

ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

Jumara Aparecida Batista Gonçalves

Estudo do efeito da aplicação de argilas tipo caulim e bentonita como esfoliantes em sabonetes  
faciais em barra

São Paulo

2023

JUMARA APARECIDA BATISTA GONÇALVES

Estudo do efeito da aplicação de argilas tipo caulim e bentonita como esfoliantes em sabonetes  
faciais em barra

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Escola Politécnica  
da universidade de São Paulo para obtenção  
do título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Engenharia  
Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Francisco Rolando  
Valenzuela Diaz.

Coorientador: Prof. Dr. Roberto Martins  
Souza

São Paulo

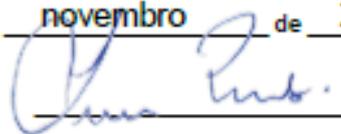
2023

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 03 de novembro de 2023

Assinatura do autor:



Assinatura do orientador:

*Francisco R. Valenzuela Diaz*

### Catálogo-na-publicação

Gonçalves, Jumara Aparecida Batista

Estudo do efeito da aplicação de argilas tipo caulim e bentonita como esfoliantes em sabonetes faciais em barra / J. A. B. Gonçalves -- versão corr. -- São Paulo, 2023.

108 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Sabão 2.Argilas 3.Caulim 4.Bentonita I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

Nome: Jumara Aparecida Batista Gonçalves

Título: Estudo do efeito da aplicação de argilas tipo caulim e bentonita como esfoliantes em sabonetes faciais em barra

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Aprovado em: 06/10/2023

Banca Examinadora

Prof. Dr	Francisco Rolando Valenzuela Diaz
Instituição:	EP – USP
Julgamento:	Aprovada

Prof. Dr <sup>a</sup>	Carina Ulsen
Instituição:	EP – USP
Julgamento:	Aprovada

Prof. Dr	Gonçalo Siqueira
Instituição:	FATEC - EXTERNO
Julgamento:	Aprovada

## RESUMO

A busca de produtos cosméticos fabricado com produtos naturais vem crescendo ao longo dos tempos, com a evolução das indústrias cosméticas e o avanço tecnológico, atualmente é possível agregar benefícios e funções específicas fazendo uso desse tipo de produto.

Na produção de sabonetes faciais é possível agregar partículas abrasivas provenientes de diversas fontes naturais, com o objetivo de atribuí-lo uma função esfoliante. Contudo cuidados técnicos de produção e pesquisas científicas são necessários para que o produto atinja seu melhor desempenho como esfoliante sem causar danos a pele.

Apesar do crescente apelo ao uso de produtos naturais em formulações cosméticas, há poucos trabalhos que exploram as características dos agentes esfoliantes utilizados, bem como sua influência na eficiência abrasiva. As argilas são produtos naturais e acessíveis para o uso em produtos cosméticos, podendo ser competitivos com outros agentes esfoliantes comumente usados pela indústria cosmética, tais como microesferas de arroz, de bambu e de semente e apricot. Dessa forma o presente estudo tem como objetivo apresentar os agentes esfoliantes mais comumente usados em cosméticos e suas características físicas, e compará-los como argilas do tipo caulim e bentonita. Essa comparação tem como finalidade observar o efeito da aplicação do caulim e da bentonita como agente esfoliante em sabonete facial sólido, comercialmente mais conhecido como sabonete facial em barra. A fim de atingir o objetivo proposto no trabalho, a pesquisa se deu em 5 etapas: preparação do sabonete, confecção dos moldes, preparação de solução de sabão a ser utilizada no ensaio de microabrasão, teste de aceitação e caracterização dos agentes esfoliantes e dos sabonetes. Para confecção dos sabonetes foi utilizado o processo Cold Process, os moldes foram confeccionados com borracha de silicone, a solução de sabão com água e sabonete na proporção de 2 %, o teste de aceitação foi realizado utilizando quatro painelistas que reportaram os resultados em formulário próprio; para caracterização dos agentes esfoliantes foram realizados os ensaios de distribuição e forma de partículas, a ensaio de Microscopia eletrônica de varredura-MEV, e ensaios de indentação instrumentada. Através dos resultados obtidos, foi observado que as argilas tipo caulim e bentonita possuem características, similares aos agentes esfoliantes comercialmente utilizados.

Palavras-chave: Sabão. Argilas. Caulim. Bentonita.

## ABSTRAT

The search for cosmetic formulations made of natural products has been growing over time. Based on the evolution of the cosmetic industry and on technological advances, it is currently possible to add benefits and specific functions when using this type of additive.

In order to attribute an exfoliating function to facial soaps, it is possible to add abrasive particles from different natural sources. However, technical production care and scientific research are necessary for the product to reach its best performance as an exfoliant without causing damage to the skin.

Despite the growing appeal for the use of natural products in cosmetic formulations, there are few studies that explore the characteristics of the exfoliating agents used, as well as their influence on abrasive efficiency. Clays are natural and affordable for use in cosmetic products, and can be competitive against other exfoliating agents commonly used by the cosmetic industry, such as rice, bamboo, seed and apricot microspheres.

Therefore, the objective of this study is to present the exfoliating agents most commonly used in cosmetics and their physical characteristics, and compare them with kaolin and bentonite clays. This comparison aims to observe the effect of applying kaolin and bentonite as an exfoliating agent in solid facial soap, commercially better known as bar facial soap.

In order to achieve the objective proposed in the work, the research took place in 5 stages: preparation of the soap, making of molds, preparation of soap solution to be used in the microabrasion test, acceptance test and characterization of exfoliating agents and soaps.

To make the soaps, the Cold Process process was used, molds were made with silicone rubber and the soap solution with water and soap, in a proportion of 2%. The acceptance test was carried out using four panelists who reported the results on a specific form. To characterize the exfoliating agents, particle distribution and shape tests, Scanning Electron Microscopy-SEM tests, and instrumented indentation tests were carried out. Through the results obtained, it was observed that kaolin and bentonite clays have characteristics similar to commercially used exfoliating agents.

Keywords: Soap. Clays. Kaolin. Bentonite.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fluxograma do processo de fabricação de sabonetes (Diagrama de blocos) .....	16
Figura 2: Fluxograma de processos- Processo de semi-fervura (CDI, 1995). .....	18
Figura 3: Fluxograma de processos- Processo fervura completa (CDI, 1995).....	19
Figura 4: Ilustração do ponto de traço da mistura de óleos, gorduras e soda cáustica, durante a reação de saponificação.....	20
Figura 5: Ilustração do ponto de traço da mistura de óleos, gorduras e soda cáustica, após a reação de saponificação.....	20
Figura 6: Fluxograma de processos- Produção de sabão a frio (CDI, 1995). .....	21
Figura 7: Corte transversal da pele ilustrando a estrutura do estrato córneo. ....	22
Figura 8: Esquema da epiderme humana estratificada em cinco subcamadas e células da imunidade, evidenciando as células mortas localizadas no estrato córneo. ....	23
Figura 9: Representação da ação de esfoliação mecânica pelo método scrub. ....	24
Figura 10: Representação da ação química pelo método esfoliação química. ....	25
Figura 11: Representação da ação química pelo método esfoliação enzimática. ....	26
Figura 12: Argilominerais com lamelas do tipo 2:1 ou T:O:T e que apresentam carga elétrica. ....	30
Figura 13: Argilominerais com lamelas do tipo 1:1 ou T:O. ....	31
Figura 14: Taxas de desgaste do cobre sob condições de abrasão e erosão de dois e três corpos, devido a partículas de silício de diferentes tamanhos. ....	36
Figura 15: Comparação da dureza de indentação (medida pelo método Vickers e Knoop) com o número de dureza de Mohs para 10 minerais padrão.....	37
Figura 16: Ábaco de comparação entre várias escalas de dureza. ....	39
Figura 17: Esquema do equipamento de análise de imagem Camsizer™. ....	41
Figura 18: Representação dos termos $x_{min}$ , diâmetro da partícula e $Fe_{max}$ , diâmetro máximo de Ferret. ....	41
Figura 19: Contorno de partícula (linha sólida) com seu elemento componente de arredondamento (círculos tracejados). ....	42
Figura 20: Graus de arredondamento -segundo Russell, Taylor e Pettijohn. In: German Muller, 1967. ....	42
Figura 21: Microscopia eletrônica de varredura: (a) Arredondada (b) Angular. ....	43
Figura 22: Equipamento micro-abrasômetro PLINT TE66. ....	44
Figura 23: Relatório da calculadora de saponificação – Fórmula caulim. Fórmula básica para produção do sabonete esfoliante em barra. ....	47
Figura 24: Questionário para teste de aceitação .....	49

Figura 25: (a) Microabrasômetro Plint TE 66 e (b) Desenho esquemático microabrasômetro de esfera fixa (C).....	51
Figura 26: (a) Microabrasômetro Plint TE 66. (b) Detalhe do microabrasômetro de esfera fixa com a esfera de sabonete acoplada. ....	51
Figura 27: (a) Microabrasômetro Plint TE 66– Ensaio a seco. (b) Microabrasômetro Plint TE 66– Ensaio úmido. ....	52
Figura 28: Microabrasômetro Plint TE 66– Detalhe do Ensaio úmido.....	52
Figura 29: Amostras preparadas para o ensaio de MEV (LABMICRO,2022). ....	54
Figura 30: Microscópio eletrônico de varredura com canhão de efeito de campo - FEG - Inspect 50. ....	55
Figura 31: SimpliMet ® 3000 mounting press. ....	56
Figura 32: Struers Labopol-1.....	56
Figura 33: Amostras embutidas e lixadas. ....	57
Figura 34: Indentador TI 950 TriboIndenter. ....	58
Figura 35: Imagens obtidas por lupa estereocóspica (3x) - Amostras embutidas e lixadas.....	58
Figura 36:Imagens da pele artificial desgastada após ensaio de microabrasão-apricot /arroz. ....	59
Figura 37:Imagens da pele artificial desgastada após ensaio de microabrasão-branco/bambu ....	60
Figura 38: Imagens da pele artificial desgastada após ensaio de microabrasão. caulim/ bentonita.....	61
Figura 39: Perfilometro ótico 3D CCI MP.....	62
Figura 40: Imagens da medição do Ph e avaliação qualitativa – Aspecto .....	64
Figura 41: Imagens da avaliação qualitativa - Dispersão do agente esfoliante.....	65
Figura 42: Resultado do teste de aceitação .....	68
Figura 43: Resultado do teste de aceitação- Médias.....	68
Figura 44: Imagem da esfera de sabonete de 1 (uma) polegada (0,0254 m) deformada durante o ensaio de microabrasão. ....	69
Figura 45: Mapa de desgaste microabrasivo – Ensaio lubrificado .....	70
Figura 46: Mapa de desgaste microabrasivo – Ensaio seco .....	70
Figura 47: Representação da distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) ( $\mu\text{m}$ ).....	72
Figura 48: Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) ( $\mu\text{m}$ ) – Por amostra. ....	74
Figura 49: Distribuição de tamanho de partículas acumulada abaixo e retida por fração ( $x_{c\_min}$ ). ( $\mu\text{m}$ ) – Por amostra. ....	75
Figura 50: Distribuição de tamanho e da morfologia das partículas ( $\mu\text{m}$ ). – Geral .....	76
Figura 51: MEV-Morfologia das partículas ( $\mu\text{m}$ ). – Por amostra .....	77
Figura 52: Imagens da morfologia das partículas – Por amostra .....	78

Figura 53: Mapa representativo da morfologia das partículas – Geral.....	79
Figura 54: Curva deslocamento em função da carga aplicada para F02Bambu.....	82
Figura 55: Curva deslocamento em função da carga aplicada para F03Apricot. ....	82
Figura 56: Curva deslocamento em função da carga aplicada para F04Arroz.....	83
Figura 57: Média e desvio padrão das durezas.....	83
Figura 58: Média e desvio padrão dos módulos de elasticidade reduzido $E_r$ .....	84
Figura 59: Desempenho abrasivo dos sabonetes em função da dureza e do tamanho.....	86
Figura 60: Relatório da calculadora de saponificação – Fórmula caulim. Fórmula básica para produção do sabonete esfoliante em barra. ....	99
Figura 61: Ilustração do ponto de traço da mistura de óleos, gorduras e soda cáustica, após a reação de saponificação (FAIOLA, 2015). ....	100
Figura 62: Amostras de sabonetes em barra de 20gr e esferas de 1 polegada para ensaio de microabrasão.....	101
Figura 63: Amostra de esfera de sabonete de 2 polegadas para teste de aceitação .....	101
Figura 64: Medição de Ph dos sabonetes com fita indicadora de Ph - MColorPhast™ Ph 0 a 14 Ph - Universal Indicator. ....	102
Figura 65: Cortes em esferas de sabonete de uma polegada para visualização da dispersão do agente esfoliante. ....	102
Figura 66: (a) Molde de esfera de 1 polegada de silicone com seringa de 60ml para enchimento do sabonete, (b) Molde de silicone com sabonete após 24h de secagem para ser desmoldado e (c) Esferas de sabonete de 1 polegada deformadas por ineficiência do molde de si.....	104
Figura 67: Molde de polímero não informado pelo fabricante- molde 2 e esferas de sabonete levemente deformadas.....	104
Figura 68: Garrafa PET de 500ml cortada na altura de 7 cm a partir da base .....	105
Figura 69: Sequência do corte transversal no molde de borracha de silicone.....	105
Figura 70: Molde de silicone fabricado pela autora para produção de sabonetes no formato de esferas de 1 polegada e esferas de sabonete de 1 polegada sem deformação. ....	105
Figura 71: Sabonete ralado para produção de solução de sabonete a 2 % m/m.....	107
Figura 72: Preparação da solução de sabonete 2 % m/m.....	108
Figura 73: Solução de sabonete a 2 % m/m para ensaio de microabrasão.....	108
Figura 74: Contra amostra da solução de sabão 2 % m/m. ....	108

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Descrição e tipo de agente esfoliante em produto comercial de acordo com o rótulo. .....	29
Tabela 2: Algumas aplicações das argilas caulim e bentonita. ....	31
Tabela 3: Formulações em porcentagem para produção dos sabonetes esfoliantes em barra..	46
Tabela 4: Configuração do indentador TI 950 TriboIndenter para cada amostra.....	58
Tabela 5: Resultado da avaliação sensorial qualitativa – Aspecto .....	63
Tabela 6: Resultado da avaliação qualitativa - Dispersão do agente esfoliante.....	64
Tabela 7: Resultado do teste de aceitação.....	67
Tabela 8: Resultado do ensaio de microabrasão.....	69
Tabela 9: Distribuição de tamanho e da morfologia das partículas ( $\mu\text{m}$ ). ....	72
Tabela 10: Angularidade das partículas abrasivas.....	80
Tabela 11: Resultados do ensaio de nanoindentação.....	81
Tabela 12: Amostras: Agentes esfoliantes comerciais e argilas – Descrição, tipo e região. ...	98
Tabela 13: Componentes em porcentagem para produção dos sabonetes esfoliantes em barra .....	98

# SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	13
1.2 Objetivos.....	15
1.2.1 Objetivos gerais.....	15
1.2.2 Objetivos específicos .....	15
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	16
2.1 Sabão – Processo de fabricação .....	16
2.2 Pele .....	21
2.3 Agentes esfoliantes ou partículas abrasivas.....	27
2.4 Características e propriedades das argilas .....	30
2.4.1 Caulim.....	32
2.4.2 Bentonita.....	32
2.5 Argilas em formulações cosméticas .....	33
2.5.1 Uso de caulim em formulações cosméticas .....	33
2.5.2 Uso de bentonitas em formulações cosméticas .....	34
2.5.3 O uso de argilas como agentes esfoliantes e a tribologia .....	34
2.6 Tamanho das partículas abrasivas.....	35
2.7 Dureza das partículas abrasivas .....	36
2.7.1 Ensaio de microdureza .....	38
2.7.2 Conversão de escalas de dureza .....	39
2.8 Angularidade e forma das partículas abrasivas.....	40
2.9 Desempenho abrasivo das partículas.....	43
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	46
3.1 Materiais para fabricação do sabonete .....	46
3.2 Método.....	48

3.3	Teste de aceitação dos sabonetes esfoliantes faciais .....	48
3.4	Materiais, equipamento e método para ensaio de microabrasão.....	50
3.5	Ensaio de distribuição e forma de partículas .....	53
3.6	Ensaio de microscopia eletrônica de varredura .....	53
3.7	Ensaio dureza das partículas dos agentes esfoliantes – Ensaio de nanoindentação	55
3.8	Ensaio de análise da superfície da pele artificial após ensaio de microabrasão ....	59
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	63
4.1	Testes de controle de qualidade dos sabonetes .....	63
4.2	Teste de aceitação.....	66
4.3	Ensaio de microabrasão .....	69
4.4	Ensaio de distribuição, tamanho e forma das partículas abrasivas .....	71
4.5	Ensaio de microscopia eletrônica de varredura – MEV .....	77
4.6	Ensaio de nanoindentação (Ensaio de dureza).....	80
5.	CONCLUSÃO.....	87
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	89
7.	REFERÊNCIAS DA LITERATURA.....	90
	ANEXO I – Procedimento para produção de sabonetes esfoliantes facial em barra .....	97
	ANEXO II – Preparação dos moldes para esferas de 1 (uma) polegada (0,0254m) .....	103
	ANEXO III – Preparação da solução de sabonete para ensaio de microabrasão .....	106

## 1. INTRODUÇÃO

A história da cosmetologia se desenvolveu na proporção em que ocorreu o desenvolvimento humano, tendo sua origem associada à luta, caça, religião e superstição, seguida por medicamentos e, depois, aliou-se à área farmacêutica (BUTLER, 2000).

Indícios de uso de cosméticos evidenciam seu uso desde aproximadamente 3000 a.C. Nos anos entre 3000 a.C e 200 d.C, no Norte da África e no Oriente Médio existem evidências em papéis de papiro e murais que os egípcios mais ricos perfumavam seus cabelos e corpos com óleos perfumados, unguentos e pomadas. Naquele tempo o sabão para o corpo era desconhecido, de forma que os óleos e pomadas eram usados como agentes de limpeza eficazes. Naquela época, grandes quantidades de aromas eram usadas em banquetes proporcionados pelos atenienses ricos, quando primeiramente os escravos traziam aos convidados água para as mãos, com argila perfumada misturada com óleo chamada sabão grego. Entretanto, foram os romanos que desenvolveram o banho a tal ponto que os banhos em edifícios públicos se tornaram clubes sociais que eram considerados modernos para a época (BUTLER, 2000).

