batons e um *lip balm* e a análise físico-química e de estabilidade destas formulações desenvolvidas.

O desenvolvimento das formulações, bem como os testes físico-químicos e de estabilidade foram realizados nos laboratórios do curso de Farmácia da Universidade de Santa Cruz do Sul, UNISC, no bloco 35.

A caracterização do ativo presente nas formulações foi realizada nos laboratórios da Central Analítica, na UNISC, no bloco 11.

4.2 Procedimentos metodológicos

4.2.1 Materiais

Os reagentes empregados nas análises de qualidade e os componentes das formulações são listados na Tabela 4, com os respectivos lotes, fornecedor, data de fabricação e validade.

Tabela 4: Reagentes, ativos e excipientes utilizados na formulação e análise de batons e *lip balm* (continua)

Reagente	Fornecedor	Fabricação	Validade	Lote
Óleo de amêndoas doce	Delaware	09/2022	09/2023	1365/22
Cera de carnaúba	Delaware	11/2020	11/2025	918/21
Vitamina E Líquida	Delaware	02/2022	02/2025	1242/22
Óleo de rícino técnico	Delaware	06/2022	06/2024	1413/22
Cera de abelhas branca	Delaware	09/2021	09/2023	1331/21
Butilato de hidroxitolueno	Delaware	10/2021	10/2023	834/22
Óleo de coco	Delaware	08/2022	08/2023	1369/22

Tabela 4: Reagentes, ativos e excipientes utilizados na formulação e análise de batons e *lip balms* (conclusão)

Manteiga de cacau	Delaware	03/2022	03/2024	1198/22
Lanolina Anidra	AUDAZ	01/2020	12/2023	2007454
Manteiga de karité	Delaware	10/2021	04/2023	6/23
Parafina sólida	Delaware	03/2022	03/2027	902/22
Óleo Essencial de hortelã-pimenta	Via Aroma	12/2021	12/2024	070078

Fonte: Autora, 2023

Os equipamentos empregados nos procedimentos experimentais são listados na Tabela 5.

Tabela 5: Equipamentos empregados nos procedimentos experimentais do estudo

Equipamento	Marca/modelo
Estufa de secagem e esterilização	Tecnal
Refrigerador	Consul
pHmetro	Quimis
Balança analítica	Marte AL500
Chapa de aquecimento	Velp Cientifica
Banho-Maria	Tecnal
Cromatógrafo a gás com espectrômetro de massas	Agilent GCMS-5977B

Fonte: Autora, 2023

4.2.2 Formulação proposta e preparação

As Tabelas 6, 7 e 8 apresentam as formulações preparadas para este estudo, com a nomenclatura dos ingredientes cosméticos (INCI), nome comercial, concentração na fórmula e função de cada um dos componentes.

Tabela 6: Formulação 1 - batom

International Nomenclature Cosmetics Ingredients (INCI)	Nomenclatura (português)	Função	Concentração (%)
<i>Copernicia cerifera</i> (Carnauba) Wax	Cera de Carnaúba	Estruturante	10%
<i>Theobroma cacao</i> Seed Butter	Manteiga de cacau	Emoliente	25%
<i>Ricinus communis</i> Seed Oil	Óleo de rícino	Veículo	35%
Paraffinum	Parafina	Agente de consistência	4%
Butylated Hydroxytoluene	BHT	Antioxidante	0,05%
<i>Mentha piperita</i> Oil	Óleo essencial de hortelã-pimenta	Princípio Ativo	2,0%

Fonte: Autora, 2023

Foram preparados 215 mL da formulação. Inicialmente, pesou-se todos os ingredientes sólidos em balança analítica, e os líquidos foram medidos em cálice graduado. Em um gral de porcelana, foram adicionados a manteiga de cacau, óleo de rícino, parafina e BHT e levado para aquecimento em banho-maria até completa fusão de todos os componentes. A cera de carnaúba foi levada para aquecimento, em béquer, em chapa aquecedora, pois tem ponto de fusão mais elevado que os demais ingredientes, e foi mantida sob aquecimento até completa fusão. Após fusão, foi adicionado ao gral de porcelana com os demais ingredientes. O óleo essencial de hortelã-pimenta foi adicionado com a mistura próxima a temperatura ambiente. Após a adição do óleo e sua homogeneização, a mistura foi despejada nas cavidades da forma de batom, sem untar, e resfriadas em temperatura ambiente. 24 horas após o preparo, as balas foram desenformadas para início dos testes e foram colocadas parte em suas embalagens finais e parte em béquer de vidro para realização dos testes.

Tabela 7: Formulação 2 - batom

International Nomenclature Cosmetics Ingredients (INCI)	Nomenclatura (português)	Função	Concentração (%)
Lanolin	Lanolina refinada	Emoliente, emulsificante	20%
<i>Theobroma cacao</i> Seed Butter	Manteiga de cacau	Emoliente	25%
Cera alba	Cera de abelha	Estruturante	25%
Paraffinum	Parafina	Agente de consistência	12%
<i>Cocos nucifera</i> (coconut) Oil	Óleo de coco	Emoliente	18%
Butylated Hydroxytoluene	BHT	Antioxidante	0,05%
<i>Mentha piperita</i> Oil	Óleo essencial de hortelã-pimenta	Ativo	2,0%

Fonte: Autora, 2023

Foram preparados 215 mL da formulação. Inicialmente, pesou-se todos os ingredientes sólidos em balança analítica, e os líquidos foram medidos em cálice graduado. Em um gral de porcelana, foram adicionados a lanolina, manteiga de cacau, cera de abelhas, parafina, óleo de coco e BHT e levado para aquecimento em banho-maria até completa fusão de todos os componentes. O óleo essencial de hortelã-pimenta foi adicionado com a mistura próxima da temperatura ambiente. Após a adição do óleo e sua homogeneização, a mistura foi despejada nas cavidades da forma para batom, sem untar, e deixando resfriar em temperatura ambiente. 24 horas após o preparo, as balas foram desenformadas para início dos testes, sendo uma parte acopladas nas embalagens finais e uma parte acoplada em béquer de vidro para a realização dos testes.

Tabela 8: Formulação 3 – *lip balm*

International Nomenclature Cosmetics Ingredients (INCI)	Nomenclatura (português)	Função	Concentração (%)
Cera Alba	Cera de abelha	Estruturante	6%
<i>Butyrospermum parkii</i> (Shea) Butter	Manteiga de karité	Emoliente	.24%
Tocopherol acetate	Vitamina E oleosa	Antioxidante	1%
<i>Ricinus communis</i> Seed Oil	Óleo de rícino	Veículo	20%
<i>Prunus amygdalus</i> Dulcis Oil	Óleo de amêndoas doce	Emoliente, hidratante	37%
Butylated Hydroxytoluene	BHT	Antioxidante	0,05%
<i>Mentha piperita</i> Oil	Óleo essencial de hortelã-pimenta	Ativo	2,0%

Fonte: Autora, 2022

Foram preparados 215 mL da formulação. Inicialmente, pesou-se todos os ingredientes sólidos em balança analítica, e os líquidos foram medidos em cálice graduado. Em um gral de porcelana, foram adicionados a cera de abelhas, manteiga de karité, óleo de rícino, óleo de amêndoas doce e BHT e levado para aquecimento em banho-maria até completa fusão de todos os componentes. O óleo essencial de hortelã-pimenta e a vitamina E oleosa foram adicionados com a mistura próxima a temperatura ambiente. Após a adição do óleo e da vitamina E e suas homogeneizações, a mistura foi despejada parte nas embalagens para *lip balm* e parte em béquer de vidro para a realização dos testes, que começaram 24 horas após o preparo.

4.3 Testes de estabilidade

4.3.1 Estabilidade preliminar por ciclo gelo-degelo

O estudo de estabilidade preliminar por ciclo gelo-degelo foi desenvolvido de acordo com o estabelecido em Brasil (2004), começando 24 horas após a produção dos batons e do *lip balm*. As amostras foram armazenadas em béquer de vidro coberto com plástico filme, e foram submetidas a ciclos alternados de resfriamento e aquecimento. Os ciclos adotados foram 24 horas em estufa a 40°C e 24 horas em refrigerador a 5°C, equivalendo a um ciclo. O total foram 12 dias, totalizando 6 ciclos. No início e ao final do estudo de estabilidade preliminar foram verificadas as características físico-químicas das amostras, como pH, e as características organolépticas (cor, odor e aspecto), comparando com amostras controles, e também colocadas em béquer e cobertas com plástico filme que foram mantidas em temperatura ambiente.

4.3.2 Estudo de estabilidade acelerada

O estudo de estabilidade acelerada foi desenvolvido 24 horas após o preparo das amostras, conforme descrito em Brasil, 2004. As amostras foram colocadas em béquer de vidro coberto com plástico filme e acondicionadas em estufa a 40°C, sendo realizadas análises de características organolépticas e o pH das amostras nos dias 7, 15 e 30 após o início do teste.