As primeiras evidências registradas na história de um produto semelhante ao sabão, foram encontradas em cilindros de barro que datam de 2800 a.C, durante escavações realizadas na antiga Babilônia. Os registros resultantes dessas escavações revelam que os habitantes ferviam gordura de animais juntamente com cinzas de madeira para obter o sabão. As inscrições que evidenciam essas descobertas não deixam claro para que exatamente esses produtos eram usados, embora seja provável que seu uso fosse limitado à lavagem de roupas até a época romana. Essa dedução é atribuída a uma lenda romana que conta que em um monte, chamado Monte Sapo, havia um templo de sacrifícios de animais. As gorduras dos animais sacrificados se misturavam com as cinzas provenientes das fogueiras sacrificatórias e dessa forma quando chovia uma mistura de gordura derretida e cinzas de madeira descia a montanha até as margens do rio Tibre, formando assim uma espécie de borra em sua margem. As mulheres que lavavam roupas à margem do rio, perceberam que quando usavam essa borra as roupas ficavam mais limpas. Por causa da lenda ter sido originada nas proximidades do Monte Sapo, essa borra passou a ser chamada de sabão pelos romanos.

Com o passar do tempo os sabões produzidos se tornaram mais refinados em função do uso de matérias-primas de melhor qualidade. Butler (2000), Friedman e Wolf (1996), Venquiaruto et al. (2010) e Vineyard e Freitas (2015), afirmam que apesar do sabão ser o

produto mais antigo produzido, especificamente como surfactante, continua sendo um artigo que desperta interesse comercial, independentemente de sua aplicação.

O sabão é apresentado em uma infinidade de formas sólidas e líquidas, e sua produção se dá pela reação química entre uma gordura e um álcali, resultando em sabão e glicerol.

Ainda que os métodos e técnicas de produção possam ter mudado ao longo do tempo, a química básica do sabão permanece praticamente inalterada (Butler (2000), Friedman e Wolf (1996) e Uchimura (2016)). Em uma linguagem mais abrangente, o termo “sabonete” assumiu uma definição mais funcional, usado para se referir aos artigos de higiene pessoal em geral, já o termo “sabão” é atribuído aos produtos para limpeza geral (FRIEDMAN; WOLF, 1996).

Com a evolução das indústrias cosméticas e o avanço tecnológico na produção de artigos de higiene pessoal, atualmente é possível agregar benefícios e funções específicas a esses produtos. Na produção de sabonetes faciais é possível agregar partículas abrasivas com o objetivo de atribuí-lo uma função esfoliante. Para tanto, cuidados técnicos de produção e pesquisas científicas são necessários para que o produto atinja seu melhor desempenho como esfoliante sem causar danos a pele.

Atualmente, o apelo para uso de produtos naturais está crescente em formulações cosméticas. Contudo, há poucos trabalhos que exploram as características dos agentes esfoliantes utilizados bem como sua influência na eficiência abrasiva.

Portanto, o presente estudo tem o objetivo de apresentar os agentes esfoliantes, mais comumente utilizados em cosméticos, suas características físicas e compará-los às argilas do tipo caulim e bentonita. Essa comparação tem como finalidade observar o efeito da aplicação do caulim e da bentonita como agente esfoliante em sabonete facial sólido, comercialmente mais conhecido como sabonete facial em barra.

## **1.2 Objetivos**

### **1.2.1 Objetivos gerais**

O objetivo geral deste trabalho é contribuir com os estudos realizados sobre o uso de argilas em pó como agentes esfoliantes, propondo a produção de sabonetes faciais em barra, utilizando argilas como partículas abrasivas submetendo-os a ensaios de desempenho abrasivo e comparando os resultados com outras partículas abrasivas usadas comercialmente.

### **1.2.2 Objetivos específicos**

- Revisão da literatura para fundamentação teórica sobre a aplicação das argilas como agentes esfoliantes;
- Desenvolver formulações de sabonetes esfoliantes em barra com argilas do tipo caulim, bentonita, microesferas de arroz, bambu e semente de apricot;
- Realizar simulação das formulações utilizando uma calculadora de saponificação Mendrulandia® e
- Avaliar a abrasividade de sabonetes obtidos, sem carga, carregados com caulim, bentonita, microesferas de arroz, bambu e semente de apricot, utilizando pele sintética como material a ser desgastado.

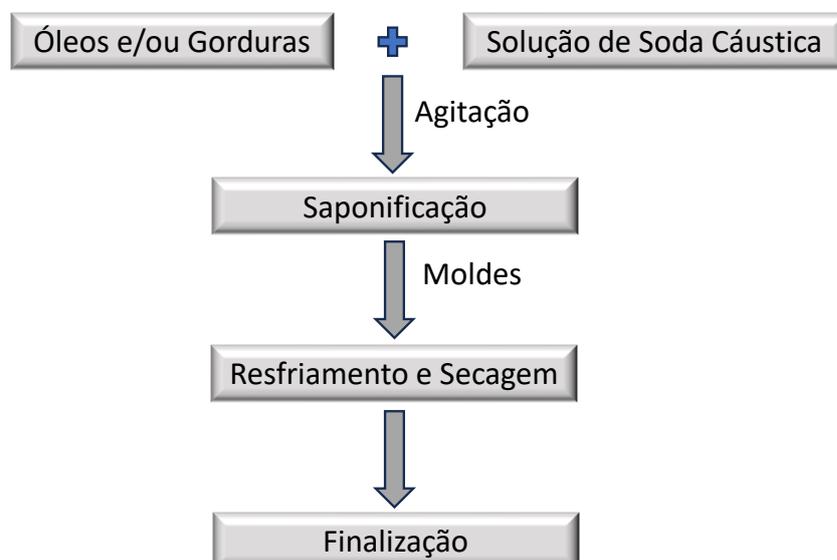
## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Sabão – Processo de fabricação

Segundo Donkor (1986), o processo de fabricação de sabão consiste em decompor a gordura ou óleo em ácidos graxos e glicerina, a partir de três métodos fabricação, que podem ser aplicados em pequena ou grande escala. Esses métodos incluem o processo de semi-fervura, o processo de fervura completa e o processo a frio. No entanto o Centre for the Development of Industry (CDI, 1995) apresenta além dos processos descritos por Donkor, o processo contínuo. Todos os processos de fabricação de sabão acima citados são descritos a seguir.

Em geral a produção de sabão se dá em quatro etapas. A primeira etapa consiste no processamento dos óleos e das gorduras a fim de eliminar eventuais impurezas proveniente de sua produção, armazenamento ou transporte. A segunda etapa consiste na reação de saponificação propriamente dita, durante a qual é adicionada a solução de soda cáustica à mistura de óleos e gorduras. A reação de saponificação que ocorre na segunda etapa, é uma reação química que libera calor, dessa forma necessitando de resfriamento, que ocorre na terceira etapa. Na terceira etapa também ocorrerá a secagem do sabão, onde toda água é retirada por evaporação proporcionando seu endurecimento. A quarta etapa é a última e refere-se à finalização do sabão onde será adicionado cor, perfume e forma (CDI, 1995). O fluxo do processo pode ser visualizado na figura 1.

Figura 1: Fluxograma do processo de fabricação de sabonetes (Diagrama de blocos)



Fonte: A autora (2022).

As quatro etapas de produção de sabão podem ser realizadas por meio dos métodos citados anteriormente, e descritos a seguir.

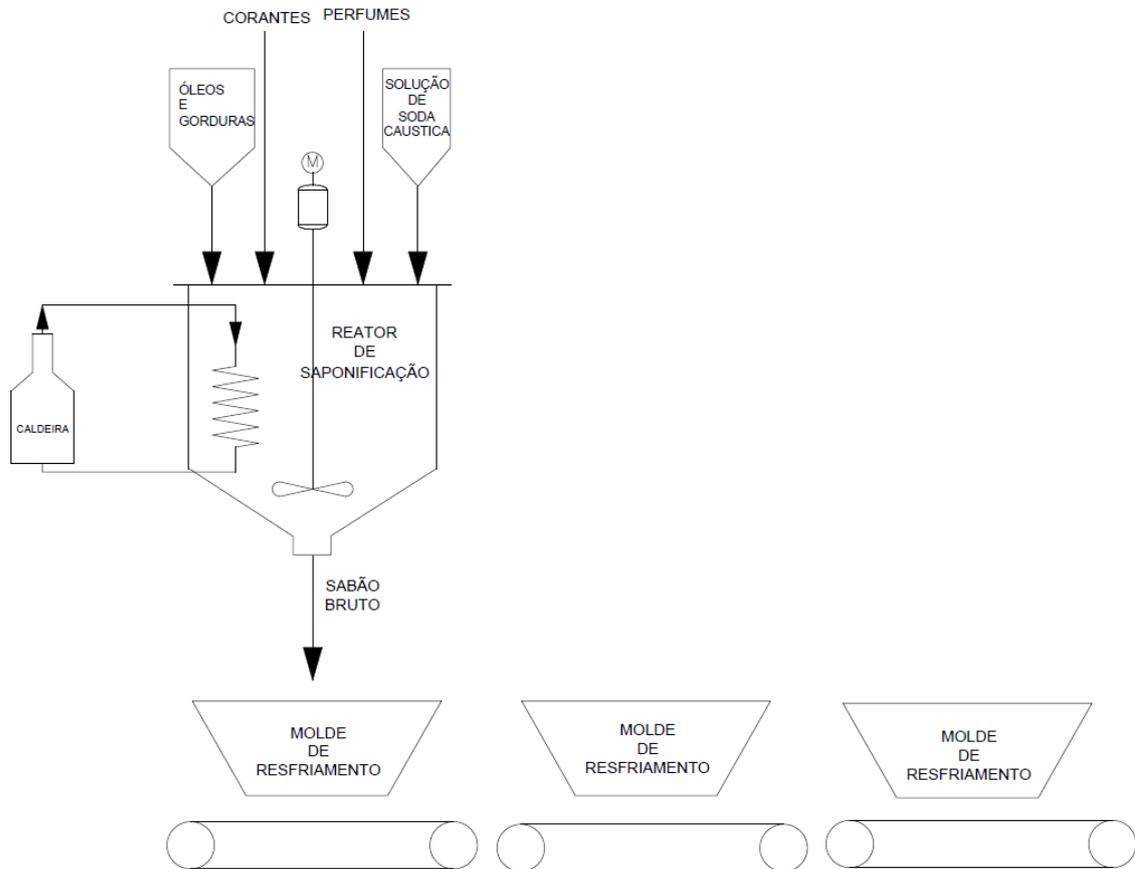
### Processo de semi-fervura

Esse processo difere do processo a frio pelo fato de que a mistura de saponificação é aquecida a 70 - 90° C usando uma serpentina aquecida a vapor para acelerar e completar a reação de saponificação, conforme ilustrado na

figura 2. Corantes, perfumes e aditivos são adicionados ao final do processo para evitar que evaporem. Esse processo permite ajustar a quantidade de soda submetida à saponificação antes da retirada do sabão bruto. O processo também permite melhor incorporação dos aditivos e mais flexibilidade na escolha de matérias-primas. De um modo geral, a saponificação é mais completa e o tempo de endurecimento do sabão bruto em moldes de resfriamento é ligeiramente reduzido. Essas várias vantagens, combinadas com ciclos de produção mais curtos tornam o processo semi-fervura um processo flexível (CDI, 1995).

O processo de semi-fervura não permite a remoção de resíduos de solução de soda cáustica que contém a glicerina produzida no processo de fabricação de sabão. Portanto, a glicerina, que tende a diminuir a propriedade de endurecimento do sabão, mas melhora a propriedade cosmética, é retida no sabão acabado. No entanto, o método tem algumas vantagens sobre os outros, uma vez que grandes quantidades de sabão de boa qualidade podem ser produzidas em pouco tempo. A utilização do método também permite que uma alta porcentagem de cargas seja incorporada aos sabões, aumentando assim o volume do sabão (DONKOR, 1986).

Figura 2: Fluxograma de processos- Processo de semi-fervura (CDI, 1995).

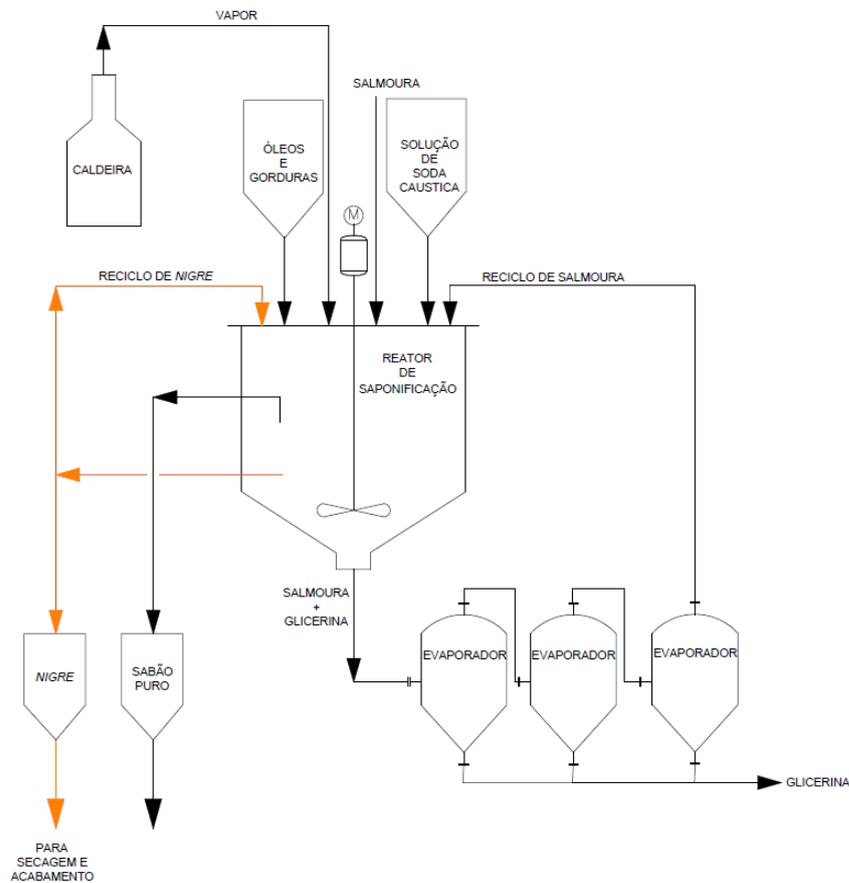


Fonte: A autora (2022).

### Processo de fervura completa

Comumente chamado de *Hot Process* esse processo difere do processo de semi-fervura em suas várias operações de extração, lavagem e ajuste de glicerina que ocorrem após a saponificação, conforme ilustrado na figura 3. A temperatura em que a mistura é mantida sob agitação vigorosa é geralmente mais alta, em torno de 100°C, permitindo a utilização de uma gama maior de matérias-primas gordurosas. Após a saponificação a massa de sabão é submetida a várias lavagens com salmoura para recuperação da glicerina, como subproduto. Quanto mais a glicerina for lavada, menor será o teor de glicerina do sabão. O sabão puro, retido principalmente para a fabricação de sabonetes de alta qualidade, é retirado e encaminhado para a linha de secagem e acabamento. Esse processo é altamente flexível e permite a fabricação de uma ampla gama de sabonetes, desde sabonetes domésticos básicos até sabonetes higiênicos de primeira linha.

Figura 3: Fluxograma de processos- Processo fervura completa (CDI, 1995).



Fonte: A autora (2022).

Processo contínuo:

Vários processos permitem a fabricação contínua de sabão puro com recuperação de glicerina. De modo geral, esses processos são baseados em um sistema de bombas de dosagem que fornecem continuamente o reator de saponificação com matérias-primas em proporções especificadas. Após essa etapa segue-se a lavagem em contracorrente e a separação do *nigre* e do sabão puro. Esses processos são em grande parte totalmente automatizados e oferecem um ciclo de produção rápido. Os processos mais conhecidos são os utilizados pela Procter & Gamble, Monsavon, De Laval, Centripure, Mazzoni e Unilever.

## Processo a frio

Mais conhecido como *Cold Process*, o processo a frio é o processo por batelada mais comum. Esse processo consiste em adicionar às gorduras uma quantidade de solução de soda cáustica suficiente para garantir a saponificação completa. A mistura é mantida sob agitação vigorosa até atingir o ponto de “traço”, onde a massa adquire um aspecto gelatinoso, conforme ilustrado na figura 4 e figura 5. Nesse ponto geralmente são adicionados os corantes, perfumes e aditivos. O ponto de traço é o momento no processo de fabricação de sabão quando a mistura dos óleos, gorduras e solução de soda cáustica emulsionam e começam a engrossar. No processo a frio, não é incluída a etapa de separação da glicerina que é produzida, conforme esquematizado na figura 6.

Figura 4: Ilustração do ponto de traço da mistura de óleos, gorduras e soda cáustica, durante a reação de saponificação.



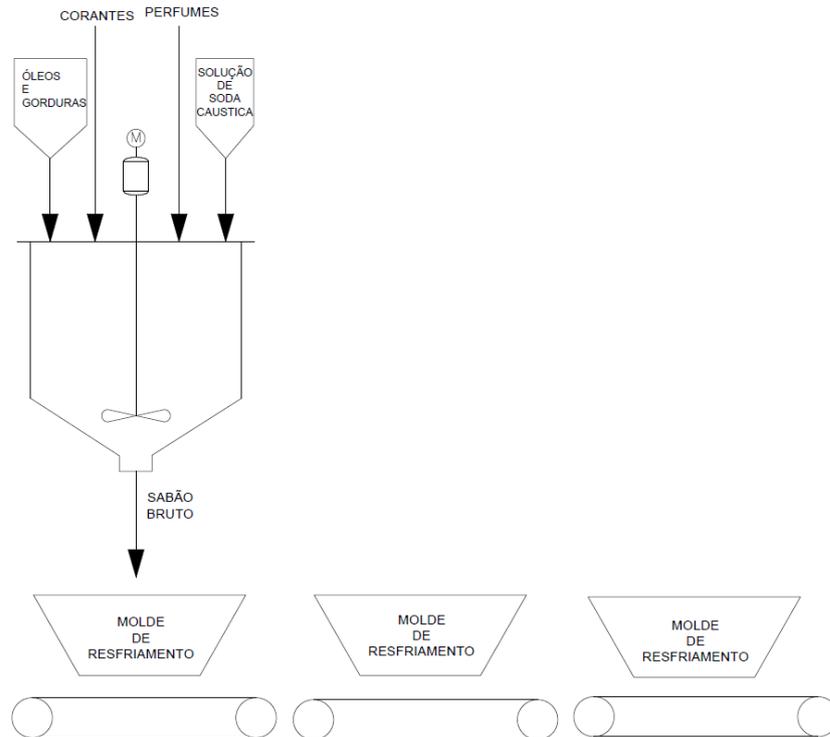
Fonte: A autora (2022).

Figura 5: Ilustração do ponto de traço da mistura de óleos, gorduras e soda cáustica, após a reação de saponificação.



Fonte: Faiola (2015).

Figura 6: Fluxograma de processos- Produção de sabão a frio (CDI, 1995).



Fonte: A autora (2022).

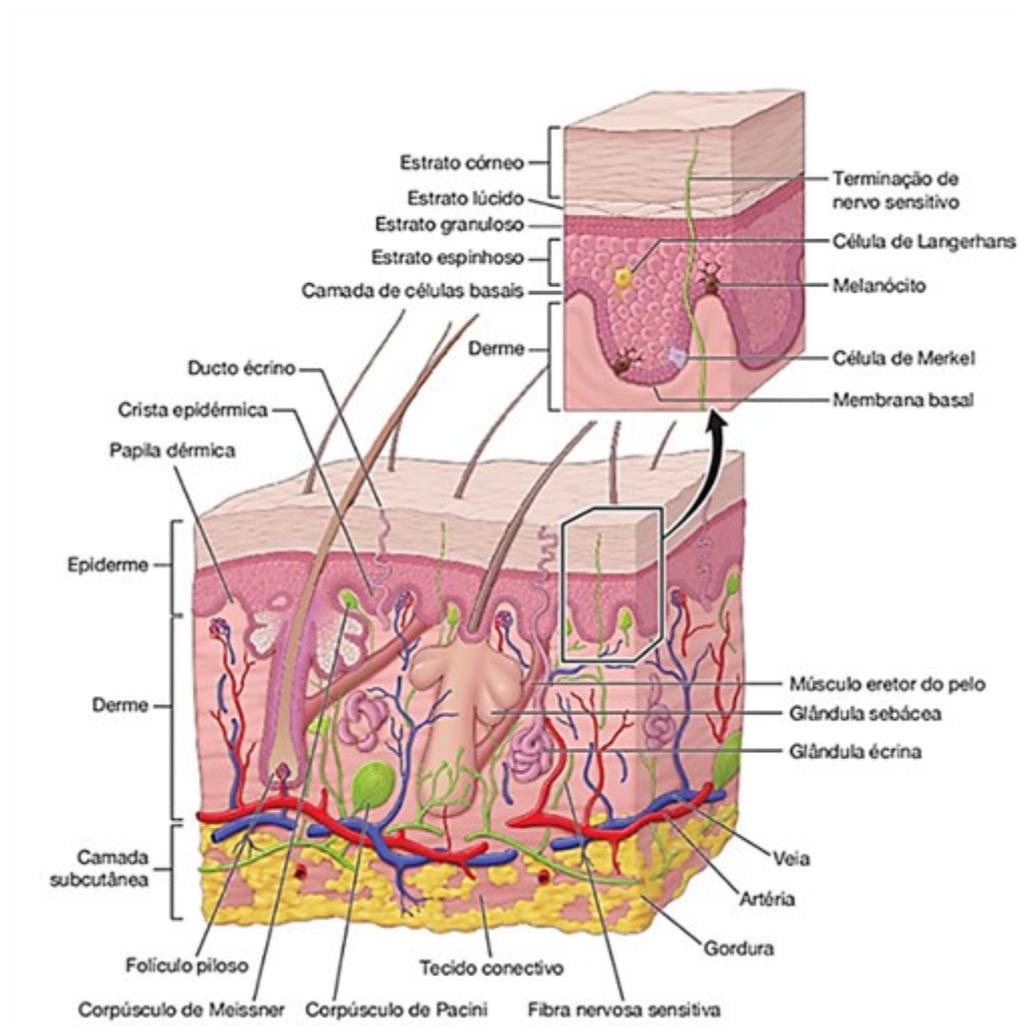
Neste trabalho, o processo a ser adotado para a obtenção do sabonete será o processo a frio, descrito por Donkor, 1986, porém com pequenas modificações para que seja compatível com as instalações de laboratório disponível. Tal processo é descrito como um procedimento que envolve o tratamento de gordura ou óleo com uma quantidade definida de álcali e sem separação da solução cáustica residual. Esse processo se baseia no fato de que os gliceróis de alguns óleos com baixo teor de ácidos graxos como, por exemplo, óleos de coco, rapidamente reagem com soluções fortes de soda cáustica em baixas temperaturas gerando calor suficiente para completar a reação de saponificação, justificando a não necessidade de fornecimento de calor adicional.

## 2.2 Pele

Segundo definido pelos autores Soutor e Hordinsky (2015), Cestari (2018) e Li (2013), a pele humana é um órgão de composição complexa de estrutura própria. A pele é o maior órgão do corpo humano, com área variando de 1,5 a 2 m<sup>2</sup> no indivíduo adulto e seu aspecto, estrutura e função variam de acordo com a região do corpo. A pele é multifuncional, desempenhando funções essenciais tais como a função de barreira e imunológica, a de sensações de regulação

térmica, de proteção contra traumatismos e de composição estética. A pele humana é constituída por componentes com estrutura e função bem definida e está dividida em três camadas distintas: epiderme, derme e hipoderme. O estrato córneo possui uma espessura média entre 0,01 e 0,02 milímetros e está localizado na epiderme e desempenha uma função de barreira semipermeável. O estrato córneo apresenta uma estrutura semelhante a uma construção do tipo “tijolos” (células empilhadas endurecidas) e “argamassa” (Ceramidas, colesterol e ácidos graxos), conforme ilustrado na figura 7.

Figura 7: Corte transversal da pele ilustrando a estrutura do estrato córneo.

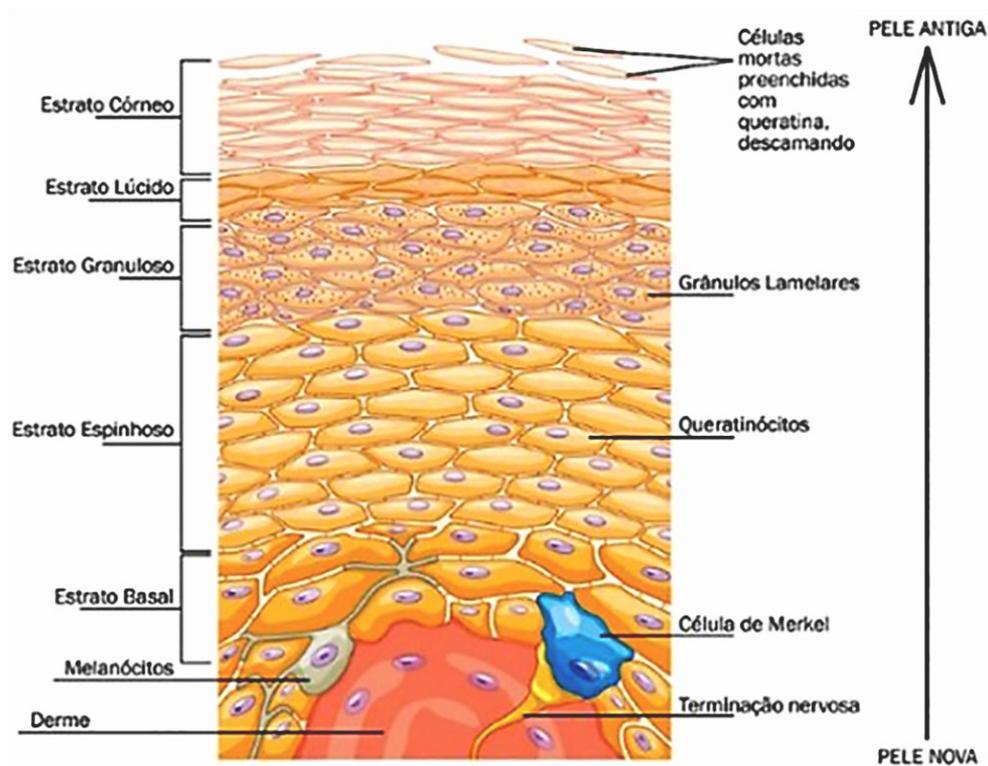


Fonte: Soutor e Hordinsky (2015). – Adaptada.

Embora a formação da pele nova e a descamação da pele velha tendem a permanecerem em um estado de equilíbrio, conforme mudam as estações do ano e o ambiente, essa substituição pode desacelerar e o estrato córneo se tornar mais espesso, o que impede a penetração de

cosméticos. Uma pele áspera geralmente é causada por um acúmulo de células mortas da pele. Esse efeito pode ser minimizado tratando a pele com o uso de um produto esfoliante, que tem a função de remover as células mortas de sua superfície, acelerando a renovação de células novas (Taliana, 2020 e Li, 2013), conforme mostrado na figura 8.

Figura 8: Esquema da epiderme humana estratificada em cinco subcamadas e células da imunidade, evidenciando as células mortas localizadas no estrato córneo.



Fonte: Souza (2020).

Uma esfoliação facial natural tem muitos benefícios, incluindo refrescar, reparar e firmar a pele do rosto além de favorecer a penetração de cosméticos e melhorar o aspecto da pele (TALIANA, 2020; LI, 2013).

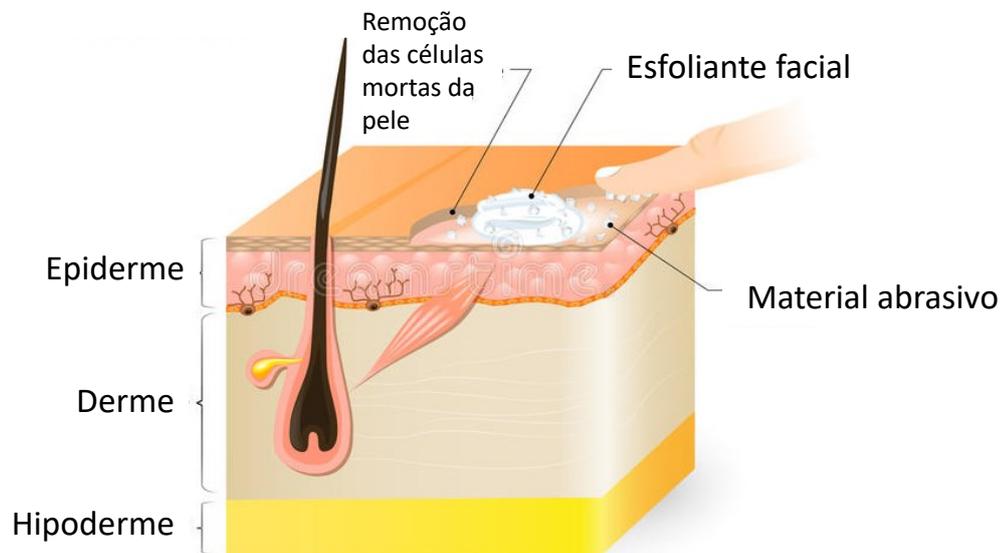
O esfoliamento facial pode ser realizado por meio de ações mecânicas, químicas ou enzimáticas, e pode ser classificado de acordo com sua ação e detalhes de funcionamento, tais como: *Gommage*, *Scrub*, Esfoliação e *peeling*, podendo existir variações em suas definições. Rigano (2013) define os termos conforme descritos a seguir:

- a) *Gommage*: Palavra latina *gomma* que significa borracha ou apagador, possui ação mecânica, consiste em uma fórmula cosmética contendo celulose e outros aditivos. Neste

procedimento é aplicado uma fina camada do produto que após sua secagem deixa uma película residual de celulose microcristalina na pele. Sob uma ação de fricção, grânulos de celulose semi-seca se desprendem da superfície da pele e se enrolam na forma de flocos que absorvem e removem suavemente os sólidos, restos de pele e demais sujidades;

- b) *Scrub*: De acordo com o Cambridge Dictionary© esse termo pode ser traduzido como: esfregar, friccionar ou limpar esfregando. É considerado um método de esfoliação de ação mecânica, assim como a ação do método gommage, porém, menos delicado. No caso do método *Scrub*, a ação mecânica de esfoliação está mais relacionada a uma forma de abrasão suave, conforme ilustrado na figura 9. Para esse método são usados diversos tipos de abrasivos, podendo ser utilizados esferas de cera vegetal, alumina, fosfato de cálcio, areia de quartzo, pedra-pomes, pó de diamante, cinza vulcânica, farelo de aveia, açúcar, sal, microesferas de semente de apricot, argilas e similares;

Figura 9: Representação da ação de esfoliação mecânica pelo método scrub.



Fonte: RD Alchemy (2020). – Adaptada.

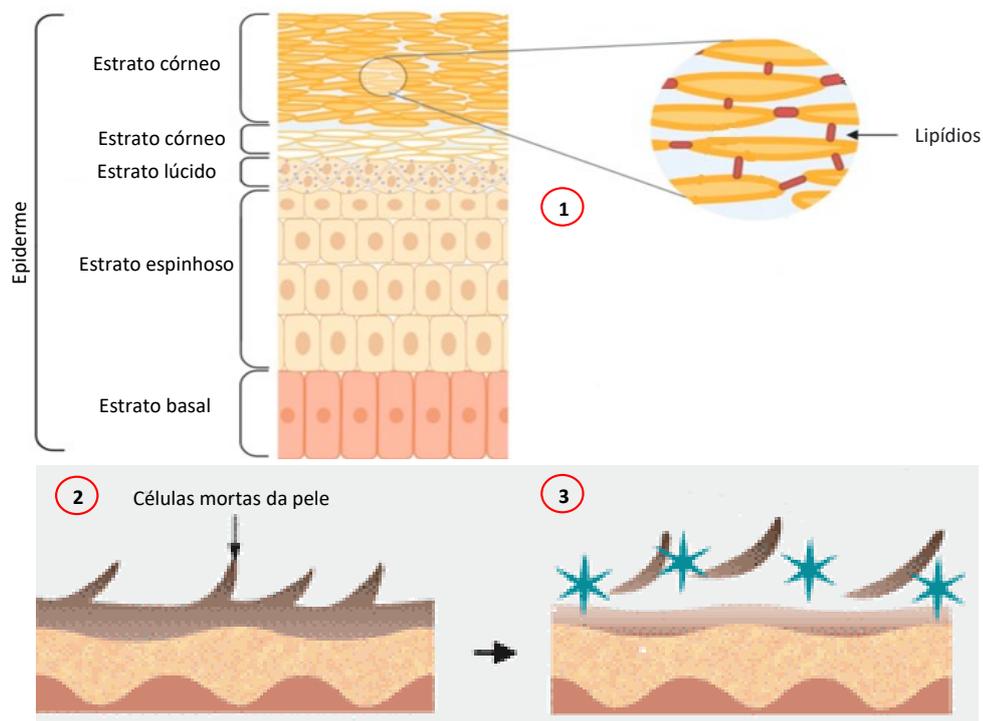
- c) Esfoliação: O termo esfoliação é frequentemente empregado para descrever ações que utilizam fórmulas usadas no método de *Scrub*. No entanto, deveria, em teoria, aplicar-se ao ato de eliminar camadas de células mortas da pele, destacando-as em uma ação química controlada; o método de *Scrub* está mais ligado ao uso de partículas abrasivas em ações

mecânicas. A esfoliação é a categoria principal para ações químicas de desprendimento das células da pele e podem ser classificadas em esfoliação enzimática e química;

**Esfoliação enzimática:** Propõe uma ação digestiva proporcionada por enzimas como a bromelina e a papaína, extraídas respectivamente do abacaxi e do mamão. Estas enzimas se impregnam nas células matando-as dessa forma provocando seu desprendimento da pele, conforme ilustrado na figura 10.

**Esfoliação química:** São formulações cosméticas compostas por ácidos, possuem um Ph em torno de 3,5 e agem enfraquecendo a compactação das paredes celulares promovendo uma descamação das camadas de célula da pele (Rigano,2013), conforme ilustrado na figura 11.

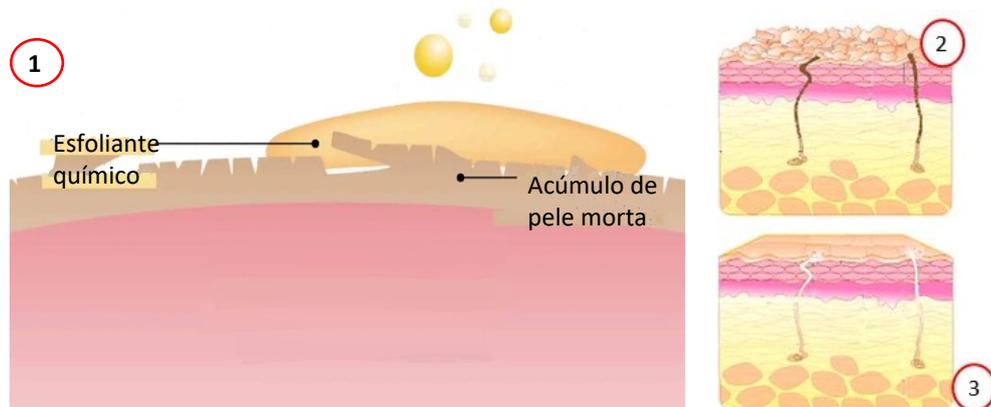
Figura 10: Representação da ação química pelo método esfoliação química.



1. Representação da Epiderme da pele humana. 2. Representação das células mortas na superfície da pele. 3. Representação da ação do esfoliante enzimático nas células mortas da pele.

Fonte: Martin e Lizotte (2014). – Adaptada.

Figura 11: Representação da ação química pelo método esfoliação enzimática.



1. Representação do desprendimento de células mortas na pele humana através da ação de esfoliante químico. 2. Representação da pele com células mortas antes do esfoliamento químico. 3. Representação da pele depois do esfoliamento químico.

Fonte: Disilvestro, 2020 e Boesi (2017). – Adaptada.

Feitosa (2016) e Pessarello (2020) afirmam conforme descrito nas pesquisas de Yadollahie (2012), que os primeiros relatos de abrasão datam de 1500 a.C. quando os egípcios usavam lixas para suavizar cicatrizes. Os autores também mencionam que, segundo Lawrence (2000) a técnica de abrasão da pele foi modificada no início do século XIX com o objetivo de remover as camadas profundas da derme, recebendo o nome de dermoabrasão. Segundo os autores, o aprimoramento da dermoabrasão ocorreu em 1950, tornando-se popular na Itália em 1980 e difundindo-se pela Europa, de acordo com o trabalho apresentado por Zhou (2011). Os autores afirmam ainda que conforme estudos apresentados por Lee (2006) a microdermoabrasão é uma variação mais superficial da dermoabrasão onde remove-se somente as camadas mais externas da epiderme. A microdermoabrasão é realizada por intermédio de uma técnica conhecida como *peelings* (FEITOSA, 2016).