4.3.3 Avaliação das características organolépticas

As características organolépticas foram avaliadas 24 horas após a produção dos batons e *lip balm* e nos intervalos do teste de estabilidade acelerada. Os itens avaliados foram cor, odor, aspecto e homogeneidade das formulações, procurando alterações que pudessem indicar algum processo de instabilidade (como cremação ou coalescência). A avaliação das características organolépticas foi realizada através dos critérios descritos nas Tabelas 9 e 10.

Tabela 9: Avaliação do aspecto

Critério	Escala
Normal, sem alteração	1
Levemente separado	2
Levemente precipitado ou levemente turvo	3
Separado	4
Precipitado ou turvo	5

Fonte: Guia de estabilidade de produtos cosméticos (BRASIL, 2004)

Tabela 10: Avaliação de cor e odor

Critério	Escala
Normal	1
Levemente modificado	2
Modificado	3
Intensamente modificado	4

Fonte: Guia de estabilidade de produtos cosméticos (BRASIL, 2004)

4.3.4 Ensaios físico-químicos

4.3.4.1 pH

O pH das formulações foi verificado 24 horas após o preparo utilizando pHmetro previamente calibrado com tampões 4,0 e 7,0. As amostras não foram diluídas, foram fundidas e foi realizada apenas uma única medida de pH para cada amostra. Também foi verificado o pH dos batons e do *lip balm* nos intervalos do teste de estabilidade acelerada e ao final do teste de estabilidade preliminar por ciclo gelo-degelo, da mesma maneira que avaliados inicialmente, fundindo novamente a amostra para análise no pHmetro previamente calibrado com tampões 4,0 e 7,0. (BRASIL, 2007).

4.3.4.2 Teste de espalhabilidade

O teste de espalhabilidade, para avaliar as características sensoriais, foi realizado sobre uma placa de vidro, 24 horas após o preparo das formulações, com objetivo de observar a ocorrência de fragmentação, deformação ou quebra (principalmente das balas de batom) no momento da aplicação.

O *lip balm* foi espalhado com a ajuda de um pincel sobre a placa de vidro, e, para os batons, as balas foram deslizadas sobre as placas de vidro, simulando a aplicação sobre os lábios. Também foi avaliado a espalhabilidade das amostras nos intervalos do teste de estabilidade acelerada. Os critérios avaliados estão descritos na Tabela 11 (Adaptado de AHER et al.; 2012).

Tabela 11: Critérios para espalhabilidade de batons e lip balms

Critério	Características
Bom	Uniforme, sem fragmentos, sem deformação no batom
Intermediário	Uniforme, surgimento de poucos fragmentos, pequena deformação no batom
Ruim	Não uniforme, surgimento de muitos fragmentos, grande deformação no batom

Fonte: Adaptado de ALVES, 2020

4.3.4.3 Teste de ponto de ruptura dos batons

A força dos batons foi testada 24 horas após o preparo com a ajuda de um método adaptado de Aher e colaboradores (2012), onde são utilizadas porcas de metal e um clip de papel. A porcas, previamente pesadas em balança analítica, são acopladas a uma das pontas do clip de papel, enquanto o clip envolve a bala do batom. A quantidade de porcas necessária para deformar o batom é o peso que o mesmo suporta, sendo este seu ponto de quebra. A cada adição de peso, são observadas as deformações e, ao final, o peso total suportado é registrado.

4.3.4.4 Peso e aparência das balas de batom

As balas de batom foram pesadas, 24 horas após o preparo das formulações, para garantir a uniformidade de peso, de acordo com o peso de calibração das cavidades do molde. Três balas de cada formulação de batom foram cortadas ao meio, na vertical, para analisar sua uniformidade e integridade, verificando se preencheram totalmente a forma no momento do enchimento, garantindo a ausência de bolhas de ar ou falhas que possam comprometer a sua estabilidade (BRASIL, 2007).

4.4 Caracterização do OEMP

A caracterização do óleo essencial adicionado nos batons e no *lip balm* foi realizada somente após a finalização do período do teste de estabilidade acelerada e comparada com a caracterização do óleo puro.

O óleo essencial de *Mentha piperita* foi extraído das amostras por arraste a vapor, e a água foi o solvente utilizado. Ao promover o arraste por vapor, o óleo essencial foi separado das amostras oleosas devido ao resfriamento do sistema, que permite que as partículas do óleo essencial se condensem e sejam coletadas (VALENTIN, SOARES, 2018).

O óleo essencial extraído foi submetido a técnica de cromatografia gasosa com espectrometria de massas para a adequada caracterização dos componentes do óleo essencial (ADAMS, 2007).

Na Tabela 12, observam-se os parâmetros e condições de operação do cromatógrafo a gás.

Tabela 12: Parâmetros e condições de operação do cromatógrafo a gás

Parâmetros	Condições
Coluna capilar	ZB-5MS (5% dimetilpolisiloxano) e dimensões (60m x 0,25mm d.i. x 0,25 µm)
Gás de arraste	Hélio
Fluxo da coluna (mL min ⁻¹)	1,0
Volume de injeção (µL)	1,0
Modo de injeção	<i>Split</i> (1:20)
Temperatura do injetor (°C)	250
Programação da temperatura do forno	60°C – 1 min, 4°C/min. até 200°C – 1 min, 5°C/min até 270°C.
Tempo total (min)	58
Temperatura da fonte de ionização (°C)	230
Temperatura do detector (°C)	150
Modo de aquisição (m/z)	<i>Scan</i> 35 – 500

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Formulações obtidas

As três formulações propostas foram obtidas com êxito.

O batom da Formulação 1 teve um rendimento de 48 balas, todas íntegras. Sua cor inicial se apresentou amarelada/amarronzada clara, com aspecto mais opaco do que brilhante, e odor característico do óleo essencial de hortelã-pimenta, com predominância do cheiro de óleo de rícino e da cera de carnaúba contidos na formulação.

Ao serem submetidas ao corte vertical, as balas se apresentaram íntegras sem presença de ar ou espaços livres, cederam facilmente ao corte e não apresentaram quebra. O peso médio encontrado foi de $3,603 \text{ g} \pm 0,02$.

A espalhabilidade sobre a placa de vidro apresentou uma aplicação uniforme, de coloração esbranquiçada, sem a presença de fragmentos e sem deformação no batom. No entanto, observou-se inicialmente dificuldade na aplicação, não deslizando facilmente. Após o primeiro contato com a superfície de vidro, apresentou facilidade no deslizamento.

O teste do ponto de ruptura foi conduzido com a bala inserida na embalagem final para sua melhor fixação, sendo a embalagem mantida na posição horizontal. Após a adição de 15 g, o batom não sofreu deformações, apresentando início de deformação próximo a 29,338 g, que foi o peso final aplicado.

Já o batom da Formulação 2 teve um rendimento de 42 balas, todas íntegras. A coloração inicial foi amarelo clara, com aspecto mais brilhante do que opaco, e odor característico do óleo essencial de hortelã-pimenta, com predominância do cheiro da lanolina presente na formulação.

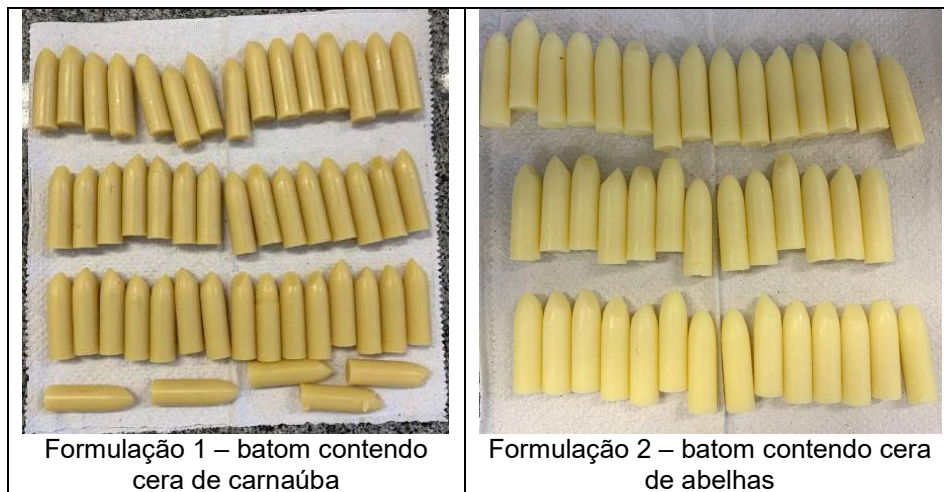
Após submetidas ao corte vertical, as balas se apresentaram íntegras, sem a presença de ar ou espaços livres. Cederam facilmente ao corte e não apresentaram quebra. O peso médio encontrado foi de $3,473 \text{ g} \pm 0,03$.

A espalhabilidade sobre a placa de vidro apresentou uma aplicação uniforme, de coloração quase transparente, sem a presença de fragmentos e sem deformação no batom. Não houve dificuldade de aplicação, tendo o batom deslizado facilmente sobre a placa logo no primeiro contato.