Segundo Pessarello (2020), o *peeling* é uma técnica utilizada para realizar a microdermoabrasão mecânica. A técnica deve ser realizada por dermatologistas ou médicos com uso de equipamentos específicos e possui duas variações de aplicação, as quais são conhecidas como *peeling* de cristal e *peeling* de diamante.

d) *Peeling* de cristal: Técnica desenvolvida com o auxílio de equipamentos que possuem uma caneta de aplicação acoplada a um aparelho de vácuo. A caneta é posicionada diretamente na pele. A técnica consiste em ejetar um fluxo pressurizado de cristais, a uma pressão programável, ao mesmo tempo que os cristais ejetados juntamente com a pele morta são sugados pelo sistema de vácuo do equipamento para dentro da caneta. O reuso

dos cristais é proibido. Em geral são usados cristais de óxidos de alumínio por serem partículas inertes à pele e que não apresentam perigo respiratório;

- e) *Peeling* de diamante: Técnica desenvolvida com o auxílio de equipamentos que possuem uma caneta com lixas diamantadas. A caneta é posicionada diretamente na pele. A técnica consiste em lixar a pele com as lixas diamantadas ao mesmo tempo que as peles mortas são sugadas pelo sistema de vácuo do equipamento. As lixas utilizadas são pequenas e redondas com diferentes granulações (75,100 e 150  $\mu\text{m}$ ) e diâmetros (11 mm, 12,5 mm e 22 mm), para serem usadas em diferentes regiões (face, pescoço, colo e corpo).

Segundo Feitosa (2016), a periodicidade para realização da técnica de peeling deve obedecer a um período mínimo de sete dias. Nesse período a secreção natural do sebo da pele é normalizada e o manto hidrolipídico é restaurado. O manto hidrolipídico faz parte da constituição da pele e é uma porção fluida, composta de água, lipídios e uma mistura de aminoácidos.

### **2.3 Agentes esfoliantes ou partículas abrasivas**

Os esfoliantes classificados como químicos apresentam em suas composições agentes químicos tais como ácido glicólico, ácido láctico, ácido pirúvico e ácido salicílico, em determinadas concentrações. Quando compostos por partículas sólidas são classificados como esfoliantes mecânicos podendo ser encontrados na forma de cremes, loções, géis e óleos corporais ou faciais. Na produção de esfoliantes mecânicos existem diversas alternativas naturais para variação dos agentes esfoliantes podendo ser encontrados produtos que utilizam sílica, pó de café, semente de frutas, arroz, microesferas de jojoba, bagaço de andiroba, bucha vegetal, pó de caule de milho, pó de casca de nozes, argilas entre outros. (ROCHA,2020; BARAN;MAIBACH, 2017 e PENA, 2020).

Barel, Paye e Maibach (2010) afirmam que o esfoliamento por ação abrasiva mecânica resulta em uma pele fresca e lisa. Porém, advertem para cuidado quanto à aplicação facial desses esfoliantes devido a pele do rosto ser mais sensível e delicada do que o resto do corpo. Dessa forma orientam os formuladores a optarem por argilas que possuem partículas menos abrasivas.

Baran e Maibach (2017) afirmam que caroços de frutas moídas fornecem uma esfoliação mais abrasiva por causa de suas partículas ásperas, enquanto partículas mais esféricas e lisas produzem menos remoção do estrato córneo, portanto uma esfoliação mais suave.

No campo da tribologia, Kato e Adachi (2001) e Peterson (1980) afirmam que no desgaste abrasivo ocorre a remoção do material da superfície e que esse desgaste acontece em função do formato e da dureza dos materiais em contato, o que é coerente com o descrito pelos demais autores.

Sun e Parr (2004) compartilham da preocupação dos autores Barel, Paye e Maibach (2010) e Baran e Maibach (2017), Kato e Adachi (2001) e Peterson (1980), quanto à dureza e forma das partículas. Em seu trabalho “Formulação de Esfoliantes Corporais” demonstram a mesma preocupação quando afirmam que os abrasivos devem ser avaliados com base em três fatores: dureza, dimensões das partículas e formato das partículas, devendo ser escolhidos segundo o desempenho desejado. Alertam para efeitos como sensação áspera na pele, que podem causar irritação e às vezes lesões, quando esfoliantes formulados com abrasivos maiores, duros e de formato irregular são usados.

Trabalhos vêm sendo publicados apresentando produtos vegetais e mineiras como opção de esfoliante físico, assim como:

a) Rocha et al. (2020): Os autores afirmam que o pó de café pode ser utilizado em fórmulas de esfoliantes corporais em substituição às microesferas de plástico e que o pó de café demonstrou grande potencialidade e aplicabilidade em produtos de higiene pessoal visando a produção de cosméticos de forma mais sustentável.

b) Pena, et al. (2021), com o artigo intitulado “*Exfoliating Agents for Skincare Soaps Obtained from the Crabwood Waste Bagasse, a Natural Abrasive from Amazonia*”, apresentaram o bagaço de andiroba, uma planta da Amazônia como agente esfoliante. Essa matéria-prima, em função dos resultados obtidos das análises sensoriais realizadas, tem potencial para ser adicionada, em sabonetes para pele, como agente esfoliante.

c) Moraes, et. Al. (2017), em seu artigo de título “Clay minerals: Properties and applications to dermocosmetic products and perspectives of natural raw materials for therapeutic purposes— A review”, trazem como justificativa do uso de argilas em cosméticos a peculiaridade de suas propriedades físicas e químicas. Os autores afirmam que de acordo com a finalidade de seu uso, os argilominerais devem atender certos padrões de especificações químicas, físicas e toxicológicas, tais como: pureza, granulometria, textura, estabilidade, inércia química, teor de água, atoxidade, segurança e pureza microbiológica, e assim poderão ter diferentes aplicações em produtos farmacêuticos e dermocosméticos, incluindo o uso como agente esfoliante. Os autores concluíram que os minerais argilosos possuem ampla variedade de aplicações em

muitas indústrias principalmente no desenvolvimento de formulações farmacêuticas e dermocosméticas.

d) Zague et al. 2007; Shigueyama, Barros & Moraes, 2021; Daré, Estanqueiro, Amaral, e Torrado, 2015; Funck et al. (2021); Santos, Hanna e Coelho, 2009; Santos, Hanna e Coelho, 2010, afirmam que: i) as argilas são ativos naturais e estão entre as inúmeras opções de ingredientes possíveis para fórmulas de máscaras faciais. ii) Máscaras faciais argilosas são formulações que podem conter mais de vinte e cinco por cento de partículas sólidas dispersas em um líquido. iii) As argilas são um dos ativos naturais mais utilizados em formulações de máscaras faciais com ação esfoliante. iv) A sensação de esfoliação física, observada após seu uso, é decorrente do endurecimento e contração da máscara argilosa, a qual deve ser aplicada na superfície facial com uma camada de 1-2 mm de espessura por um período de 10 a 25 minutos e v) por possuírem os requisitos requeridos para formulação de máscaras faciais, o Caulim e a Bentonita são comumente empregados para esse fim.

Os cosméticos com a finalidade de esfoliação da pele, possuem diversos tipos de agentes esfoliantes e são apresentados em diversas formas, como por exemplo, sabonetes líquidos, cremes para passagens, géis, máscaras faciais e sabonetes em barra, entre outros.

Além da pesquisa em literatura, a partir de um levantamento de campo em lojas de cosméticos comerciais, foi possível identificar o uso tanto de argilas como outros agentes esfoliantes em sabonetes e máscara facial, conforme mostrado na tabela 1.

Tabela 1: Descrição e tipo de agente esfoliante em produto comercial de acordo com o rótulo.

<b>Amostra</b>	<b>Tipo de produto</b>	<b>Agente esfoliante</b>
I-SB	Sabonete em barra	Argila verde (caulim)
II-SB	Sabonete em barra	Cera microcristalina
III-SB	Sabonete em barra	Argila bentonita – fabricante
IV-SC	Sabonete cremoso	Microesferas de polietileno oxidado
V-MF	Máscara facial	Argila (caulim)
VI-MF/C	Máscara facial e corporal	Argila (caulim) + pó de semente de guaraná + pó da polpa do açaí
VII-MF	Máscara facial	Argila verde (in natura) + Colágeno (in natura)
VIII-MF	Máscara facial	Argila verde rica em cobre
IX-MF	Máscara facial	Caulim + Pigmentos cosméticos preto de carbono
X-EF	Esfoliante facial	Pó de semente de apricot
XI-MD	Máscara Detox	Caulim + Bentonita + Argila marroquina
XII-MF	Máscara facial	Carvão + Açúcar

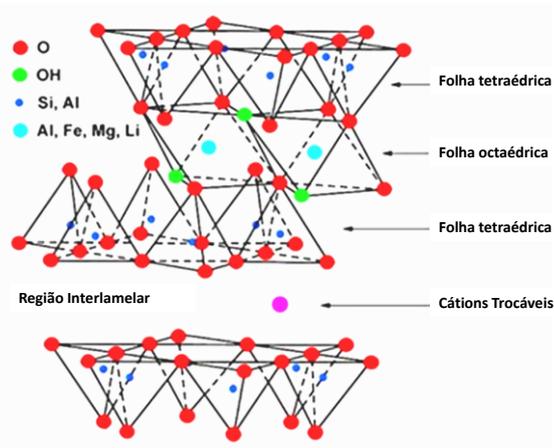
Fonte: A autora (2022).

## 2.4 Características e propriedades das argilas

Para que a argila seja utilizada como matéria-prima na indústria, é necessário que sejam aplicados os conhecimentos científicos sobre sua estrutura e propriedades físico-químicas. A argila é um material natural, terroso, de granulação fina, contendo partículas com diâmetros inferiores a  $2\mu\text{m}$  e, quando umedecido com água adquire certa plasticidade. As argilas são formadas principalmente por silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio. Possuem relevante importância no setor agrícola, em mecânica dos solos, nas prospecções geológicas além de grande importância também em diversas indústrias, como por exemplo, nos ramos: metalúrgico, plástico, tintas, petróleo, borrachas, papel, cerâmica e saúde, conforme demonstrado de forma simplificada na Tabela 2: Algumas aplicações das argilas caulim e bentonita. Tabela 2 (SANTOS, 1989 e MURRAY, 2007).

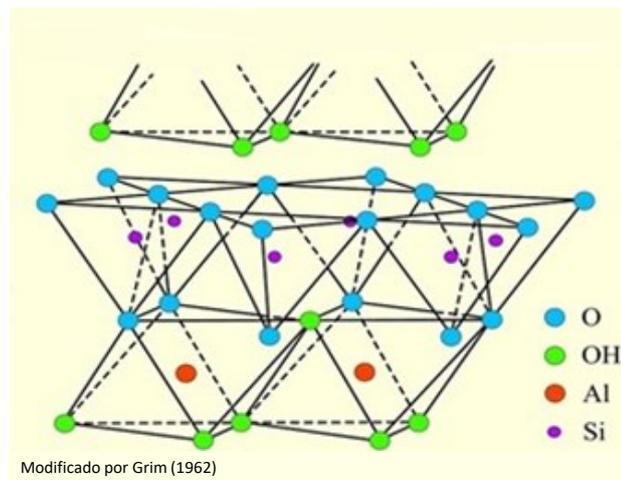
As argilas são formadas principalmente por argilominerais que possuem em sua composição outros minerais como quartzo e matéria orgânica. O termo argilomineral é usado para definir os silicatos hidratados de alumínio ou magnésio que por apresentarem estrutura lamelar compõem a classe dos filossilicatos. Os argilominerais apresentam lamelas formadas por folhas de tetraedros e octaedros de silício e alumínio (ou magnésio), como mostra a figura 12 e 13. Dessa forma se a lamela for formada por uma folha octaédrica e uma folha tetraédrica, o argilomineral será classificado como do tipo 1:1 ou T:O e se formada por uma folha octaédrica entre duas folhas tetraédricas será classificado como argilomineral do tipo 2:1 ou T:O:T. Os argilominerais caulinita e esmectitas são classificados como do tipo 1:1 e 2:1, respectivamente (MANGONI, 20150 e MURRAY, 2007).

Figura 12: Argilominerais com lamelas do tipo 2:1 ou T:O:T e que apresentam carga elétrica.



Fonte: Mangoni e Constantino, 2015 - Adaptada.

Figura 13: Argilominerais com lamelas do tipo 1:1 ou T:O.



Fonte: Crédito: U.S. Geological Survey (2023). - Adaptada.

Segundo Murray (2007), as principais argilas industriais são os caulins e as esmectitas e suas propriedades físicas e químicas dependem de sua estrutura e composição. A estrutura e composição dessas argilas são muito diferentes, sendo o arranjo e a composição das folhas octaédricas e tetraédricas responsáveis pela maioria das diferenças em suas propriedades físicas e químicas. Esmectita é o nome do grupo onde vários silicatos hidratados de sódio, cálcio, magnésio, ferro e alumínio-lítio estão inclusos, e a bentonita é o nome genérico das argilas constituídas essencialmente de minerais desse grupo, independentemente de sua origem ou ocorrência. Algumas aplicações das argilas industriais estão descritas na tabela 2.

Tabela 2: Algumas aplicações das argilas caulim e bentonita.

Caulim	Bentonita
Papel	Papel
Plástico	Adesivos
Tintas	Tinta
Borracha	Absorventes
Cimento Portland	Cimento
Cerâmica	Cerâmica
Fertilizantes	Nanoargilas
Aditivos alimentares	Aglutinantes de ração animal
Compostos de Polimento	Fluido de Perfuração
Sabão e detergente	Desodorizantes
Curtimento de couro	Estabilizantes de Emulsões
Cosméticos, Medicina	Cosméticos, Medicina

Fonte: Murray (2007) – Adaptada.

#### 2.4.1 Caulim

O componente predominante do caulim é a caulinita, podendo conter impurezas tais como quartzo e mica. A caulinita pode ser definida como um silicato hidratado de alumínio com camada estruturada do tipo 1:1 contendo uma camada de silício-oxigênio ( $\text{SiO}_4$ ) tetraédrica e uma camada de alumínio-oxigênio octaédrica  $[\text{Al}(\text{OH})_6]$ , com distanciamento basal de 7 Å.

Suas aplicações tecnológicas são fundamentadas em suas propriedades físico-químicas relacionadas à estrutura, composição mineral, tamanho de partícula, área superficial específica, porosidade e morfologia cristalina (SALES, 2011). Os caulins possuem, geralmente, coloração branca ou acinzentada, tornando-se escura e plástica, quando misturada com água. As partículas de caulinita são constituídas de pequenas lâminas pseudo-hexagonais cristalinas, com seu diâmetro variando entre 0,2 e 12  $\mu\text{m}$  (DARÉ, et al., 2015).

#### 2.4.2 Bentonita

As bentonitas são argilas constituídas basicamente por argilominerías do grupo das esmectitas, sendo o mais importante a montmorilonita. As bentonitas possuem partículas de tamanhos que podem variar de 2  $\mu\text{m}$  a tamanhos pequenos com 0,1  $\mu\text{m}$  em diâmetro, com tamanho médio de 0,5  $\mu\text{m}$  e formato de placas ou lâminas. Esses materiais são constituídos por duas folhas de silicatos tetraédricas, uma folha central octaédrica (camadas 2:1), unidas entre si por oxigênios comuns às folhas, com distanciamento basal de 14 Å. As folhas apresentam continuidade nas direções dos eixos a e b e espessuras no eixo c em torno de 1 nm, estando na natureza empilhadas umas sobre as outras. As camadas 2:1 estão ligadas frouxamente entre si e dessa forma moléculas de água podem penetrar entre elas, separando-as e podendo, sob forte agitação, até deixá-las livres, quando a distância interplanar atingir valores superiores a 40,0 Å (ALBANEZ, 2008 e SILVA, 2008).

Dois tipos de bentonitas são usados pela indústria, a cálcica e a sódica. A forma sódica é usada em produtos para cuidados pessoais e farmacêuticos, apresenta uma coloração geralmente branca, e forma géis tixotrópicos (DARÉ et al., 2015).

## 2.5 Argilas em formulações cosméticas

Os avanços alcançados com pesquisas e inovações que envolvem as argilas, permitem que estas sejam cada vez mais utilizadas em dermocosméticos, além de que a consciência ambiental tem provocado o aumento do interesse por seu uso, por não causarem danos ao meio ambiente após o descarte.

Daré et. al (2015), em seu estudo sobre a significância das argilas em produtos cosméticos, afirmam que para que os minerais sejam usados com finalidades cosméticas, devem apresentar algumas qualidades bem específicas como, por exemplo: argilas com granulometria fina (argilas passadas por peneiras com 200 # (abertura de 75  $\mu\text{m}$ ) ) e muito fina (argilas passadas em peneiras com 325 # (abertura de 44  $\mu\text{m}$ )), elevada capacidade de sorção, elevada área superficial específica, fácil manuseio e espalhamento, sensação agradável quando aplicada diretamente na pele, entre outras. Baseado nessa afirmação, Daré et. al os argilominerais apresentam propriedades adequadas para o uso em cosméticos.

As argilas usadas em preparações de produtos cosméticos podem ter a função de emulsificantes, gelificantes e de consistência além de agir como cicatrizantes, estimulantes e absorventes, reduzindo a oleosidade e proporcionando sensação aveludada na pele. Comumente o caulim e a bentonita são utilizadas em preparações cosméticas, como substâncias ativas, por possuírem propriedades atrativas para essa aplicação. (ZAGUE et al., 2007, FUNCK et al., 2021 e ANDREOLLI, et al., 2020).

### 2.5.1 Uso de caulim em formulações cosméticas

A cor branca ou quase branca, uma química inerte em uma ampla faixa de Ph (4 – 9), granulometria fina macia e não abrasiva, cristais com morfologia lamelar (placas), superfície externa dos cristais hidrofílica, carga elétrica da cela unitária zero ou muito próxima a zero, são as propriedades que tornam o caulim atraente para uso em formulações cosméticas. Dessa forma a argila do tipo caulim pode ser utilizada em produtos cosméticos, tais como, pó compacto para o rosto, produtos anticaspa, produtos para clareamento de melasmas, produtos com função anti-inflamatória, antimicrobiana e antirrugas, condicionador capilar e máscaras faciais destinadas a limpar e esfoliar, removendo a sujidade aderida à pele e absorvendo os materiais gordurosos (FUNCK et al., 2021, COELHO et al., 2009, MURRAY, 2007 e BRETZKE, et al., 2015).

### 2.5.2 Uso de bentonitas em formulações cosméticas

As propriedades que tornam a bentonita atraente para o uso em formulações cosméticas são: a variedade de cores, a carga elétrica negativa da cela unitária neutralizável por cátions trocáveis, o elevado poder de sorção, consequência de sua grande área específica, a maciez e granulometria fina dos cristais, o Ph semelhante ao da pele, a capacidade de troca de cátions elevada e camadas expansíveis do tipo 2:1, o que torna possível sua aplicação em produtos como maquiagem, formulações pré e pós-barba, shampoos, esmaltes de unha, cremes branqueadores da pele, base para cremes depilatórios, batons para os lábios, removedores de esmaltes, máscaras faciais entre outros (FUNCK et al., 2021, COELHO et al., 2010 e MURRAY, 2007).

### 2.5.3 O uso de argilas como agentes esfoliantes e a tribologia

As argilas estão entre os inúmeros ingredientes possíveis de serem utilizados em fórmulas de máscaras faciais sendo considerados um dos ativos naturais mais utilizados em formulações de máscaras faciais com ação esfoliante. Essas máscaras são formulações que podem conter mais de vinte e cinco por cento de partículas sólidas dispersas em um líquido. Após seu uso é possível observar a sensação de esfoliação física decorrente do endurecimento e contração da máscara argilosa, a qual deve ser aplicada na superfície facial com uma camada de 1-2 mm de espessura por um período de 10 a 25 minutos. O caulim e a bentonita são comumente empregados em máscaras faciais por possuírem os requisitos requeridos para essa aplicação (FUNCK et al., 2021, ZAGUE et al., 2007, SANTOS et al., 2009, SANTOS et al., 2010, SHIGUEYAMA et al., 2021 e DARÉ et al., 2015).

Com o propósito de observar a utilização das argilas como agentes esfoliantes, foi necessário recorrer aos conhecimentos disponíveis na área da ciência conhecida como tribologia. Em termos gerais, a tribologia pode ser definida como o estudo do atrito, lubrificação e desgaste (HUTCHINGS; SHIPWAY. 2017 e LUDEMA et al., 2019).

No contexto desenvolvido neste trabalho, a observação foi direcionada para o estudo do desgaste promovido pelas argilas utilizadas como agentes esfoliantes, caracterizado pela esfoliação física responsável pela remoção da pele morta do rosto. Tal estudo foi baseado em revisão da literatura, ensaios de laboratório e teste de aceitação de painelistas.

A tribologia não deve ser considerada como uma ciência isolada. Trata-se de um assunto que reúne os conhecimentos adquiridos na física, na química, na mecânica e na ciência dos materiais. No ramo da biotribologia, essa área do conhecimento torna-se ainda mais vasta e inclui as ciências médicas e biológicas. Assim, seu alcance se estende a todos os aspectos da tecnologia moderna, desde transporte e geração de energia até engenharia médica, ciência de alimentos e cosméticos (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017 e SINATORA, 2005).

O desgaste é um dos principais focos de estudo da tribologia, sendo tradicionalmente aceitos quatro modos de desgaste: desgaste adesivo, desgaste por fadiga, desgaste corrosivo e desgaste abrasivo (KATO; ADACHI, 2001 e PETERSON, 1980).

No desgaste abrasivo, a remoção de material da superfície ocorre pela ação de partículas duras, o que teoricamente corresponde ao caso do processo de esfoliamento facial, onde dá-se a remoção da pele morta.

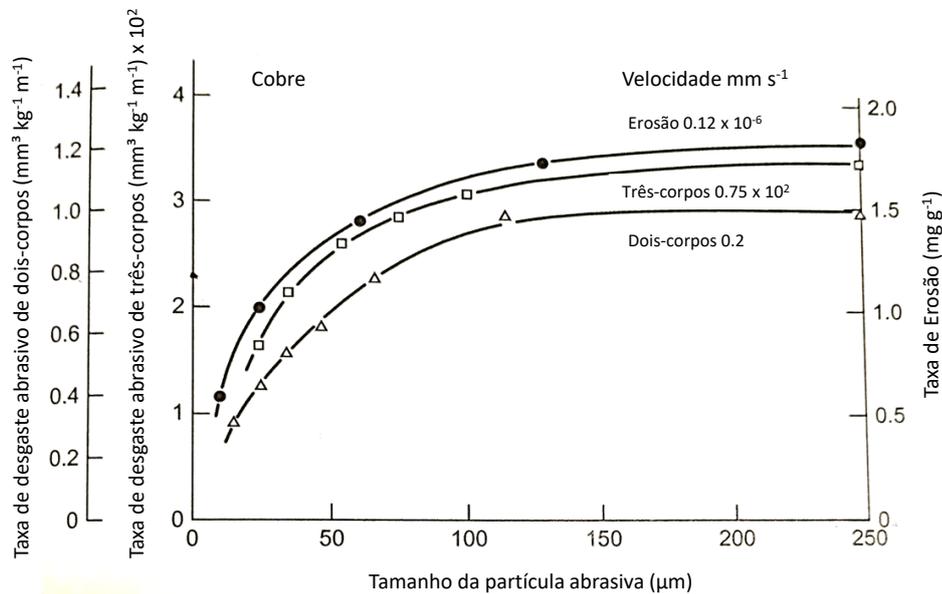
Processos de desgaste abrasivo podem ser classificados em função de como se encontra o elemento primordialmente responsável pela remoção de material, que é a partícula abrasiva, podendo ser desgaste abrasivo de dois corpos ou desgaste abrasivo de três corpos. O desgaste abrasivo de dois corpos é causado por saliências duras na contraface ou por partículas duras ligadas a ela. Já no desgaste abrasivo de três corpos, as partículas duras estão livres para rolar e deslizar entre as duas superfícies.

O tamanho, a dureza e a forma das partículas abrasivas são propriedades importantes, entre outras, a serem consideradas quando se trata de desgaste abrasivo. Portanto um esforço no sentido de explorar o tamanho, a dureza e a forma das partículas, a serem utilizadas como agentes esfoliantes, bem como seu desempenho abrasivo é de considerável importância.

## **2.6 Tamanho das partículas abrasivas**

Segundo Hutchings e Shipway (2017), os tamanhos das partículas abrasivas estão inseridos em uma ampla variedade, porém os responsáveis pela maior parte do desgaste abrasivo estão entre 5 e 500  $\mu\text{m}$ . Os autores afirmam que ensaios de laboratório demonstram que os metais apresentam um padrão consistente no comportamento com relação as taxas de desgaste, o qual pode ser demonstrado na figura 14.

Figura 14: Taxas de desgaste do cobre sob condições de abrasão e erosão de dois e três corpos, devido a partículas de silício de diferentes tamanhos.



Fonte: Hutchings e Shipway, 2017. – Adaptada.

De acordo com a figura 14, as taxas de desgaste para partículas menores que  $100 \mu\text{m}$  reduzem acentuadamente com a diminuição do tamanho da partícula, porém esse comportamento não é infinitamente crescente, apresentando uma estabilidade na taxa de desgaste na medida que o tamanho da partícula aumenta, nesse caso para partículas maiores que  $150 \mu\text{m}$ . Para partículas menores que  $100 \mu\text{m}$  observa-se uma dependência entre o tamanho da partícula e a taxa de desgaste, porém para partículas maiores que  $150 \mu\text{m}$  essa relação não pode ser observada. (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

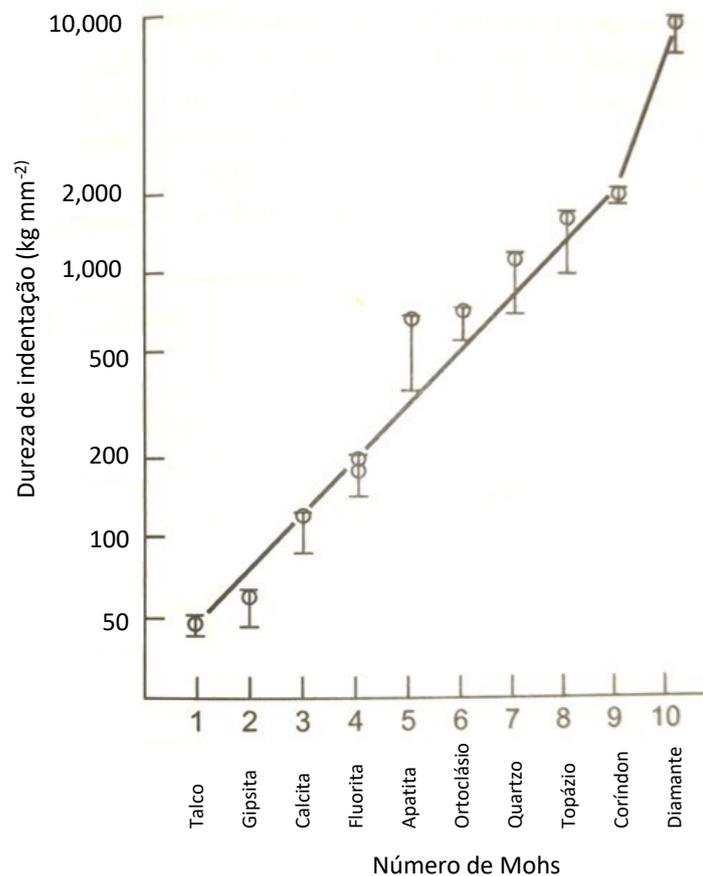
## 2.7 Dureza das partículas abrasivas

Garcia et al. (2012), conceituam dureza como sendo a resistência que um material apresenta ao risco ou à formação de uma marca ao ser pressionado por outro material ou por marcadores padronizados. Apresenta os principais métodos para determinação da dureza dividindo-os em três principais grupos, sendo: risco, rebote e penetração.

Os resultados do ensaio de dureza por risco são representados por duas escalas, a escala de microdureza Bierbaum e a escala de dureza Mohs. Ambos os ensaios são mais aplicados no campo da mineralogia, sendo que a dureza de Mohs é a mais conhecida. (GARCIA, 2012).

A escala dureza idealizada pelo mineralogista Friedrich Mohs em 1822 tem base física na observação de que uma certa proporção mínima de dureza seria necessária para que um material pudesse arranhar outro, ou seja, o material mais duro riscaria o material menos duro. A dureza de Mohs é baseada em uma escala de 1 a 10, com o diamante sendo o material mais duro representado pelo valor máximo de 10, e o talco representado pelo valor mínimo de 1, conforme ilustrado na figura 15 (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Figura 15: Comparação da dureza de indentação (medida pelo método Vickers e Knoop) com o número de dureza de Mohs para 10 minerais padrão.



Fonte: Hutchings e Shipway, 2017. – Adaptada.

O método de ensaio de dureza por rebote é considerado um ensaio dinâmico no qual a impressão na superfície do material é causada pela queda livre de um êmbolo com uma ponta padronizada de diamante e peso conhecido, para esse método é destacado a dureza de Shore

sendo mais aplicado para determinação de dureza de materiais metálicos finos e acabados e de polímeros.

Na aplicação do método por penetração tem-se os ensaios para determinação de dureza denominadas: dureza Brinell, dureza Rockwell e dureza de Vickers. (GARCIA, 2012).

O ensaio de determinação de dureza Brinell, é aplicado em materiais metálicos com algumas limitações para metais que tenham sido submetidos a tratamentos térmicos. A dureza de Rockwell é o método mais utilizado internacionalmente na determinação de dureza de metais. O método utiliza vários penetradores e cargas e é dividido em escalas dependendo das combinações. Já a dureza de Vickers é um método semelhante ao ensaio de dureza Brinell, pois também relaciona carga aplicada a área superficial da impressão, aplicável a todos os materiais metálicos em especial os materiais muito duros, ou corpos de prova que sejam muito finos, pequenos e irregulares (GARCIA, 2012).

Os números de dureza Brinell e Rockwell são representados por HB e HR, respectivamente, indicados após o número. No ensaio de Rockwell, tendo como base a magnitude das cargas menor e principal, existem dois tipos: Rockwell e Rockwell superficial. No Rockwell, cada escala é representada por uma letra do alfabeto para o Rockwell superficial cada escala é representada por um número seguido pelas letras N, T, W, X ou Y. Para as durezas Rockwell e Rockwell superficial tanto o número de dureza quanto o número símbolo da escala deve ser indicados (CALLIESTER; RETHWISCH, 2018).

### 2.7.1 Ensaio de microdureza

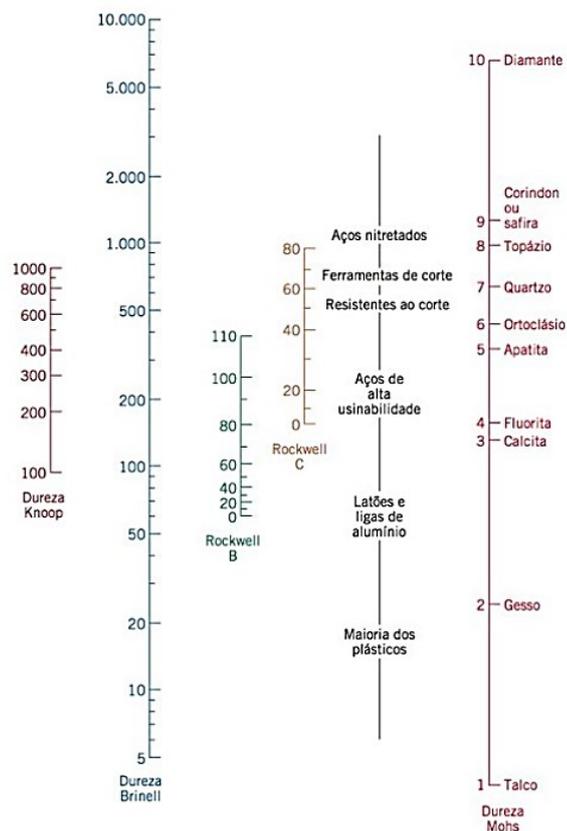
O ensaio de microdureza é aplicado quando há a necessidade da determinação da dureza de pequenas áreas do corpo de prova, tais como a medida do gradiente de dureza e a determinação da dureza individual de microconstituintes de uma estrutura metalográfica. Os métodos mais utilizados são a microdureza Vickers e a microdureza Knoop e são aplicados para materiais metálicos e cerâmicos. (Garcia, 2012). Nos ensaios de dureza de Knoop e Vickers são utilizados indentadores de diamante com geometria piramidal forçado contra um corpo de prova. A indentação resultante é observada com o auxílio de um microscópio e medida. Então, essa medida é convertida em um número de dureza. Para realização do ensaio é necessário a preparação cuidadosa da superfície dos corpos de prova, por meio de lixamento e polimento. Os números de dureza Knoop e Vickers são representados por HV e HK, respectivamente indicados após o número. (CALLIESTER; RETHWISCH, 2018).

Os ensaios de microdureza contam com equipamentos automatizados que possuem o dispositivo indentador acoplado a um analisador de imagens e um computador interligado a um pacote de software. O software controla importantes funções do sistema, com o propósito de incluir a localização da indentação, o espaçamento entre as impressões, o cálculo dos valores de dureza e a representação gráfica dos dados. (CALLIESTER; RETHWISCH, 2018).

### 2.7.2 Conversão de escalas de dureza

Segundo Callister and Rethwisch (2018), não foi desenvolvido um sistema de conversão abrangente para as escalas de dureza, visto que a dureza não é uma propriedade bem definida dos materiais. Em razão das diferenças experimentais entre as várias técnicas, além de que os dados de conversão de dureza foram determinados experimentalmente, e observado que eles dependem do tipo e das características do material. Dados de conversão mais confiáveis existentes são para os aços e podem ser observados na figura 16.

Figura 16: Ábaco de comparação entre várias escalas de dureza.



## 2.8 Angularidade e forma das partículas abrasivas

De acordo com Kato e Adachi (2007), Peterson (2007), Suguio (1973) e Hutchings e Shipway (2017), o desgaste abrasivo ocorre, entre outros aspectos, em função da forma e angularidade da partícula abrasiva.

A forma de uma partícula pode ser descrita, por um fator numérico que dimensiona o desvio de sua geometria com relação a um sólido regular (BARRETT (1980) e JIN (1993)). Uma das descrições mais simples da forma de uma partícula está baseada na medição de seu perímetro e da área de sua projeção bidimensional, comumente obtida por microscopia óptica. (HUTCHINGS; SHIPWAY (2017)).

Com a evolução das técnicas e softwares de análise de imagens, novos métodos de caracterização de tamanho e forma de partículas puderam ser desenvolvidos, uma dessas metodologias é a análise dinâmica de imagem Camsizer™ que mede simultaneamente e automaticamente a forma e a distribuição de tamanhos de partículas que caem em queda livre através do campo de medida, conforme ilustrado na figura 17. Esse método permite a análise dinâmica de imagens durante o processamento de partículas, permitindo a rápida determinação de seu tamanho e formato, possibilitando determinar os aspectos relativos à morfologia das partículas, sendo os mais comuns a esfericidade e a relação de aspectos definidos conforme equações 1 e 2, respectivamente (BLOTT, 2008; BOUWMAN, 2004 e HAWLITSCHKEK et al., 2015).

$$Esfericidade (SPHT) = \frac{4\pi\text{Área}}{\text{Perímetro}^2} \quad (1)$$

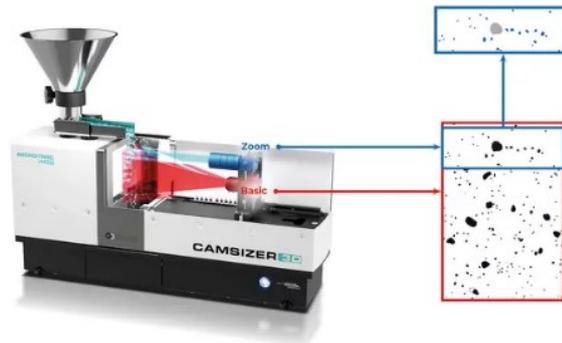
$$Relação\ de\ Aspecto\ (b/l) = \frac{xc\_min}{XFe\_max} \quad (2)$$

Onde: xc\_min representa o diâmetro da partícula e corresponde ao menor valor entre os diâmetros máximos para distintas orientações de medida (equiparável ao peneiramento), e XFe\_max representa o diâmetro máximo de Ferret, que consiste na maior distância entre duas retas paralelas que tangenciam a partícula. Os termos xc\_min e XFe\_max estão ilustrados na figura 18.