O teste de ruptura foi conduzido na embalagem final para melhor fixação da bala, sendo a embalagem mantida na posição horizontal no momento do teste. Após a adição de 15 g não foram identificados pontos de ruptura, que se manifestaram após adição de 24,728 g.

A Figura 4 apresenta as balas de batom da Formulação 1 e da Formulação 2 24 horas após o preparo.

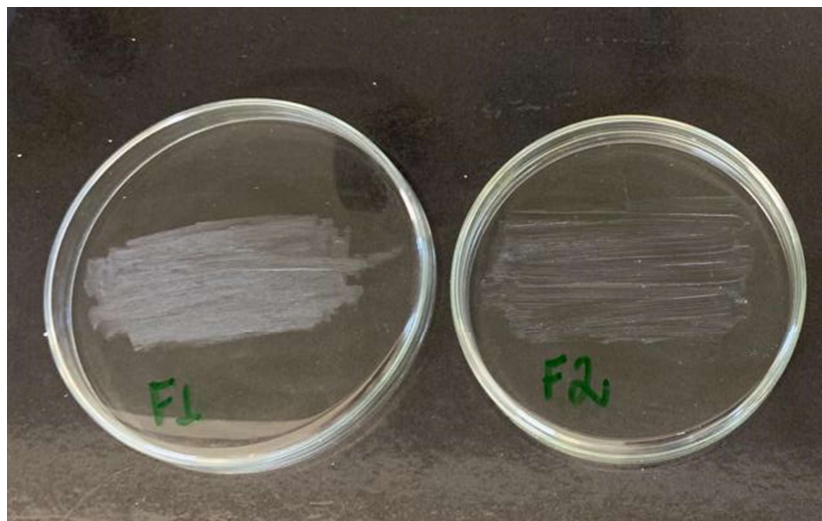
Figura 4: Resultado da formulação de batom 1 e da formulação de batom 2, 24 horas após o preparo



Fonte: Autora, 2023

A Figura 5 representa a visualização do resultado do teste de espalhabilidade das balas de batom da Formulação 1 e da Formulação 2, 24 horas após o preparo.

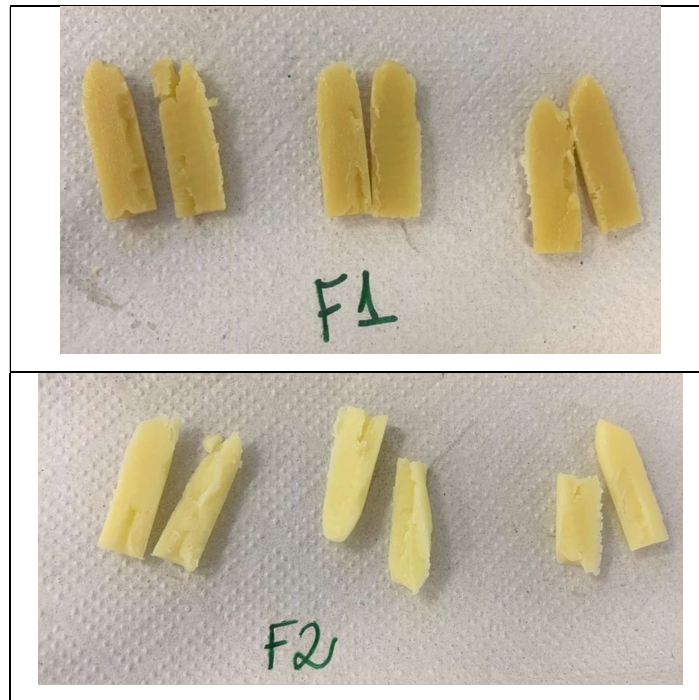
Figura 5: Resultado do teste de Espalhabilidade das formulações de batom 1 e 2, respectivamente, 24 horas após o preparo



Fonte: Autora, 2023

A Figura 6 demonstra o aspecto das balas de batom da Formulação 1 e da Formulação 2, após o corte, 24 horas após o preparo.

Figura 6: Aspecto interno das balas de batom 24 horas após o preparo



Fonte: Autora, 2023

A Figura 7 demonstra o teste de resistência dos batons das Formulações 1 e 2. São apresentados o peso máximo suportado por cada bala e as deformações identificadas como ponto final do teste.

Figura 7: Teste de ruptura das balas de batom da formulação 1 e da formulação 2 , respectivamente, 24 horas após o preparo



Fonte: Autora, 2023

Grande parte das características predominantes do batom obtido a partir da Formulação 1 tem relação com a presença da cera de carnaúba. A coloração amarelada/amarronzada observada foi conferida pela coloração original da cera de carnaúba, marrom claro, que predominou na formulação. A maior resistência a deformação, o maior peso médio e uma potencial aparência de baixa hidratação também podem ser atribuídas a sua presença.

Isso por que, de acordo com Junior, Marques (2009) a cera de carnaúba tende a ser mais dura, retesando mais o batom quando presente, e garantindo, sobretudo, sua forma e que também não sofra alterações quando submetida a temperaturas mais elevadas. Peyrefitte e colaboradores (1998) também destacam que a principal característica apresentada pela cera de carnaúba em batons é a dureza e a capacidade de formação de película, o que pode promover sensações diferenciadas quando aplicados aos lábios, principalmente se o batom possuir apenas esta cera em sua composição.

O potencial hidratante observado no teste de espalhabilidade, só foi manifestado após a película inicial ter sido rompida com aplicação de força. Essa

característica pode ser atribuída a presença do óleo de rícino e da manteiga de cacau adicionados na formulação. Por serem agentes emolientes, tendem a tornar o batom mais hidratado, também conferindo característica hidratante na aplicação. De acordo com Amiralian, Fernandes (2018), todas as características principais de um batom têm relação com a presença dos óleos e ceras da sua composição, pois os mesmos são responsáveis pela dureza, brilho e estrutura.

Quando comparado ao batom da Formulação 2, este se apresentou muito mais hidratante e menos resistente, além de não formar uma película em sua superfície. Isto reforça a ação da cera de carnaúba presente da Formulação 1, que pode ser determinante para conferir as características descritas acima.

De acordo com Arquette e colaboradores (1998), os agentes emolientes podem estar presentes de 40 a 70 % da composição de uma formulação de batom, e quanto maior a porcentagem, maior será a cremosidade e hidratação apresentada pelo batom. A Formulação 2 apresenta 63 % de emolientes em sua composição. Quando comparada com a Formulação 1, que possui 60 %, não é possível atribuir a este componente as diferenças de hidratação observadas, uma vez que a diferença na concentração dos emolientes é importante. O que garante que os batons tenham uma grande diferença de potencial hidratante entre si são as ceras escolhidas para garantir resistência a cada um, e, além das ceras, o conjunto de ingredientes presentes, pois de acordo com Bono e colaboradores (2006), nenhum componente isolado garante todas as características de uma formulação.

Quando comparadas as ceras empregadas nas formulações, a cera de abelhas presente na Formulação 2, além de ser um agente de resistência, também apresenta um leve potencial emoliente e não forma películas sobre a superfície do batom, o que faz com que seu potencial hidratante seja mais facilmente percebido.

A cera de abelhas em batons, de acordo com Smewing (1998) e Peyrefitte e colaboradores (1998) apresenta como característica principal o derretimento do batom sobre os lábios quando aplicado, tornando os batons mais macios. Batons mais macios tendem a não ser tão resistentes, o que se comprova com a comparação do teste de ruptura realizado nas Formulações 1 e 2. O batom 1 resistiu a um peso maior

antes de sofrer as primeiras deformações e não contem a cera de abelhas e sim de carnaúba.

De acordo com Hayati e Chabib (2016), o ponto de ruptura adequado para batons apresenta valores entre 77 e 106 g de peso suportado. Os batons desenvolvidos não foram testados até a ruptura, e espera-se que batons mais hidratantes possuam ponto de quebra mais baixo do que os batons que possuem potencial menos hidratante, e isto pode ser observado nas Formulações desenvolvidas, onde a Formulação 2 suportou um peso menor durante o teste.

Batons muito hidratados, de acordo com Tagliaria (2007), não permanecem por muito tempo sobre os lábios. Para que sua durabilidade seja aumentada, é preciso que sejam adicionadas mais ceras em sua composição. Batons com mais ceras em sua composição são ótimos para maior dureza e durabilidade sobre os lábios, mas, por possuírem potencial hidratante reduzido, não penetram tão facilmente sobre os lábios. Porém, considerando que os óleos essenciais são substâncias lipossolúveis, sendo mais facilmente dispersos em óleos, principalmente em óleos vegetais e que óleos essenciais são melhores absorvidos na superfície cutânea quando aplicados através de componentes oleosos (PEREIRA, 2013), pode-se supor que para maior durabilidade do óleo essencial sobre a superfície dos lábios, o batom da Formulação 1 apresenta-se mais adequado. Entretanto, para que o ativo penetre corretamente na pele dos lábios, batons como os da Formulação 2 são ideais, visto que possui um potencial hidratante maior quando comparado a outra.

A Formulação 3, o *lip balm*, teve o rendimento de 25 embalagens de aproximadamente 5 g cada. A coloração inicial foi quase branca, levemente transparente, com aspecto brilhante e odor característico do óleo de hortelã-pimenta.

A espalhabilidade testada com ajuda de um pincel sobre uma placa de vidro apresentou-se de fácil aplicação, sem a presença de fragmentos, apresentando uma camada praticamente transparente.

A Figura 8 representa a aparência do *lip balm* 24 horas após o preparo.

Figura 8: Formulação 3 24 horas após o preparo



Fonte: Autora, 2023

A Figura 9 apresenta o resultado do teste de espalhabilidade do *lip balm* conduzida 24 horas após o preparo.

Figura 9: Resultado do teste de espalhabilidade da Formulação 3, 24 horas após o preparo



Fonte: Autora, 2023

Lip balms são aplicados sobre os lábios para prevenir ressecamento e rachaduras. Emolientes e hidratantes são os principais responsáveis por essas condições. Dentre todas as formulações testadas, o *lip balm* foi a mais hidratante. Para garantir sua função hidratante, a Formulação 3 foi desenvolvida com 81 % de emolientes em sua composição, justificando seu maior potencial hidratante com relação as demais formulações. Dentre todos os componentes, a formulação três

possui em sua composição a manteiga de karité. Moura Junior e colaboradores (2020) afirmam que a manteiga de karité é um dos componentes mais hidratantes presentes em formulações cosméticas, e auxilia na cicatrização, retendo a umidade da pele e ajudando na sua elasticidade.

De acordo com Kadu e colaboradores (2014), as ceras podem estar presentes em *lip balms*, mas e forma muito balanceada com os demais ingredientes e em proporções pequenas. Na Formulação 3 foi empregado 6 % de cera de abelhas, sobretudo para garantir que o *lip balm* se mantivesse consistente a temperatura ambiente e quando exposto a temperaturas muito elevadas. A combinação de 81 % de emolientes e 6 % de ceras pode justificar o resultado obtido no teste de espalhabilidade, onde obteve-se uma camada praticamente transparente.

Considerando a afirmação de Pereira (2013) que formulações hidratantes possuem maior possibilidade de absorção de ativos dispersos nas mesmas, o *lip balm* seria a base adequada para que o óleo essencial cumprisse sua ação. Porém, pelo seu alto potencial hidratante, seu tempo de permanência sobre os lábios é limitado.

5.1.1 Resultados após estabilidade preliminar

Após submissão ao ciclo gelo-degelo, as Formulações apresentaram os resultados contidos nas Tabelas 13 e 14.

Quanto as características físicas, pode-se observar que as formulações de batons não apresentaram alteração promovidos pela alternância de frio e calor neste teste de estabilidade preliminar.

O aspecto se manteve o mesmo no início dos testes devido as ceras presentes na composição das formulações, que são responsáveis por dar estrutura para os batons, de acordo com Gouvêa (2007). A mesma justificativa pode-se empregar para o fato de as balas de batom não apresentarem alterações na forma. Suas ceras, que possuem ponto de fusão elevados, estando entre 60 °C e 65 °C para a cera de abelhas, de acordo com Silva e colaboradores (2003) e entre 80 °C e 87 °C para a cera de carnaúba, de acordo com Ourique e colaboradores (2015), não enfrentaram nenhum processo de derretimento ou ressecamento pelo frio.

O odor do óleo essencial ainda se manteve presente após os ciclos gelo-degelo, apesar de óleos essenciais serem compostos muito voláteis, as variações sofridas nestes 12 dias não afetaram sua estabilidade (PEREIRA, 2013).

Tabela 13: Resultados após ciclo gelo-degelo das Formulações 1 e 2 - batons

Ciclo gelo-degelo	T = 0	T = 12 dias (6 ciclos)
pH ^{AC} F1	4,80	4,81
pH ^{AT} F1	4,75	4,73
Aspecto ^{AC} F1	Consistente e homogêneo	Normal, sem alterações
Aspecto ^{AT} F1	Consistente e homogêneo	Normal, sem alterações
Cor ^{AC} F1	Amarelada/amarronzada clara	Normal
Cor ^{AT} F1	Amarelada/amarronzada clara	Normal
Odor ^{AC} F1	Óleo essencial de hortelã-pimenta + cera de carnaúba	Normal
Odor ^{AT} F1	Óleo essencial de hortelã-pimenta + cera de carnaúba	Normal
pH ^{AC} F2	5,40	5,39
pH ^{AT} F2	5,38	5,33
Aspecto ^{AC} F2	Consistente e homogêneo	Normal, sem alterações
Aspecto ^{AT} F2	Consistente e homogêneo	Normal, sem alterações
Cor ^{AC} F2	Amarelada clara	Normal
Cor ^{AT} F2	Amarelada clara	Normal
Odor ^{AC} F2	Óleo essencial de hortelã-pimenta + lanolina	Normal
Odor ^{AT} F2	Óleo essencial de hortelã-pimenta + lanolina	Normal

AC: Amostra controle (mantida em temperatura ambiente); AT: Amostra teste; F1: Formulação 1; F2: Formulação 2

Fonte: Autora, 2023

Com relação ao pH, Galembeck e Csordas (2009) indicam que formulações destinadas para aplicação labial devem ter seu pH próximo a 6 e 7, para ser compatível com o pH da saliva humana.

As Formulações 1 e 2, mesmo antes do ciclo gelo-degelo apresentaram pH abaixo do esperado para formulações labiais. Isto pode ser explicado, pelos achados no estudo conduzido por Oliveira e colaboradores (2019) na preparação de batons com compostos bioativos naturais, onde os autores supõem que durante o processo de produção dos batons, a submissão ao aquecimento pode causar degradação hidrolítica dos compostos graxos presentes nas formulações e com isto deixar o pH das formulações mais ácidos. No ciclo gelo-degelo, não houveram alterações de pH.

Tabela 14: Resultado após ciclo gelo-degelo da formulação 3 – *lip balm*

Ciclo gelo-degelo	T = 0	T = 12 dias (6 ciclos)
pH ^{AC}	7,25	7,23
pH ^{AT}	7,21	7,16
Aspecto ^{AC}	Homogêneo, levemente consistente	Normal, sem alterações
Aspecto ^{AT}	Homogêneo, levemente consistente	Alterações leves
Cor ^{AC}	Branca translúcida	Normal
Cor ^{AT}	Branca translúcida	Normal
Odor ^{AC}	Óleo essencial de hortelã-pimenta	Normal
Odor ^{AT}	Óleo essencial de hortelã-pimenta	Normal

AC: Amostra controle (mantida em temperatura ambiente); AT: Amostra teste

Fonte: Autora, 2023

Já com relação ao *lip balm* houveram leves alterações físico-químicas quando nos momentos de calor do ciclo gelo-degelo devido à baixa presença de ceras em sua composição e dos óleos presentes na formulação. Os agentes emolientes presentes possuem pontos de fusão baixos, sofrendo alterações facilmente quando expostos a variações de temperaturas muito elevados, como é o caso da manteiga de karité (ponto de fusão de 34 °C) (MOURA JUNIOR et al., 2020).

Das três formulações testadas, a única que apresentou pH mais próximo ao esperado antes do início dos testes foi o *lip balm*.

5.1.2 Resultados do estudo de estabilidade acelerada

Os resultados de pH das Formulações 1, 2 e 3 obtidos após 30 dias de estudo de estabilidade acelerada estão citados na Tabela 15.

As amostras apresentaram pequenas variações no teste de pH, apesar de sua condição de armazenamento de 40 °C, mantendo-se próximas aos valores iniciais encontrados e próximos aos valores encontrados nas amostras controles. Isto pode ser explicado pelo curto espaço de tempo em que as amostras teste foram mantidas nesta condição, prevalecendo as características iniciais dadas pelo processo de obtenção (OLIVEIRA et al., 2019).

Tabela 15: Resultados de pH obtidos após estudo de estabilidade acelerada

Análise	T = 0	T = 7 dias	T = 15 dias	T = 30 dias
pH ^{AC} F1	4,80	4,79	4,75	4,78
pH ^{AT} F1	4,80	4,75	4,72	4,74
pH ^{AC} F2	5,40	5,38	5,42	5,40
pH ^{AT} F2	5,40	5,34	5,36	5,30
pH ^{AC} F3	7,25	7,22	7,24	7,30
pH ^{AT} F3	7,25	7,20	7,21	7,18

AC: Amostra controle (mantida a temperatura ambiente); AT: Amostra teste; F1: Formulação 1; F2: Formulação 2; F3: Formulação 3
Fonte: Autora, 2023

Os resultados das características organolépticas analisadas nos intervalos de tempo do estudo de estabilidade acelerada estão nas Tabelas 16 e 17.