A esfericidade, da forma como é apresentado seu cálculo, representa a irregularidade do seu perímetro projetado, então quanto mais próximo de 1 (um) mais uniforme será sua superfície e quanto mais próximo de 0 (zero), mais irregular. Já a visualização da relação de

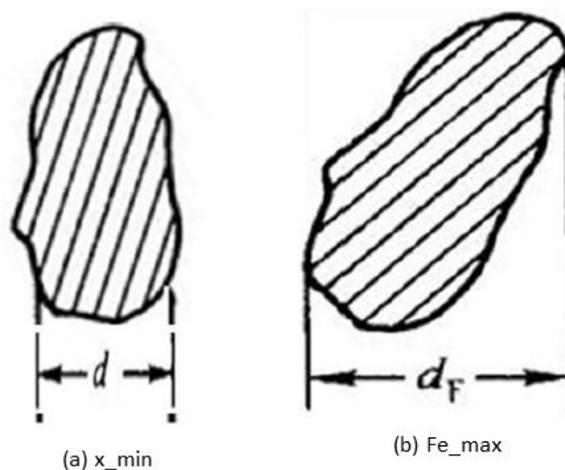
aspecto (b/l) é mais fácil, pois quanto menores os valores de b/l mais alongada será a partícula (HAWLITSCHKEK et al., 2015).

Figura 17: Esquema do equipamento de análise de imagem Camsizer™.



Fonte: MACROTRAC, 2022. – Adaptada.

Figura 18: Representação dos termos  $x_{\min}$ , diâmetro da partícula e  $Fe_{\max}$ , diâmetro máximo de Ferret.



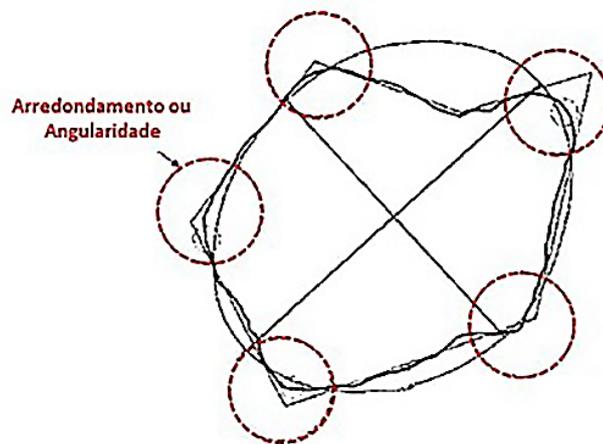
Fonte: LCT, 2022. – Adaptada.

A angularidade ou arredondamento, exprime variações nos cantos da partícula, conforme ilustrado na figura 19. O grau de angularidade de uma partícula pode ser determinado utilizando-se o método de comparação visual, que consiste em se examinar as partículas e compará-las com imagens de partículas organizadas em classes em função de diferentes graus

de arredondamento. As imagens das partículas a serem analisadas devem ser obtidas em lupa estereoscópica e depois comparadas com a matriz das imagens ilustrada na figura 20.

A fim de evitar erros de leitura na classificação das partículas, Saguio (1973) adverte que no caso do método da comparação visual, deve-se atentar para observação de seus cantos verificando se possuem aspecto angulares.

Figura 19: Contorno de partícula (linha sólida) com seu elemento componente de arredondamento (círculos tracejados).



Fonte: Barrett, 1980. – Adaptada.

Figura 20: Graus de arredondamento -segundo Russell, Taylor e Pettijohn. In: German Muller, 1967.



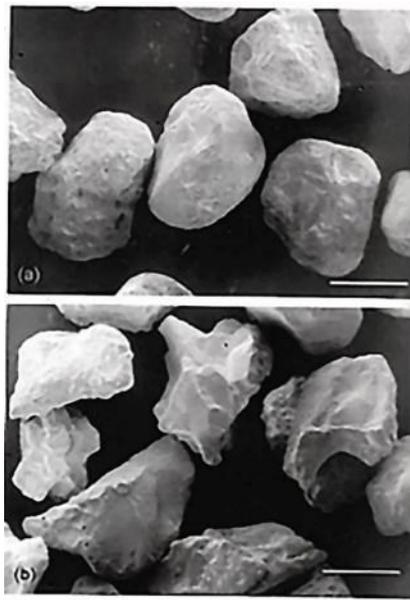
Fonte: Saguio, 1973. – Adaptada.

Segundo Saguio (1973), é possível caracterizar o grau de arredondamento individual de cada partícula utilizando-se a matriz de imagens, de forma qualitativa, considerando as propriedades apresentadas por Pettijohn (1957).

Para Hutchings e Shipway (2017), a maioria das partículas responsáveis pelo desgaste abrasivo podem apresentar uma variação significativa em sua angularidade e partículas angulares causam maior desgaste do que partículas arredondadas.

A maioria das partículas responsáveis pelo desgaste abrasivo são aproximadamente equiaxiais, mas pode ocorrer variação significativa em sua angularidade, o que causa maior desgaste quando comparados as arredondadas. Contudo a angularidade não é simples de definir, em geral não é medida de forma quantitativa por causa da dificuldade de se identificar e quantificar as características de uma forma tridimensional complexa, que são responsáveis por sua abrasividade, conforme apresentado na figura 21 que ilustram duas formas de partículas (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Figura 21: Microscopia eletrônica de varredura: (a) Arredondada (b) Angular.



Fonte: (Cortesia de A.J.Sparks. Barra de escala 100  $\mu\text{m}$ ) citado por Hutchings e Shipway (2017). – Adaptada.

## 2.9 Desempenho abrasivo das partículas

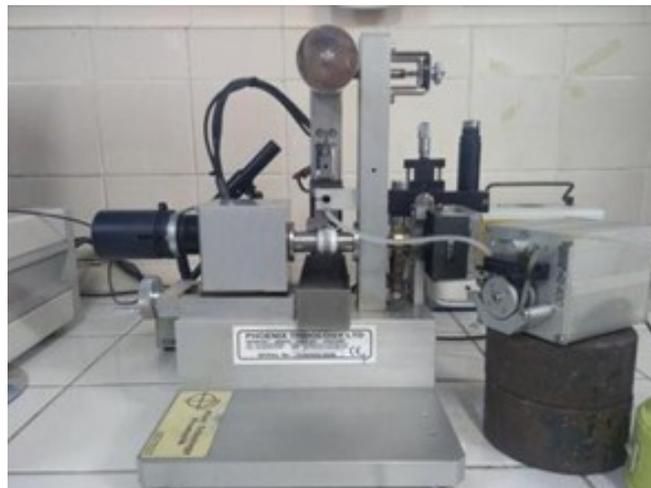
Em termos comparativos, para uma avaliação teórica do processo de esfoliamento facial, podemos assumir que as duas superfícies envolvidas serão atribuídas às mãos e ao rosto. Ao se aplicar um produto esfoliante, as partículas que o compõem estarão entre essas duas superfícies. Nestas condições, é possível usar técnicas, laboratoriais ou em campo, disponíveis na tribologia para avaliação de seu desempenho abrasivo.

Um método de ensaio e de avaliação de desempenho de abrasividade, é o ensaio de microabrasão por esfera rotativa (Rutherford et al. (1996) e Gant et al. (2011)). Neste método, uma carga normal força o corpo de prova contra uma esfera na presença de uma pasta abrasiva. Através deste ensaio é possível a identificação dos modos de desgaste no corpo de prova, que geralmente são classificados em abrasão por riscamento e abrasão por rolamento. (ADACHI et al., 2003 e COZZA et al., 2007).

A abrasão por rolamento representa o modo de desgaste associado ao desgaste onde as partículas rolam no espaço entre a esfera e o corpo de prova e a abrasão por riscamento ocorre na condição em que as partículas abrasivas deslizam contra a amostra. Esses dois modos de desgastes podem ocorrer simultaneamente, sendo possível observar abrasão por riscamento em uma área da calota desgastada e abrasão por rolamento em outra (Adachi et al. (2015) e Cozza et al. (2007)). A partir dos resultados obtidos em um ensaio de microabrasão por esfera rotativa é possível desenvolver um modelo teórico e mapa de modo de desgaste para identificar o regime de desgaste dominante no processo, (Adachi et al. (2015) e Gomez et al. (2015)), analisar tais resultados em termos de taxa de desgaste (Gomez et al. (2015), e determinar o volume de desgaste a partir do diâmetro da calota de desgaste. (TREZONA et al., 1999).

O equipamento tribômetro de microabrasão Plint TE 66 da empresa Phoenix Tribology Ltd© representado na figura 22, está disponível no mercado para realização de ensaios de microabrasão.

Figura 22: Equipamento micro-abrasômetro PLINT TE66.



Fonte: TRICORRMAT (2022).

De acordo com Li et al. (2013), as propriedades das partículas abrasivas usadas em limpador facial esfoliante desempenham papéis importantes no comportamento tribológico da pele, ao remover a pele morta de sua superfície, facilitando a penetração de produtos cosméticos e melhorando sua aparência.

A utilização de argilas em pó em formulação cosmética se dá devido às suas propriedades cicatrizantes, estimulantes e de sorção, e por ter uma componente tribológica. Comumente, produtos naturais assim como as argilas do tipo caulim e bentonita e microesferas de bambu, semente de apricot e arroz, são utilizados como agentes esfoliantes por promoverem leve esfoliação física na pele humana, presumida pelas características de suas partículas.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais para fabricação do sabonete

Para preparação do sabonete sólido esfoliante, os reagentes que foram utilizados no processo como álcali foi o Hidróxido de Sódio (NaOH) de pureza 99 % PA; os ácidos graxos utilizados foram o óleo de palma, o óleo de soja e o óleo de coco, e como aditivos foram adicionados a lanolina e manteiga de cacau. Os agentes esfoliantes também são considerados como aditivos cosméticos e foram adicionados na composição do sabonete separadamente. A concentração de todos os componentes está indicada na tabela 3. A água purificada foi utilizada como solvente na preparação da solução de soda cáustica a 50 %, A formulação foi balanceada com a utilização da calculadora de saponificação Mendrulandia®, que é uma calculadora online de uso livre, conforme figura 23. A figura 23 representa a fórmula básica usada para confeccionar os sabonetes, mudando apenas o agente esfoliante.

Tabela 3: Formulações em porcentagem para produção dos sabonetes esfoliantes em barra

Componente	F1CA <sup>1</sup>	F2BA <sup>1</sup>	F3AP <sup>1</sup>	F4AR <sup>1</sup>	F5BE <sup>1</sup>	F6BR <sup>1</sup>
Óleo de Palma	44,5	44,5	44,5	44,5	44,5	44,5
Óleo de Soja	23,9	23,9	23,9	23,9	23,9	23,9
Óleo de Coco	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2
Lanolina	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
Manteiga de cacau	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
<b>Argila Caulim</b>	<b>1,1</b>	0	0	0	0	0
<b>Microesferas de Bambu</b>	0	<b>1,1</b>	0	0	0	0
<b>Microesferas de semente de apricot</b>	0	0	<b>1,1</b>	0	0	0
<b>Microesferas de arroz</b>	0	0	0	<b>1,1</b>	0	0
<b>Argila Bentonita</b>	0	0	0	0	<b>1,1</b>	0
Sem Agente Esfoliante	0	0	0	0	0	0

1. F1CA – Amostra da fórmula 1 com argila do tipo caulim; F2BA – Amostra da fórmula 2 com microesferas de bambu; F3AP – Amostra da fórmula 3 com microesferas de semente de apricot; F4AR – Amostra da fórmula 4 com microesferas arroz; F5BE – Amostra da fórmula 5 com argila do tipo bentonita; F6BR – Amostra da fórmula 6 sem agente esfoliante, denominado branco.

Fonte: A autora 2022.

Figura 23: Relatório da calculadora de saponificação – Fórmula caulim. Fórmula básica para produção do sabonete esfoliante em barra.

19/03/2022 19:41

CALCULADORA DE SAPONIFICAÇÃO - ELABORAÇÃO DE SABÕES

**Outro ideal**

Resultado da mistura:

SAP: 0,198, Iodo: 72, INS: 126



Ingredientes	Peso gramas	SAP (KOH)	Gorduras	Fórmula	Alcali
Palma / azeite de Dendê, óleo de	194	0,198	57,2%	44,5%	26g
Soja, óleo de	104	0,192	30,7%	23,9%	14g
Cacau, manteiga de	8	0,194	2,4%	1,8%	1g
Lanolina	6	0,106	1,8%	1,4%	0g
Argila branca (caolim)	5	-	-	1,1%	-
Coco, óleo de	27	0,248	8,0%	6,2%	5g
Totais	344g	0,198	100%	79,0%	46g

Sobreengordurante  
5%Concentração  
50%Tipo de alcali  
NaOH (Soda)

Soda	Água	Peso total	Iodo	INS
46g	46g	436g	72	126

Condicione...	Bolhas	Dureza	Limpeza	Persistência	Secagem	Solubilidade
50	51	51	51	49	51	49

Notas:

Esta fórmula é fornecida como um exemplo  
Observar que todos os valores estão em verde

Previsões	0%SE	5%SE	<b>Ácidos graxos:</b>
<b>Condicionamento:</b>	46,0	<b>49,8</b>	Saturados ≈ 41,4% ≡
<b>Bolhas:</b>	53,4	<b>51,4</b>	Insaturados ≈ 56,8%
<b>Dureza:</b>	50,8	<b>50,8</b>	caprílico · C8:0 = 0,56%
<b>Limpeza:</b>	54,6	<b>51,5</b>	cáprico · C10:0 = 0,64%
<b>Persistência:</b>	46,2	<b>48,8</b>	láurico · C12:0 = 3,98%
<b>Secagem:</b>	51,9	<b>50,7</b>	mirístico · C14:0 = 2,07%
<b>Solubilidade:</b>	49,0	<b>48,9</b>	palmitico · C16:0 = 28,59%
<b>Rotulagem INCI:</b>			palmitoleico · C16:1 = 0,32%
Elaeis guineensis oil, glycine soja			esteárico · C18:0 = 4,92%
oil , sodium hydroxide, aqua,			oleico · C18:1 = 31,24%
cocos nucifera oil, theobroma			linoleico · C18:2 = 22,27%
cacao butter, lanolin (adeps			linolénico · C18:3 = 2,63%
lanae), kaolin			araquídico · C20:0 = 0,45%
			gadoleico · C20:1 = 0,18%
			behénico · C22:0 = 0,16%
			erúcido · C22:1 = 0,15%

**Outros dados:**

**Peso total das gorduras:** 339g  
77,8% da fórmula.

**Total de lixívia necessária:** 92g  
21,0% da fórmula.

Concentração: 50%

Proporção: 1:1,0

Água: 10,5% da fórmula.

Alcali: 10,5% da fórmula.

**Teor de glicerina** ≈ 35g  
≈ 8,0% da fórmula.

### 3.2 Método

O trabalho está dividido em 5 etapas: Preparação do sabonete, confecção dos moldes, preparação da solução de sabão a ser utilizado no ensaio de microabrasão, teste de aceitação, e caracterização dos agentes esfoliantes e dos sabonetes.

O sabonete foi produzido pelo processo a frio, mais comumente conhecido como *cold process*, e está descrito em detalhes no anexo I, a confecção dos moldes está descrita no anexo II, e a preparação da solução de sabão descrita no anexo III. O teste de aceitação e a caracterização dos agentes esfoliantes e dos sabonetes serão descritos a seguir.

### 3.3 Teste de aceitação dos sabonetes esfoliantes faciais

O ensaio consistiu em distribuir cinco amostras de sabonetes no formato de esfera de duas polegadas, confeccionadas com cada tipo de agente esfoliante e um sem agente esfoliante denominado “branco”. Os sabonetes foram distribuídos acompanhados de um questionário, para cada amostra, com instruções de uso e perguntas diretas sobre o desempenho do sabonete em relação a sua abrasividade, conforme figura 24.

Quatro painelistas de diferentes faixas etárias foram selecionados para realizar os testes em suas residências. Cada um recebeu um sabonete e um formulário para responder perguntas diretas referentes ao desempenho de abrasividade do sabonete. Com um intervalo de uma semana o painalista deveria devolver o sabonete e o formulário preenchido e pegar a próxima amostra com seu respectivo formulário. Os dados de todos os sabonetes testados foram organizados em planilha eletrônica, a fim de obter resultados gráficos para melhor interpretação dos resultados.

Figura 24: Questionário para teste de aceitação



**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA  
METALÚRGICA E DE MATERIAIS**

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo



### TESTE DE ACEITAÇÃO

PODER ABRASIVO – Esfoliação Facial

Produto: Sabonete esfoliante facial em barra

Amostra:

Peso:

pH:

Nome do participante: \_\_\_\_\_ Data do teste: \_\_\_\_\_

Faixa etária (\*)

- 18 a 25 anos     26 a 35 anos     36 a 45 anos     46 a 55 anos     56 a 65 anos  
 66 a 75 anos     76 a 85 anos     + de 86 anos

(\*) De acordo com a faixa etária a pele pode apresentar variação de sensibilidade à exposição a determinados agentes, dessa forma se justifica a importância do fornecimento de tal informação para tratamento dos resultados obtidos com a pesquisa.

### INSTRUÇÕES PARA REALIZAÇÃO DO TESTE



1-Caso esteja usando maquiagem, remova antes de iniciar o teste;



5-Retire a espuma do rosto lavando-o com água abundante;



2-Molhe o sabonete em água corrente:



6- Seque o rosto com toalha absorvente de forma suave;



3-Produza espuma usando as duas mãos;



7-Aguarde alguns minutos e responda as questões a seguir.



4-Aplique suavemente a espuma no rosto em movimentos circulares por 15 segundos;

### QUESTIONÁRIO

1- Escolha abaixo a melhor opção em relação à **sensação de abrasividade** quando estava aplicando a espuma (passo 4).

- Nenhuma                       Baixa                       Moderada                       Intensa

2- Escolha abaixo a melhor opção em relação à **sensação de esfoliamento** após o teste.

- Nenhuma                       Baixa                       Moderada                       Intensa

3- Utilize as figuras abaixo para expressar sua avaliação geral



4- Caso queira relatar outras observações use o espaço abaixo.