Tabela 16: Resultados obtidos após estudo de estabilidade acelerada da Formulação 1 e da Formulação 2 (continua)

Análise	T = 0	T = 7	T = 15	T = 30
Aspecto ^{AC} F1	Consistente e homogêneo	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações
Aspecto ^{AT} F1	Consistente e homogêneo	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações

Tabela 16: Resultados obtidos após estudo de estabilidade acelerada da Formulação e da Formulação 1 e da Formulação 2 (conclusão)

Cor ^{AC} F1	Amarelada/amarronzada clara	Normal	Normal	Normal
Cor ^{AT} F1	Amarelada/amarronzada clara	Normal	Normal	Normal
Odor ^{AC} F1	Óleo essencial de hortelã-pimenta + cera de carnaúba	Normal	Normal	Normal
Odor ^{AT} F1	Óleo essencial de hortelã-pimenta + cera de carnaúba	Normal	Normal	Normal
Aspecto ^{AC} F2	Consistente e homogêneo	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações
Aspecto ^{AT} F2	Consistente e homogêneo	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações
Cor ^{AC} F2	Amarelada clara	Normal	Normal	Normal
Cor ^{AT} F2	Amarelada clara	Normal	Normal	Normal
Odor ^{AC} F2	Óleo essencial de hortelã-pimenta + lanolina	Normal	Normal	Normal
Odor ^{AT} F2	Óleo essencial de hortelã-pimenta + lanolina	Normal	Normal	Normal

AC: Amostra controle (mantida em temperatura ambiente); AT: Amostra teste; F1: Formulação 1; F2: Formulação 2

Fonte: Autora, 2023

Quanto as alterações físicas das amostras submetidas ao estudo de estabilidade acelerada durante 30 dias, não foram observadas alterações nem na cor, odor ou aspecto. Em um estudo de McIntosh e colaboradores (2018), amostras de batom submetidas ao estudo de estabilidade acelerada por 30 dias apresentaram a formação de gotículas de óleo em sua superfície, indicando incompatibilidade entre os componentes da formulação. No tempo deste estudo, não houveram alterações, indicando que os componentes da formulação são compatíveis entre si.

Tabela 17: Resultados obtidos após o estudo de estabilidade acelerada da Formulação 3

Análise	T = 0	T = 7 dias	T = 15 dias	T = 30 dias
Aspecto ^{AC}	Homogêneo, levemente consistente	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações	Normal, sem alterações
Aspecto ^{AT}	Homogêneo, levemente consistente	Leve alteração de consistência	Leve alteração de consistência	Leve alteração de consistência
Cor ^{AC}	Branca translúcida	Normal	Normal	Normal
Cor ^{AT}	Branca translúcida	Normal	Normal	Normal
Odor ^{AC}	Óleo essencial de hortelã-pimenta	Normal	Normal	Normal
Odor ^{AT}	Óleo essencial de hortelã-pimenta	Normal	Normal	Normal

AC: Amostra controle (mantida em temperatura ambiente); AT: Amostra teste

Fonte: Autora, 2023

Já com relação ao *lip balm* houveram algumas alterações físicas com relação ao aspecto da amostra, que se mostrou mais fluído. Como a presença de ceras é menor, e as ceras, de acordo com Peyrefitte e colaboradores (1998) são responsáveis por garantir a resistência de batons e *lip balms*, a mudança de consistência devido ao calor a qual foi submetida por 30 dias seguidos pode ser assim justificada. A fluidez também pode ter relação com o ponto de fusão baixo de alguns emolientes, como da manteiga de karité (em torno de 34 °C), que, após submetida a calor intenso por 30 dias, provavelmente apresentou-se mais fluída, alterando as características do *lip balm*. Com relação ao odor e a cor após a estabilidade acelerada, não houveram alterações.

5.1.3 Resultados obtidos após a caracterização do óleo essencial

A caracterização do óleo essencial empregado nas formulações só foi possível de ser realizada para o batom da Formulação 1.

A temperatura para a realização da extração do óleo essencial por arraste a vapor é bastante elevada (aproximadamente 100 °C), o que pode ter feito com que alguns componentes presentes nas Formulações 2 e 3, especialmente as manteigas e óleos, perdessem algumas de suas propriedades principais e no momento do arraste, aprisionassem o OEHP nas suas estruturas, influenciando a sua não separação. Isto pode ser visualizado pelo aspecto final obtido do processo de extração por arraste nas formulações citadas, onde obteve-se um óleo extraído com a coloração dos batons, e não transparente, como deveria ser quando é extraído óleo essencial, indicando que o que foi extraído foram as formulações em si, e não o OEHP sozinho.

Na formulação 1, alguns dos componentes, como é o caso da cera de carnaúba, possuem ponto de fusão mais elevados e não evaporam facilmente, o que pode justificar o sucesso da extração do OEHP na Formulação 1 com a técnica de arraste a vapor empregada.

A Tabela 18 demonstra os resultados obtidos após a caracterização da amostra do óleo essencial enviado para análise e a amostra extraída da formulação 1, respectivamente.

Tabela 18: Identificação percentual das substâncias presentes no OEHP e na Formulação 1 (continua)

Tempo de retenção (minutos)	Nome da substância	Percentual relativo (%) no OEHP	Percentual relativo (%) na Formulação 1
9,18	D-Limoneno	2,23	-----
9,26	Eucaliptol ou 1,8-cineol	6,92	4,05
13,40	Mentona	31,33	24,07
13,74	Isomentona	7,64	6,95
14,08	Mentol	38,87	43,50
16,28	<i>Pulegone</i>	1,11	0,92
18,12	(-)- <i>Neomenthylacetate</i> (<i>Neomentol</i>)	10,02	9,56
22,23	<i>Caryophyllene</i>	1,87	1,42

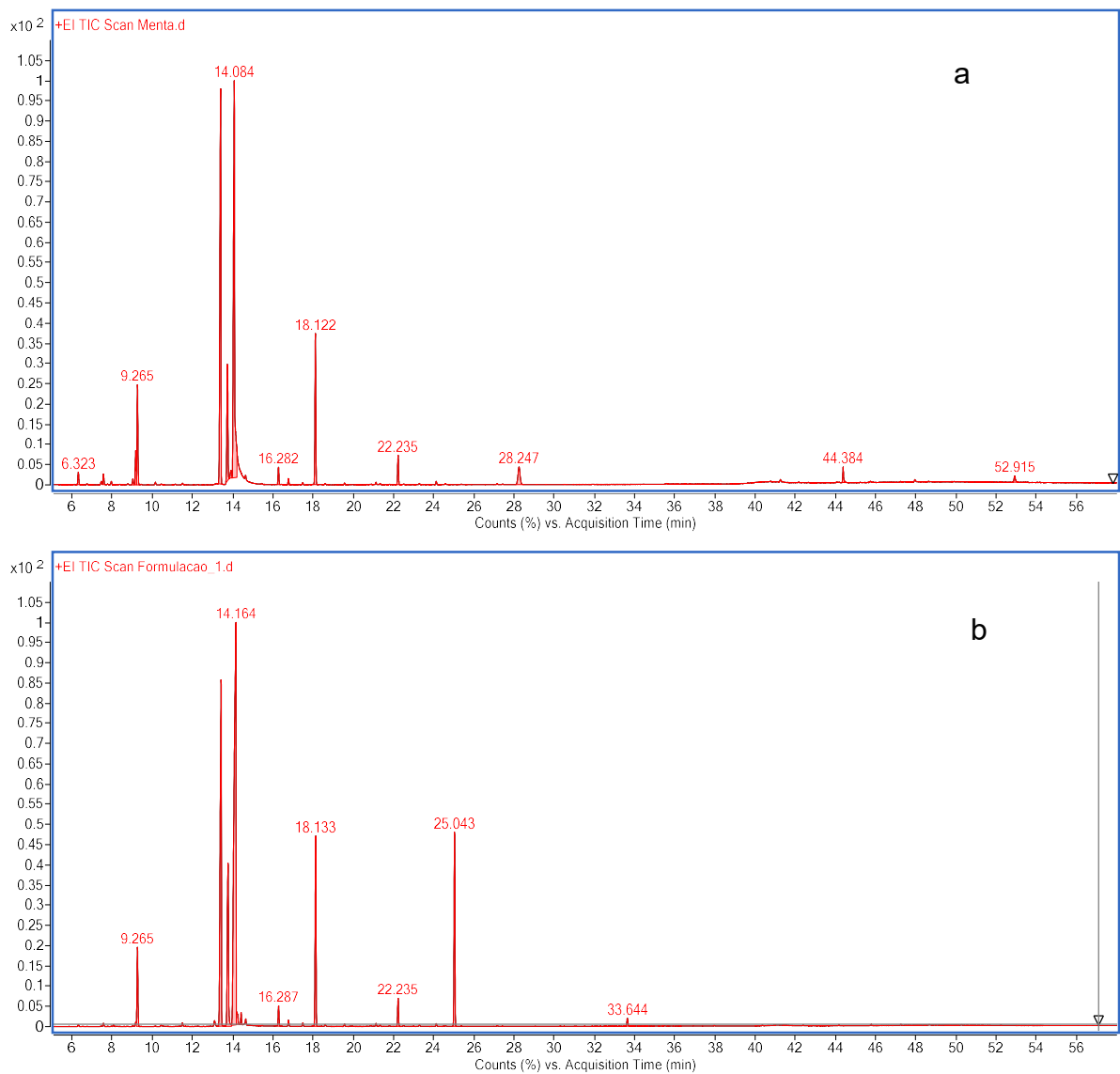
Tabela 18: Identificação percentual das substâncias presentes no OEHP e na Formulação 1
(conclusão)

25,0 Butylated Hydroxytoluene ---- 9,53

Fonte: Laboratório de Química Analítica, bloco 11

A Figura 10 representa os perfis cromatográficos, com os tempos de retenção e os picos obtidos dos componentes caracterizados no OEHP puro e no OEHP obtido da Formulação 1

Figura 10: a) Cromatograma do OEHP b) Cromatograma do OEHP extraído da Formulação 1



De acordo com informações da ISO (2006), os principais componentes a serem encontrados em análises de óleo essencial de hortelã-pimenta são mentol, mentona, 1,8-cineol e isomentona, sendo pulegone, neomentol e cariofileno também encontrados, mas em menores quantidades.

Patel e colaboradores (2007) e Davis e colaboradores (2005) dizem que o mentol e a mentona são os dois principais componentes do óleo essencial de hortelã-pimenta, sendo suas concentrações mínimas esperadas 32,0 e 13,0 %, respectivamente, e as concentrações máximas 55,0 e 32,0 %.

O OEHP puro apresentou as concentrações esperadas para os principais componentes, de acordo com o preconizado pela ISSO (2006), estando apenas em maior quantidade do que o previsto o Neomentol. Isso pode ocorrer por motivos como a variedade da planta e as condições de crescimento, alternando, mas não significativamente, as concentrações de neomentol no óleo extraído (FREIRE, 2020).

Já na análise do óleo essencial extraído da Formulação 1, a principal diferença é que não foi notada a presença do D-limoneno na amostra da Formulação 1, como encontrado na amostra de OEHP. A amostra também apresentou quantidades menores de mentona e maiores de mentol, sem alterações significativas na composição do óleo pois ainda se encontram dentro das concentrações mínimas e máximas esperadas, o que indica que, mesmo após o processo de produção do batom e o tempo exposto ao teste de estresse, o óleo ainda se apresentou dentro do que era esperado.

O D-limoneno, de acordo com Crowell (1999), apresenta-se como um terpeno altamente volátil. Assim como o D-limoneno, o neomentol, o mentol e a mentona também se apresentam como terpenos, que são, de acordo com Croteau (1991) substâncias químicas conhecidas por se converterem facilmente uns nos outros por reações de oxidação. Por serem compostos voláteis e termolábeis, podem ser facilmente oxidados e hidrolisados.

Por estas características, as diferenças notadas por aumento ou diminuição nas concentrações entre todos os terpenos, no óleo extraído da Formulação 1 com relação ao óleo de OEHP, poderiam ser justificadas pela presença das altas temperaturas no momento da extração, oxidando os terpenos e convertendo porções deles entre si e justificando as alterações encontradas.

Entretanto, a presença do composto Butil Hidroxitolueno na Formulação 1, esta se justifica por ele ter sido adicionado como antioxidante na formulação e por ser um composto lipossolúvel, de ponto de fusão 70 °C foi arrastado no momento da extração.

Um estudo de Nilo (2015) comparou 5 marcas diferentes de óleo essencial de hortelã-pimenta através de cromatografia gasosa com espectrometria de massas, identificando as porcentagens de cada constituinte em cada óleo. Os resultados obtidos identificaram que o mentol encontrou-se de 35,5 até 50,70 % nos óleos, a mentona de 6,2 até 21,22 %, isomentona de 0,1 até 6,64 %, neo-mentol de 0,74 até 4,6 %, D-limoneno de 0 até 0,03 %. Dentro dos resultados obtidos pelo estudo e em comparação com a análise do óleo realizada no presente trabalho, o OEHP comercial apresentou níveis mais altos de D-limoneno, mentona, isomentona e neo-mentol. O OEHP extraído das amostras de batom apresentaram diferenças quanto ao óleo comercial e ficaram mais próximos dos resultados obtidos no estudo quanto aos componentes isomentona e mentona. As diferenças obtidas podem ser explicadas por diferentes formas de cultivo, de acordo com Chagas e colaboradores (2009), onde foi analisada uma amostra de OEHP cultivada em Manaus, obtendo concentrações diferentes de uma cultivada em São Paulo.

A Farmacopeia Brasileira (2010) caracteriza as porcentagens dos componentes do OEHP como: D-limoneno 0,5 - 5,0 %, Mentona 6,0 - 30,0 %, Isomentona 2,0 – 10,0 %, Neo-mentol 2,0 – 3,5 %, Mentol 35,0 – 79,0 %. Comparando os resultados obtidos com os resultados esperados pela Farmacopeia, somente o Neo-mentol encontrou-se acima do esperado no OEHP obtido da Formulação 1. Uma possível justificativa seria explicada pela conversão de terpenos uns nos outros, de acordo com Croteau (1991).

6 CONCLUSÕES

A partir dos resultados experimentais obtidos, é possível concluir:

- * Foi possível desenvolver formulações tópicas labiais contendo óleo essencial de *Mentha x piperita* (L).
- * Farmacotecnicamente, as formulações elaboradas aceitaram a incorporação do óleo essencial de hortelã-pimenta em sua composição.
- * As formulações testadas não sofreram alterações físico-químicas significativas durante os testes de estabilidade acelerada e estabilidade preliminar por ciclo gelo-degelo.
- * As formulações permaneceram estáveis após a condução dos testes de estabilidade preliminar por ciclo gelo-degelo e estabilidade acelerada.
- * O sensorial e as características físico-químicas das formulações testadas apresentaram-se de acordo com o preconizado.
- * O método utilizado para a extração do óleo essencial de hortelã-pimenta só foi eficaz para a extração do óleo da Formulação 1.
- * O óleo essencial de hortelã-pimenta da Formulação 1 foi caracterizado após o teste de estabilidade acelerada, apresentando alterações quanto aos terpenos presentes em sua composição.

REFERÊNCIAS

ADAMS, R. P. **Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry**. Allured Published Corporation, 2007. Acesso em: 22/05/2023

AHER, A.A., BAIRAGI, S.M., KADASKAR, P.T., DESAI, S.S., NIMASE, P.K. **Formulation and evaluation of herbal lipstick from colour pigments of *Bixa orellana* (bixaceae) seeds**. Int J Pharm Pharm Sci. 2012 Disponível em: <http://connection.ebscohost.com/c/articles/84512882/formulation-evaluation-herbal-lipstick-from-colour-pigments-bixa-orellana-bixaceae-seeds> Acesso em: 01/09/2022

ALVES, J. S., **Desenvolvimento de batom contendo pigmento natural**. Universidade de Uberaba; MG, BRASIL, 2020. Disponível em: <https://repositorio.uniube.br/bitstream/123456789/1582/1/J%C3%89SSICA%20SANTOS%20ALVES.pdf> Acesso em: 19/11/2022

AMIRALIAN, L., FERNANDES, C. R., **Fundamentos da cosmetologia: batons**. Cosmetics & Toiletries. BRASIL, 2018. Disponível em: file:///C:/Users/Pessoal/Documents/Faculdade%208%20semestre/TC/4fb84-CT305_FundsCosm---Batons.pdf Acesso em: 23/09/2022

AULTON, Michael E. **Delineamento de formas farmacêuticas**. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2005. 677p. Acesso em: 10/10/2022

ARQUETTE, J. CUMMINGS, M. REINHARDT, J., **Ésteres de Jojoba em Barra de Lábios**; Volume 4, 1998. Acesso em: 13/06/2023

AWANG, B. , HO, C.M. , MARIANI, R. **Effect of various formulations on melting point and viscosity of natural ingrediente based lipstick. Studies in surface and Catalysis**. Book Seris. New Development and Application in Chemical Reaction Engineering. Elsevier, 2006. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0167-2991\(06\)81691-5](https://doi.org/10.1016/S0167-2991(06)81691-5) Acesso em: 22/09/2022

BARROS, B. S., **Avaliação da atividade antifúngica do óleo essencial de *Mentha piperita* L. (hortelã-pimenta) sobre cepas de *Candida albicans***. Paraíba, Brasil, 2017. Disponível em: <https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/123456789/3720> Acesso em: 25/09/2022

BOGLE, M.A. , ARNDT, K.A. , DOVER, J.S. et al. ***Evaluation of Theaging Face***. Atlas of Cos-metic Surgery, 2nd edn. Philadelphia, PA: Saunders Else-vier; 2009. Acesso em: 18/08/2022

BONO, A. MUN, H. C. RAJIN, M. ***Effect of Various Formulation on Viscosity and Melting Point of Natural Ingredient Based Lipstic; Studies in Surface Science and Catalysis***; Vol 159; 2006. Acesso em: 13/06/2023