---



---



---



---

### 3.4 Materiais, equipamento e método para ensaio de microabrasão

#### 3.4.1 Materiais e equipamento para ensaio de microabrasão

##### Materiais

100 ml de solução de sabonete na concentração de 2 % m/m;

6 esferas de sabonetes esfoliantes facial em barra com 1(uma) polegada de diâmetro (0,0254m);

6 Amostras retangulares de pele artificial de borracha composta de látex e aditivos, de nome comercial “lençol Pulsômetro” do fabricante Dermocamp®, disponível em: <https://www.dermocamp.com.br>, nas dimensões de 20 x 30mm;

1 bomba dosadora

##### Equipamentos

Microabrasômetro de esfera fixa Plint TE66

Lupa estereocópica

#### 3.4.2 Método para ensaio de microabrasão

O ensaio de microabrasão foi realizado no Laboratório de Tribologia Corrosão e Materiais-TRICORRMAT do DEM-UFES. Foram realizadas duas rodadas de ensaios, sendo uma na condição seca e outra na condição úmida, utilizando o equipamento Microabrasômetro Plint TE 66, conforme ilustrado nas figuras 25, 26, 27 e 28.

a) Inicialmente o equipamento foi ajustado para condição a seco com:

Contrapeso: 0,15 N

Carga normal: 0,20 N

Velocidade: 80 rpm (17 mm/s)

Rotações: 9000

Distância de rolagem: 718 m

b) Inicialmente o equipamento foi ajustado para condição a úmida com:

Contrapeso: 0,15 N

Carga normal: 0,20 N

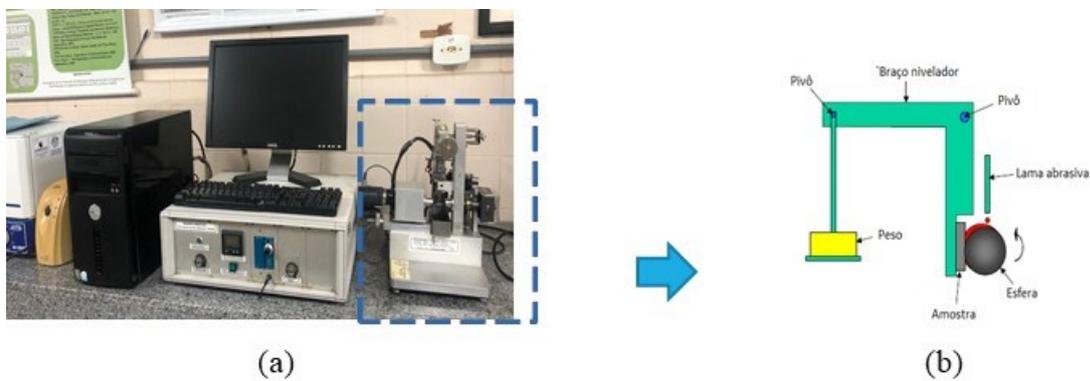
Velocidade: 80 rpm

Rotações: 3000

Distância de rolagem: 718 m

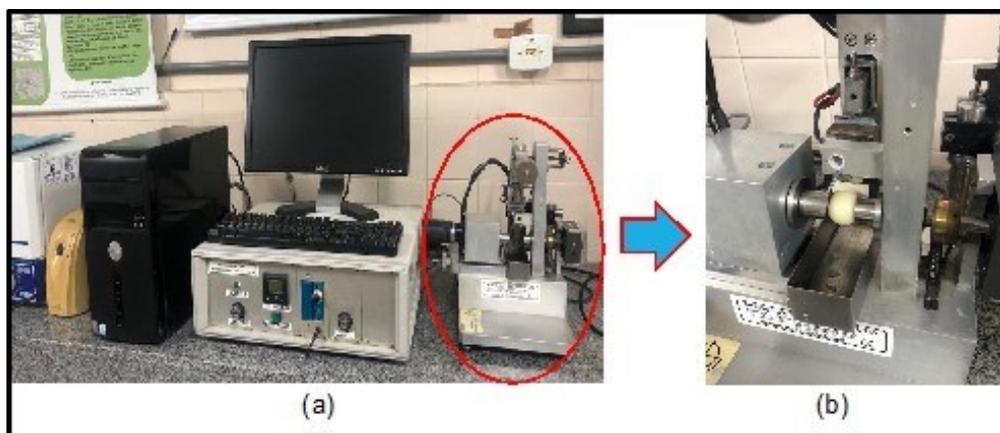
Gotejamento da solução de sabonete 2 % m/m: 1/ min

Figura 25: (a) Microabrasômetro Plint TE 66 e (b) Desenho esquemático microabrasômetro de esfera fixa (C).



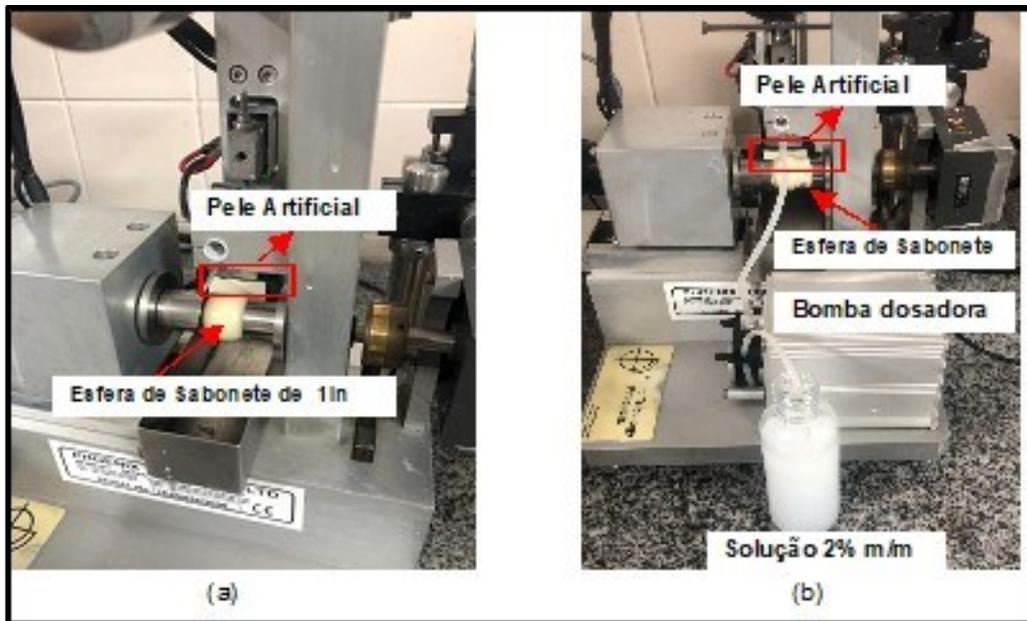
Fonte: (a) TRICORRMAT,2022 e (b) Gant e Gee, 2011. – Adaptada.

Figura 26: (a) Microabrasômetro Plint TE 66. (b) Detalhe do microabrasômetro de esfera fixa com a esfera de sabonete acoplada.



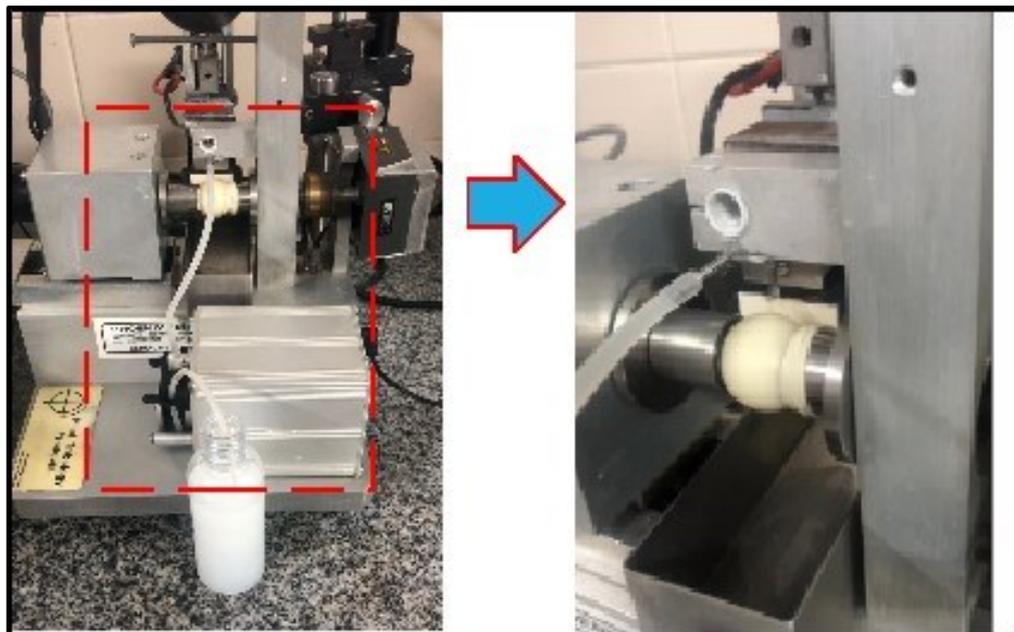
Fonte: (a) TRICORRMAT,2022

Figura 27: (a) Microabrasômetro Plint TE 66– Ensaio a seco. (b) Microabrasômetro Plint TE 66– Ensaio úmido.



Fonte: (a) TRICORRMAT,2022

Figura 28: Microabrasômetro Plint TE 66– Detalhe do Ensaio úmido.



Fonte: (a) TRICORRMAT,2022

### **3.5 Ensaio de distribuição e forma de partículas**

#### 3.5.1 Materiais e equipamento para ensaio de distribuição e forma de partículas

##### Materiais

- 5 gramas de Caulim Horii
- 4 gramas de Microesferas de Bambu
- 5 gramas de Microesferas Semente de apricot
- 5 gramas de Microesferas de arroz
- 5 gramas de Bentonita

##### Equipamento

Equipamento modelo CamsizerXT®- em acessório X-Jet

#### 3.5.2 Método para ensaio de distribuição e forma de partículas

O ensaio foi realizado no Laboratório de Caracterização Tecnológica – LCT do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo — PMI/EPUSP.

A determinação da distribuição de tamanho e forma de partículas foi realizada por análise de imagens dinâmicas no equipamento da marca Retsch, modelo CamsizerXT em acessório X-Jet com pressão de 100 kPa; segundo procedimento descrito pela norma ISO 13322-2/2006.

O equipamento CamsizerXT® é composto por instrumentos óptico-eletrônicos para medição do tamanho e forma de partículas por meio de análise de imagens; as partículas são analisadas com alta resolução e de forma individualizada.

### **3.6 Ensaio de microscopia eletrônica de varredura**

#### 3.6.1 Materiais e equipamento para ensaio de microscopia eletrônica de varredura

##### Materiais

- 1 grama de Caulim Horri
- 1 grama de Microesferas de Bambu
- 1 grama de Microesferas Semente de apricot
- 1 grama de Microesferas de arroz
- 1 grama de Bentonita

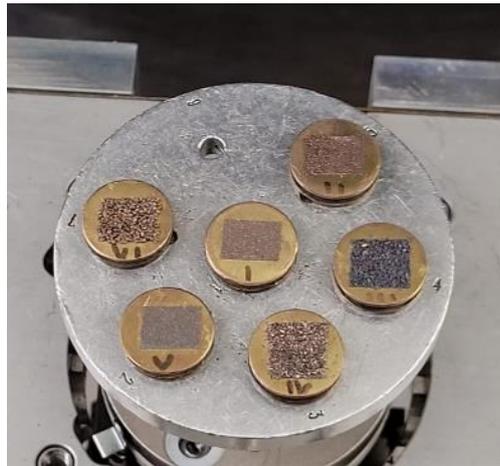
##### Equipamento

Microscópio Eletrônico de Varredura - FEI Inspect 50™

#### 3.6.2 Método para ensaio de Microscopia eletrônica de varredura- MEV

Através do ensaio de Microscopia eletrônica de varredura-MEV foi possível analisar a microestrutura de todas as amostras. As amostras foram preparadas recobrimo-as com uma fina camada de ouro, conforme figura 29, para garantir a condução do fluxo de elétrons quando esses chegam à amostra.

Figura 29: Amostras preparadas para o ensaio de MEV (LABMICRO,2022).



O ensaio foi realizado LABMICRO-Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Força Atômica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo — PMT/EPUSP. As imagens das superfícies das amostras foram obtidas utilizando o Microscópio eletrônico de varredura com canhão de efeito de campo - FEG - Inspect 50, com detectores elétrons secundários, retroespalhados, espectrômetro EDS de raios-X e câmara EDAX de difração de elétrons retroespalhados EBSD – TEAM, conforme ilustrado na figura 30.

Figura 30: Microscópio eletrônico de varredura com canhão de efeito de campo - FEG - Inspect 50.



Fonte: LABMICRO (2022).

### 3.7 Ensaio dureza das partículas dos agentes esfoliantes – Ensaio de nanoindentação

Antes das amostras serem submetidas ao ensaio de nanoindentação, necessitaram de prévio preparo. A preparação das amostras consistiu em embuti-las em resina fenólica do tipo baquelite utilizada em processo de embutimento de amostras metalográficas por meio do método “a quente”. O preparo foi realizado no Laboratório de Fenômenos de Superfície da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo — PME/EPUSP, com a utilização do equipamento SimpliMet® 3000 mounting press conforme figura 31, configurado para:

- Tempo de Aquecimento: 3:00 minutos
- Tempo de Resfriamento: 3:00 minutos
- Pressão de trabalho: 290 bar

As amostras de argilas apresentaram dificuldades de adesão à resina, e não foi possível prepará-las de forma adequada para leitura do equipamento. Dessa forma o ensaio seguiu apenas com as amostras de microesferas de apricot, arroz e bambu, as quais apresentaram uma qualidade mínima para análise. A dureza para as argilas tipo caulim e bentonita foram obtidas de literatura (DANA; HURLBUT, 1960 e MHE, 2022).

Após o embutimento as amostras foram submetidas à ciclos de lixamento, utilizando o equipamento Struers Labopol-1, ilustrado na figura 32.

Figura 31: SimpliMet ® 3000 mounting press.



Fonte: LSF, 2022

Figura 32: Struers Labopol-1.



Fonte: LSF, 2022

Após a preparação das amostras, conforme figura 33, o ensaio de dureza foi realizado no Laboratório de Fenômenos de Superfície da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo — PME/EPUSP, coordenado pelo Prof. Dr. Roberto Martins de Souza. A dureza e o módulo de elasticidade reduzido de cada amostra, foram determinados por meio de ensaios de indentação instrumentada, utilizando o indentador TI 950 TriboIndenter, ilustrado na figura 34.

A dureza é definida segundo a equação 3, e o módulo de elasticidade reduzido definido conforme a equação 4.

$$Dureza (H) = \frac{P_{max}}{A} \quad (3)$$

Onde  $P_{max}$  é a força máxima de indentação e  $A$  é a área de contato projetada resultante naquela carga.

$$Módulo de elasticidade reduzido (Er) = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}} \quad (4)$$

Onde  $S$  é a rigidez da curva de descarga e  $A$  é a área de contato projetada.

O indentador utilizado para realização do ensaio foi do tipo Berkovich. A amostra foi submetida a um ciclo de carregamento e descarregamento de carga, no qual a profundidade de indentação foi continuamente monitorada. Os *inputs*, no equipamento, para análise de cada amostra, estão descritos na Tabela 4. Para melhor identificação do ponto de medição foram obtidas imagens em lupa estereocópica, conforme figura 35.

Figura 33: Amostras embutidas e lixadas.



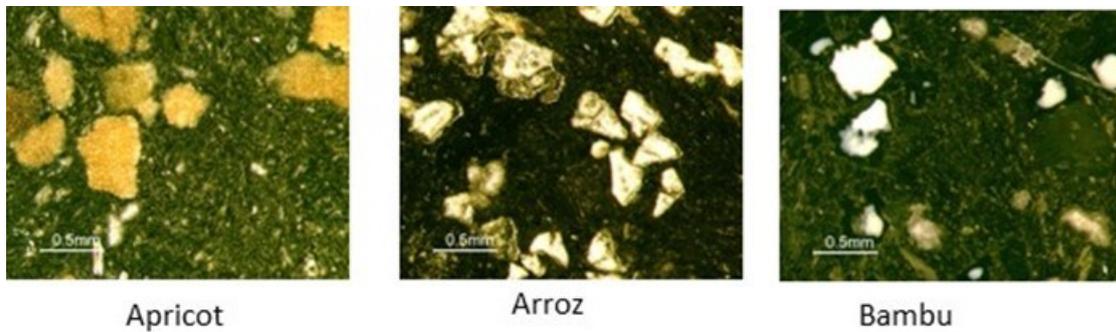
Fonte: A autora (2022).

Figura 34: Indentador TI 950 TriboIndenter.



Fonte: LFS (2022).

Figura 35: Imagens obtidas por lupa estereocópica (3x) - Amostras embutidas e lixadas.



Fonte: A autora (2022).

Tabela 4: Configuração do indentador TI 950 TriboIndenter para cada amostra.

Amostra	Número de Pontos	Pmax ( $\mu\text{N}$ ) <sup>1</sup>
Microesferas de semente de apricot	20	500
Microesferas de arroz	12	500
Microesferas de bambu	18	500

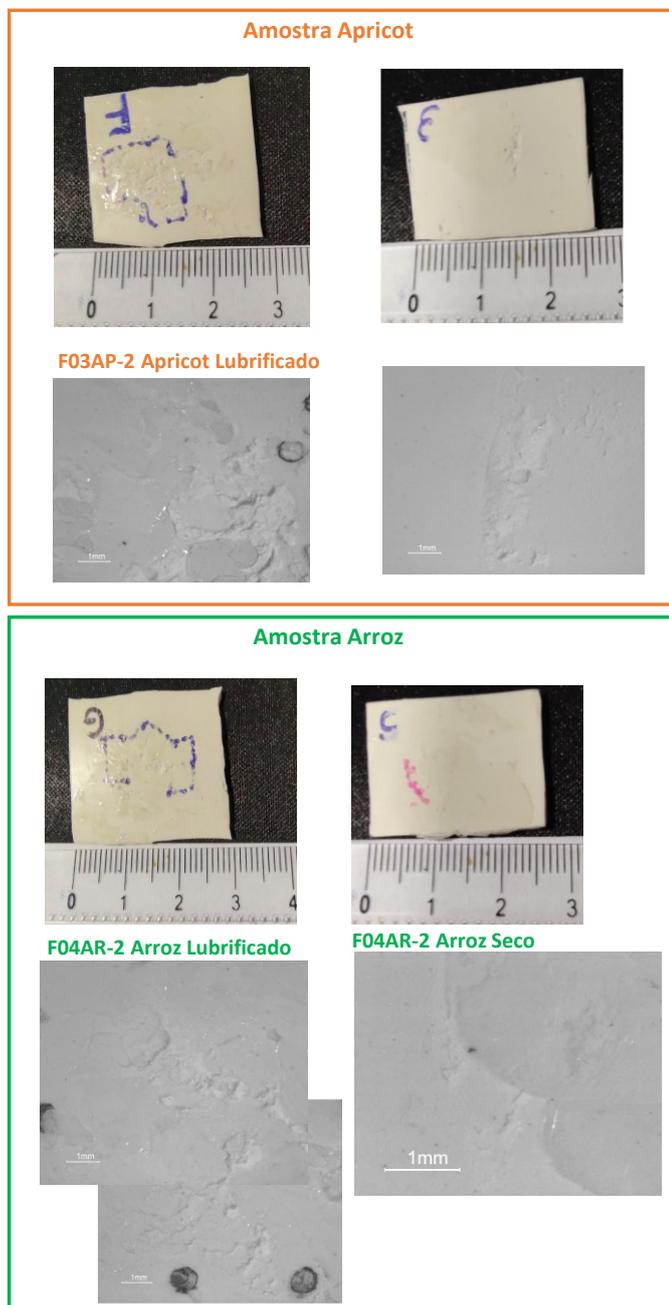
1. Pmáx refere-se a carga máxima utilizada

Fonte: A autora (2022).