BRASIL. ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **COSMÉTICOS: CONCEITOS E DEFINIÇÕES**. Anexo II RDC 07/2015. Brasília, Brasil, 2015. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/acessoainformacao/perguntasfrequentes/cosmeticos/conceitos-e-definicoes> Acesso em: 22/09/2022

BRASIL. ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **FARMACOPEIA BRASILEIRA** 5ª Ed, volume 1. Brasília, 2010. Disponível em: <http://antigo.anvisa.gov.br/documents/33832/260079/5%C2%AA+edi%C3%A7%C3%A3o+-+Volume+1/4c530f86-fe83-4c4a-b907-6a96b5c2d2fc> Acesso em: 18/08/2022

BRASIL. ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **GUIA DE CONTROLE DE QUALIDADE DE PRODUTOS COSMÉTICOS** Vol 1. Brasília, Brasil, 2004. Disponível em: [file:///C:/Users/Pessoal/Downloads/guia-de-estabilidade-de-cosmeticos%20\(3\).pdf](file:///C:/Users/Pessoal/Downloads/guia-de-estabilidade-de-cosmeticos%20(3).pdf) Acesso em: 17/11/2022

BRASIL. ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **GUIA DE CONTROLE DE QUALIDADE DE PRODUTOS COSMÉTICOS** 1ª Ed. Brasília, Brasil. 2007. Disponível em: https://www.crq4.org.br/downloads/guia_cosmetico.pdf Acesso em: 22/09/2022

BRASIL. ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **GUIA DE CONTROLE DE QUALIDADE DE PRODUTOS COSMÉTICOS** 2ª Ed. Brasília, Brasil, 2008. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/cosmeticos/manuais-e-guias/guia-de-controle-de-qualidade-de-produtos-cosmeticos.pdf/view> Acesso em: 17/10/2022

BRASIL. ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **GUIA PARA AVALIAÇÃO DE SEGURANÇA DE PRODUTOS COSMÉTICOS** 2ª Ed. Brasília, Brasil, 2012. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/cosmeticos/manuais-e-guias/guia-para-avaliacao-de-seguranca-de-produtos-cosmeticos.pdf/view> Acesso em: 22/09/2022

BRASIL. FARMACOPEIA BRASILEIRA. 6º EDIÇÃO. volume II. Monografias plantas medicinais, 2019. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/assuntos/farmacopeia/farmacopeia-brasileira/6a-edicao-volume-2> Acesso em: 23/08/2022

BROWN, M.E. *Introducion to Thermal Analysys – Techniques and Applications*. London: Chapman and Hall, 1988. Disponível em: <file:///C:/Users/Pessoal/Downloads/1-IntroductiontoThermalAnalysisTechniquesandApplications.pdf> Acesso em: 15/09/2022

BRYCE, D.M. *Decorative Cosmetic in Poucher's Perfumes, Cosmetics and Soap*. 9th ED. H. Butler (ED), Chapman and Hall, Cambrige, 1993. Acesso em: 03/09/2022

CHAGAS, A.C.S., CHAVES, F.C.M., SOUZA, A.M., BIZZO, H.R., LIMA, S.C.S., SILVA, A; **Teor e caracterização química do óleo de hortelã-pimenta nas condições climáticas de Manaus;** 2009; Disponível em: <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/684832/1/S8658.pdf> Acesso em: 25/06/2023

CROTEAU R. **Metabolism of monoterpenes in mint (*mentha*) species**. *Planta Med.* 1991 Oct;57(7 Suppl):S10-4. Disponível em: doi: 10.1055/s-2006-960223. Acesso em: 25/06/2023

DAVIS, E.M. et al. **Monoterpene Metabolism: Cloning, Expression and Characterization of Menthone Reductases from Peppermint**. *Plant physiology*. V 137. 2005. Acesso em: 03/09/2022

DE GROOT, A. , SCHMIDT, E. **Essential Oils Part V: Peppermint Oil, Lavander Oil, and Lemongrass Oil. Dermatitis**. 2016 Disponível em: <https://doi.org/10.1097/DER.0000000000000218> Acesso em: 09/09/2022

DEHAVEN, C. **Brilho e saúde da pele**. *Cosmetoquia*; Brasil, 2020. Disponível em: <https://cosmetoquia.com.br/article/read/area/IND/id/167/> Acesso em: 07/10/2022

DRAELOS, Z. **Botanicals as topical agents**. *Clinics in dermatology*; 19, pp 474 – 477; 2001; Disponível em: [https://doi.org/10.1016/s0738-081x\(01\)00187-0](https://doi.org/10.1016/s0738-081x(01)00187-0) Acesso em: 09/10/2022

FEITOSA, K.A. **Efeito do Mentol e da Mentona e sua Complementação ao Praziquantel no Processo Inflamatório Durante a Esquistossomose Murina**. São Carlos, São Paulo. 2018. Disponível em: https://repositorio.ufscar.br/bitstream/handle/ufscar/10349/Feitosa_Karina_2018.pdf?sequence=6&isAllowed=y Acesso em: 05/09/2022

FERNANDES, A. R., DARIO, M. F., PINTO, C. A. S. O., KANEKO, T. M., BABY, A. R., VELASCO, M. V. R. **Stability evaluation of organic lip balm**. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S1984-82502013000200011>. Acesso em: 8/08/2022

FICHA DE DADOS DE SEGURANÇA DO ÓLEO ESSENCIAL DE HORTELÃ-PIMENTA PURO; Óleo de hortelã-pimenta; ROTH; 2021; Disponível em: <https://www.carlroth.com> Acesso em: 17/10/2022

FREIRE, Marcelo Moreira. **Composição e atividade antifúngica do óleo essencial de hortelã-pimenta (Mentha piperita L.)**. Cia do eBook, 2020. Acesso em: 21/06/2023

GALEMBECK, F.; CSORDAS, Y. **Cosméticos: A Química da beleza**. 2009. Disponível em: http://web.ccead.puc-rio.br/condigital/mvsl/Sala%20de%20Leitura/conteudos/SL_cosmeticos.pdf Acesso em: 16/09/2022

GOMES, R.K. , DAMAZIO, M.G. **Cosmetologia: Descomplicando os Princípios Ativos**. 3. ed., rev. São Paulo: LMP, 2009. Acesso em: 23/08/2022

GOUVÊA, M. C. B. L. F. **Evolução na formulação de batons**. Cosmetogua; Brasil, 2007. Disponível em: <https://cosmetogua.com.br/article/read/area/IND/id/875/> Acesso em: 16/08/2022

GOUVEA, M.C.B.L.F. **Desenvolvimento de Base de Batons**. *Cosmet. Toiletries* (Portuguese edition), V. 5 N.2 1993. Acesso em: 22/09/2022

GUIA PRÁTICO DE AROMATERAPIA. Vishwa Aroma. 1º Edição online. 2018. Disponível em: <file:///C:/Users/Pessoal/Documents/Faculdade%208%20semestre/TC/Guia%20Pr%C3%A1tico%20de%20Aromaterapia.pdf> Acesso em: 22/09/2022

HAYATI, F.; CHABIB, F. **Desenvolvimento de maquiagem multifuncional: batom com propriedade fotoprotetora, emoliente e hidratante**; 2016. Acesso em: 13/06/2023

ISMAIL, A.F., HUSSEIN, M.Z., BHAT, A.H.; **Uma revisão sobre as fontes, composição e atividades biológicas do limoneno**. Arabia Journal of Chemistry; 2019. Acesso em: 21/06/2023

ISO *International Organization for Standardization*. ISO 856: **Essential oil of peppermint** Disponível em: <http://www.iso.org> Acesso em: 15/09/2022

JAYAPRAKASH, R. , HAMEED, J. , ANUPRIYA. **Uma Visão Geral do Sistema de Entrega Transdérmica**. Asiático J Pharm Clin res 2017. Acesso em: 22/09/2022

JUNIOR, J. A. M.; MARQUES, L.G. A. **Cera de Carnaúba**. Cadernos de Prospecção, 2. 2009 Disponível em: <https://doi.org/10.9771/cp.v2i1.11545> Acesso em: 24/05/2023

KADU, M., VISHWASRAO, S., SINGH, S. **Review on natural lip balm**. *International Journal of Research in Cosmetics Science*; 2014. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/301204451> Review on Natural Lip Balm Acesso em: 12/09/2022

KAMATOU G.P. , VERMAAK I. , VILJOEN A.M. , et al. **Menthol: A Simple Monoterpene With Remarkable Biological Properties**. *Phytochemistry* 2013; Acesso em: 18/08/2022

KOLE, P. et al., **Cosmetics Potencial of Herbal Extracts**. *Natural product Radiance*, 4, pp 315 – 321; 2005. Acesso em: 13/11/2022

KUMAR, R. , KATARE, O. P. **Lecithin Organogels as a Potential Phospholipid-Structured System for Topical Drug Delivery: a review**. *AAPS PharmSciTech*, v. 6, n. 2, p. 298-310, 2005. Disponível em: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16353989> Acesso em: 29/08/2022

LACHMAN, L. , LIEBERMAN, H. A. , KANIG, J. L. **Teoria e Prática na Indústria Farmacêutica**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 2001. 2 v. Acesso em: 23/08/2022

LEONARDI G.R. **Cosmetologia Aplicada**. 2ª Ed. São Paulo, Santa Isabel; 2008. Acesso em: 22/08/2022

LIMA, R. M. **Potencial do efeito antibacteriano do óleo essencial de hortelã (*Mentha piperita* L) na inibição do crescimento de bactérias patogênicas em soro de queijo coalho**; 2014; Disponível em:

<https://repositorio.ufpe.br/bitstream/123456789/18212/2/LIMA%2c%20Raphaella%20Mendes.pdf> Acesso em: 09/10/2022

MARTINS, M.M., COSTA, S.B., NEVES, C., et al. ***Olive Oil Flavoured by the Essential Oils of Mentha piperita and Thymus mastichina L.*** Food Qual Prefer 2004;15:447Y452. Acesso em: 09/09/2022

McIntosh K, Smith A, Young L, Leitch M, Tiwari A, Reddy C, et al. ***Alkenones as a Promising Green Alternative for Waxes in Cosmetics and Personal Care Products. Cosmetics.*** 2018. Acesso em: 21/06/2023

MEENA, G.R.L., NAG, M., PATHANIA, V. L., et al. ***Effect of Organic Manure and Plant Spacing on Biomass and Quality of Mentha piperita L. in Himalaya in India.*** J Essent Oil Res; 2013; 25:354Y357. Acesso em: 29/08/2022

MINAMI; ***The inhibitory Effect of Essential Oils on Herpes Simplex Virus Type-1;*** Microbiology and Immunology; 2013; Acesso em: 10/10/2022

MOURA JUNIOR, D. S. , SILVA, G. G. ,FARIAS, L. G. , PASSOS, M. M. , SPARAPAN, R. T. T. , ***Creme para mãos ressecadas;*** Escola Técnica professor Massuyuki Kawano, Tupã, 2020. Acesso em: 13/06/2023

NASCIMENTO, I. G. , ***Caracterização química de óleos de sementes: aplicação na formulação de um batom;*** Universidade do Porto; 2018 Disponível em: <https://repositorio-aberto.up.pt/bitstream/10216/115638/2/287305.pdf> Acesso em: 13/06/2023

NILO, M. C. S. S., ***Composição Química e Atividade Antioxidante da Hortelã Pimenta (Mentha piperita);*** Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro; 2015. Disponível em: <http://www.repositorio-bc.unirio.br:8080/xmlui/bitstream/handle/unirio/10885/MARYAH%20SENNA.pdf?sequence=1> Acesso em: 25/06/2023

OKIGAMI, H., MAIA, Y.L.M., **Fitocosméticos e suplementos**; Nutrição saúde e performance; Ano 7, nº 35; 2007; disponível em: <http://portal.vponline.com.br/pdf/1cf9f683fbce4dc590a52e1cae99f49c.pdf> Acesso em: 17/10/2022

OLIVEIRA, G. L. S., SANTOS, J., XAVIER, A. C. R., PAGANI, A. A. C., **Elaboração de lipstick (batom) com compostos bioativos naturais**; ISTI; 2019. Disponível em: <file:///C:/Users/Pessoal/Downloads/939-3985-1-PB.pdf> Acesso em: 13/06/2023

OURIQUE, P.A., CRUZ, R.C.D., ZORZI, J.E., **Influência da cera de carnaúba no comportamento reológico de misturas usadas na moldagem por injeção em baixa pressão**, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/0366-69132015613571848> Acesso em: 25/06/2023

PATEL, T., ISHIUJI, Y., YOSIPOVITCH, G. **Menthol: a refreshing look at this ancient compound**. Journal of the American Academy of Dermatology, v. 57, n. 5, p. 873-878, 2007. Acesso em: 03/09/2022

PAULUS, D. et al. **Teor e Qualidade do Óleo Essencial de Menta (*Mentha arvensis L.*) Produzida sob Cultivo Hidropônico e em Solo**. Revista Brasileira de Plantas Mediciniais, V.9, 2007. Acesso em: 05/09/2022

PEREIRA, M. F. L. Spaterapia. IN: **O uso de óleos essenciais na Estética**, Cap. 7. AMARAL, Fernando. São Caetano do Sul, SP: Difusão, 2013. Acesso em: 13/06/2023

PEYREFITTE, G., MARTINI, M. C., CHIVOT, M. **Estética-cosmética: cosmetologia Biologia Geral Biologia da Pele**; São Paulo, 1998. Acesso em: 13/06/2023

PROOT, M., SANDRA, P.J. **High Resolution Chromatography**. Chromatogr.Commun. 1986, 9, 618 – 623. Acesso em: 02/10/2022

RAJIN, M., BONO, A., & MUN, H. C. (n.d.). **Optimisation of Natural Ingredient Based Lipstick Formulation by Using Mixture Design**. Journal of Applied Sciences. 2007 Disponível em:

<file:///C:/Users/Pessoal/Documents/Faculdade%208%20semestre/TC/Artigos%20ARLETE/formula.pdf> Acesso em: 23/10/2022

ROCHA, F. P. et al. **Reconstrução de lábio inferior pós-mordedura equina: descrição de técnica e revisão anatômica.** Revista Brasileira de Cirurgia Plástica. v. 25, n. 4, p. 719-722, 2010. Acesso em: 15/09/2022

RUBIOLO, P., LIBERTO, E., SGORBINI, B., RUSSO, R., VEUTHEY, J. L., BICCHI, C. **Fast-GC Conventional Quadrupole Mass Spectrometry in Essential Oil Analysis;** Journal Of Separation Science; 2008; DOI: doi.org/10.1002/jssc.200700577; Acesso em: 10/10/2022

SACKEHEIM, G.I. and D.D LEHMAN, 1998. **Chemistry for the health Science.** 8th edn, Prentice Hall, New Jersey. Acesso em: 19/09/2022

SCHUHMACHER, A., REICHLING, J., & SCHNITZLER, P. (2003). **Virucidal effect of peppermint oil on the enveloped viruses herpes simplex virus type 1 and type 2 in vitro.** *Phytomedicine*, 10(6–7), 504–510. Disponível em: <https://doi.org/10.1078/094471103322331467> Acesso em: 05/09/2022

SEGUIL, S.C.Q. **Delivering High Moisturization from Lipstick.** Cosmetic & Toiletries. Science Applied, 2013. Acesso em: 09/09/2022

SILVA, E.M.B., SILVA, T.J.A., OLIVEIRA, L.B., MÉLO, R.F., JACOMINE, P.K.T., **Utilização da cera de abelhas na determinação da densidade do solo;** R. Bras. Ci. Solo, 2003. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rbcs/a/P58PhLfQCrf6pdnyKMkrqYF/?format=pdf&lang=pt> Acesso em: 25/06/2023

SMEWING, J. **Analysing the texturial properties of cosmetics;** *Cosmetics and Toiletries*, 1998. Acesso em: 13/06/2023

SOUZA, V.M. **Ativos Dermatológicos: Dermocosméticos e Nutricosméticos.** Vol. 9. São Paulo. Editor D.A. Júnio, 2019. Acesso em: 22/08/2022

SOUZA, W. P. , QUEIROGA, C. L. , SARTORATTO, A. , HONÓRIO, S. L. **Avaliação do teor e da composição do óleo essencial de *Mentha piperita* (L.) Huds durante o período diurno em cultivo hidropônico.** São Paulo, 2006. Disponível em: https://www1.ibb.unesp.br/Home/Departamentos/Botanica/RBPM-RevistaBrasileiradePlantasMedicinais/artigo21_v8_n4_p108-111.pdf Acesso em: 15/11/2022

TAGAMI, H. ***Location-Related Differences in Structure and Functional of the Stratum Corneum with Special Emphasis on Those of the Facial Skin.*** *Int J. Cosmet Sci.* 2008. Acesso em: 22/09/2022

TAGLIARI, M. P., STULZER, H. K., **Aspectos gerais da tecnologia de batons;** *Cosmetics and Toiletries* (edição em português) vol 19, 2007. Acesso em: 13/06/2023

TISSERAND, R., YOUNG, R. ***Essential Oil Safety: A guide for health care professionals;*** Churchill Livingstone 2nd ED; 2014; Acesso em: 02/10/2022

TRABULASI L.R., ARTERTHUM F. **Microbiologia** 4ª Ed. São Paulo: Editora Atheneu, 2005. Acesso em: 23/08/2022

WALLER JM, MAIBACH HI. **Idade e Estrutura e Função da Pele, uma Abordagem Quantitativa (I): Fluxo Sanguíneo, pH, Espessura e Ecogenicidade Ultrassonográfica.** *Skin Res Technol.* 2005. Acesso em: 22/09/2022

WILLIAMS, D.F.; SCHMITT, W. H. ***Chemistry and Technology of the Cosmetics and Toiletries Industry.*** 2 ed. London, Blackie Academic & Professional; 1996. 395p. Acesso em: 16/09/2022