### 3.8 Ensaio de análise da superfície da pele artificial após ensaio de microabrasão

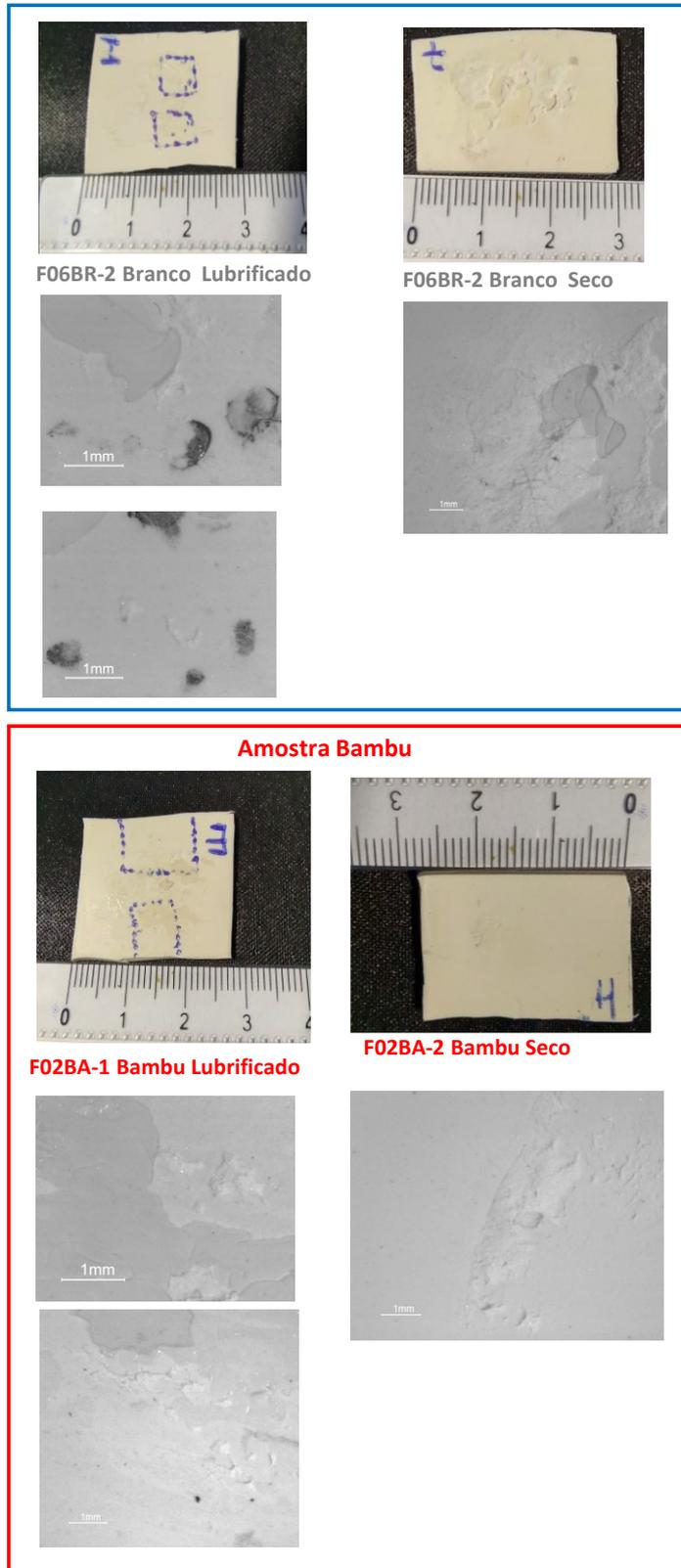
Após o ensaio de microabrasão a pele artificial foi submetida à análise de sua superfície a fim de identificar o mecanismo de desgaste predominante. Com a finalidade de facilitar a localização do desgaste abrasivo, na pele artificial, foi realizada a demarcação com caneta esferográfica das áreas desgastadas e obtida imagens ampliadas utilizando a lupa estereoscópica, conforme figuras 36, 37 e 38.

Figura 36:Imagens da pele artificial desgastada após ensaio de microabrasão-apricot /arroz.



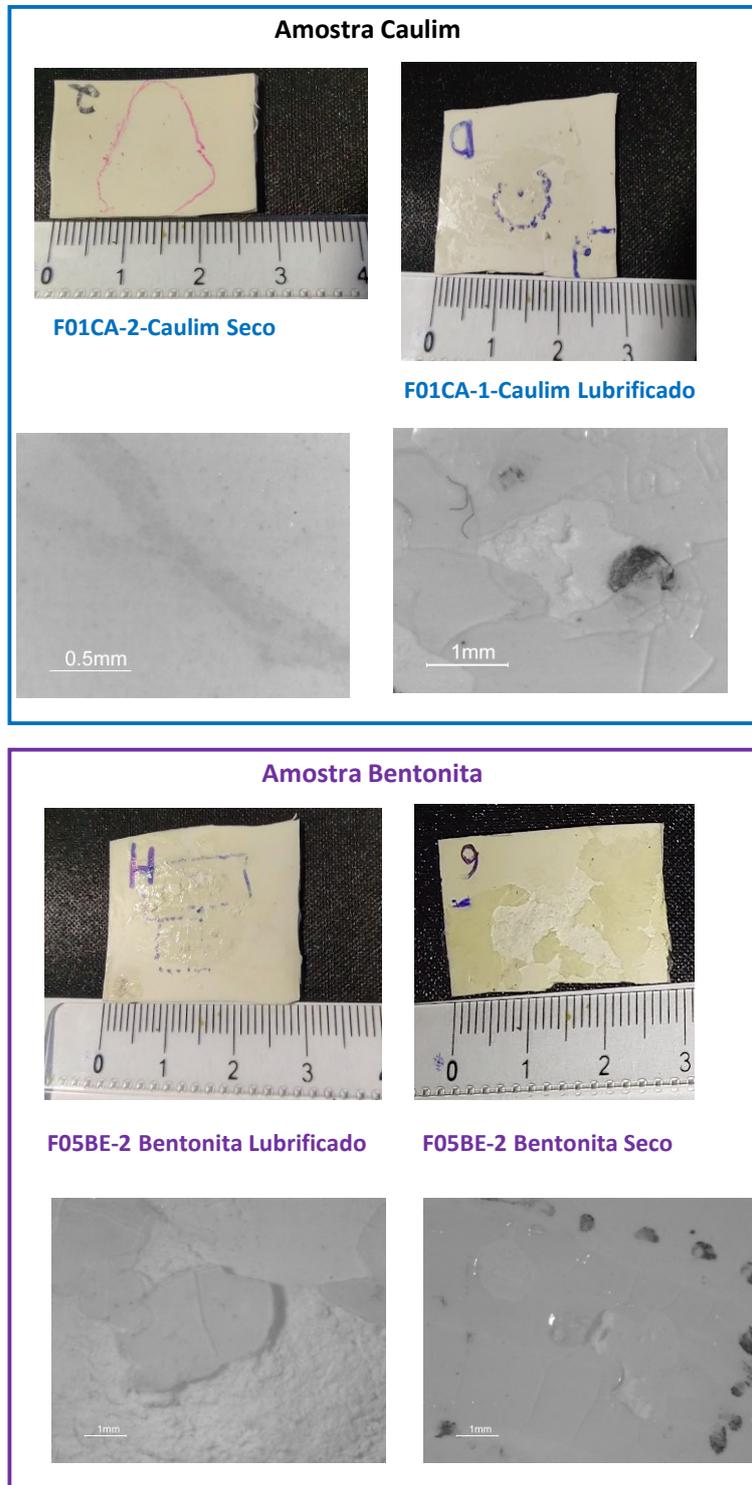
Fonte: A autora (2022).

Figura 37:Imagens da pele artificial desgastada após ensaio de microabrasão-branco/bambu



Fonte: A autora (2022).

Figura 38: Imagens da pele artificial desgastada após ensaio de microabrasão. caulim/ bentonita



Fonte: A autora (2022).

Para a realização do ensaio da análise de rugosidade da superfície da pele artificial foi utilizado o perfilmetro ótico 3D CCI MP, fabricado por Talysurf CCI MP (Leicester, Reino Unido) do Laboratório de Fenômenos de Superfície da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - PME/EPUSP, conforme ilustrado na figura 39. Os dados foram obtidos e analisados pelo software Taysurf CCI software (Taylor Hobson).

Figura 39: Perfilmetro ótico 3D CCI MP.



Fonte: LFS (2022).

### 3.9 Testes de controle de qualidade dos sabonetes

Os testes de controle de qualidade foram realizados 30 (trinta) dias após a fabricação dos sabonetes. Os parâmetros observados foram:

- O Ph, foi medido utilizando-se a fita indicadora de Ph. O resultado esperado deveria apresentar um valor entre 10 e 11;
- A umidade, é um aspecto determinado através de método visual, com base na observação da superfície do sabonete formação de gotículas de água ou uma superfície com aspecto pegajoso;
- A oleosidade da superfície do sabonete, é um aspecto determinado através de método visual, avaliada em função da presença de óleo livre, o que indicaria um excesso de óleo da formulação, e portando, uma reação de saponificação desbalanceada;
- A cor e o odor, que devem ser característicos do produto;
- O aspecto geral do sabonete, avaliado em função da presença de manchas na superfície ou irregularidades do tipo bolhas de ar e;
- A dispersão do agente esfoliante

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Testes de controle de qualidade dos sabonetes

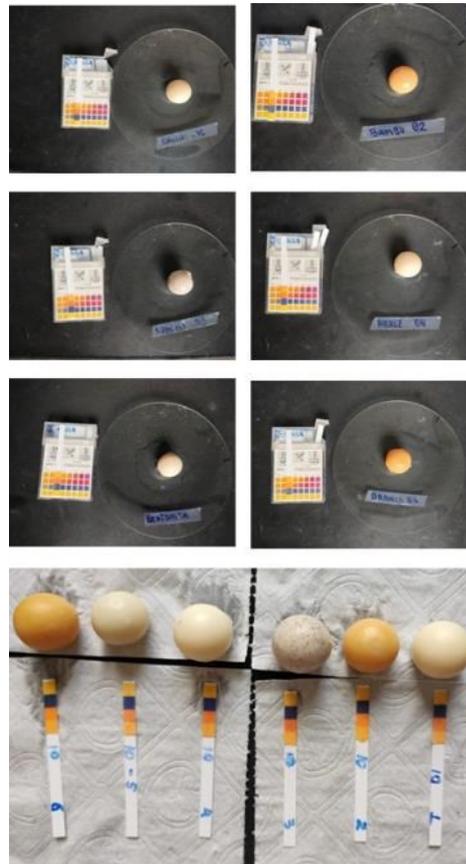
Os resultados dos testes de Ph, umidade, oleosidade cor e odor estão descritos na Tabela 5. Para o teste de aspecto dos sabonetes as imagens estão ilustradas na figura 40, e para o teste de avaliação da dispersão dos agentes esfoliantes, os resultados estão descritos na Tabela 6 e na figura 41. Em linhas gerais:

Tabela 5: Resultado da avaliação sensorial qualitativa – Aspecto

Amostra	Ph	Umidade	Oleosidade	Cor	Odor
F01Caulim	10.0	Ausente	Ausente	Característica	Característico
F02Bambu	10.0	Ausente	Ausente	Característica	Característico
F03Apricot	10.0	Ausente	Ausente	Característica	Característico
F04Arroz	10.0	Ausente	Ausente	Característica	Característico
F05Bentonita	10.0	Ausente	Ausente	Característica	Característico
F06Branco	10.0	Ausente	Ausente	Característica	Característico

Fonte: A autora (2022).

Figura 40: Imagens da medição do Ph e avaliação qualitativa – Aspecto



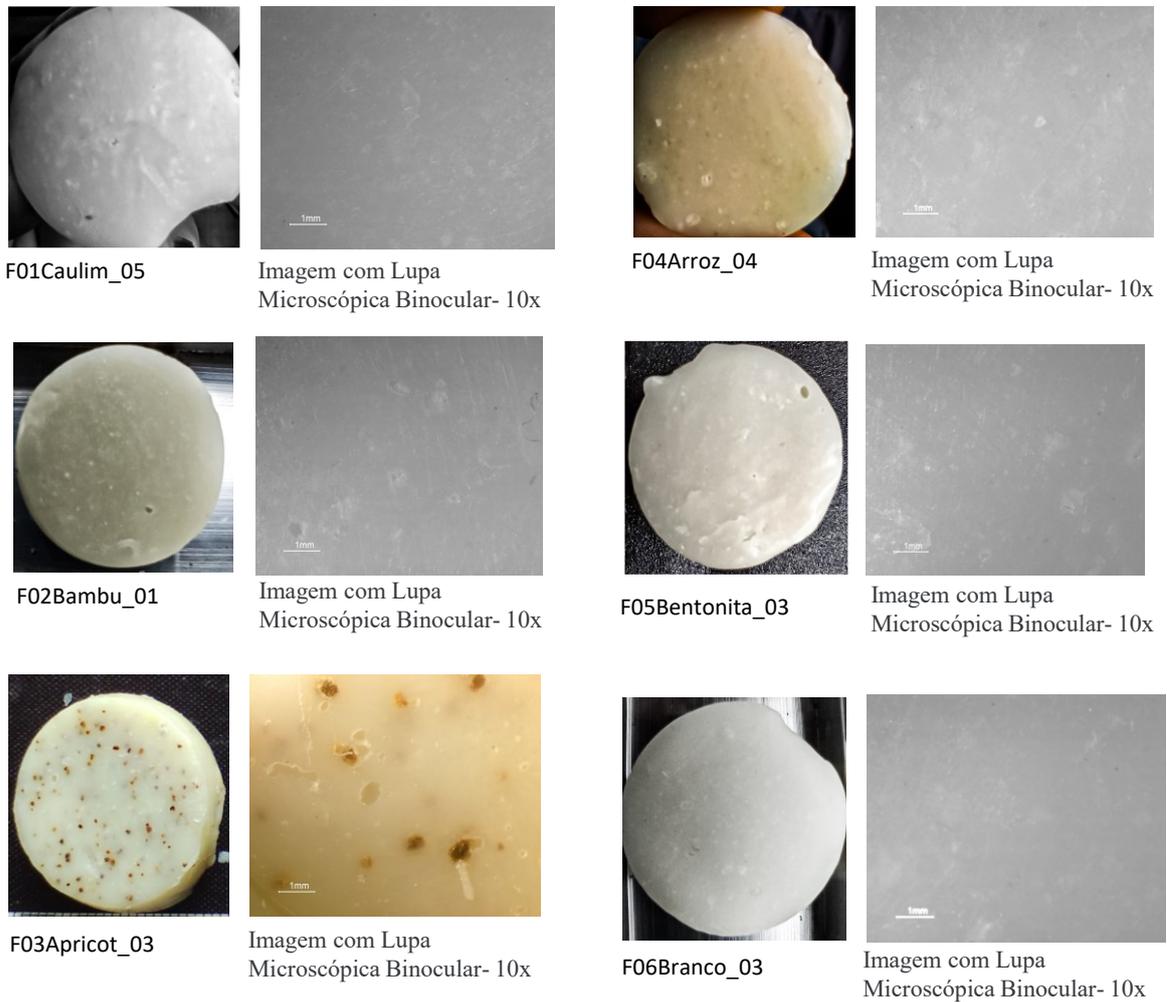
Fonte: A autora (2022).

Tabela 6: Resultado da avaliação qualitativa - Dispersão do agente esfoliante.

<b>Amostra</b>	<b>Dispersão</b>
F01Caulim	Homogênea
F02Bambu	Homogênea
F03Apricot	Homogênea
F04Arroz	Homogênea
F05Bentonita	Homogênea
F06Branco	Agentes esfoliantes ausentes

Fonte: A autora (2022).

Figura 41: Imagens da avaliação qualitativa - Dispersão do agente esfoliante.



Fonte: A autora (2022).

1. Todos os sabonetes apresentaram pequenas manchas brancas, porém ao toque, essas manchas, não deram sensação de aspereza. A causa provável é que seja algo inerente ao processo de fabricação, uma vez que a reação de saponificação segue sem agitação.
2. Os agentes esfoliantes de microesferas de arroz, microesferas de bambu, caulim e bentonita são de cor branca ou âmbar, o que dificultou sua visualização no sabonete. Foi necessário fazer uma edição nas fotos, modificando-se o contraste.
3. Para o agente esfoliante microesferas de semente de apricot, devido à sua cor marrom, foi possível visualizar a dispersão no sabonete sem necessidade de edição das fotos. Essa amostra não apresentou aglomerados nem zona de acúmulo do agente esfoliante. Ou seja, aparentemente sua dispersão ocorreu de forma homogênea no sabonete.

4. Para todos os sabonetes, mesmo aqueles onde não foi possível identificar com clareza os agentes esfoliantes, foi possível observar a ausência de acúmulo de agentes esfoliantes e zona de preferência desses.
5. Os sabonetes apresentaram pequenos orifícios devido a incorporação de ar (bolhas) quando a massa foi vertida nos moldes ou durante a agitação no processo de fabricação.
6. Ao toque todos com agentes esfoliantes apresentaram sensação de aspereza.

A avaliação sensorial qualitativa é um instrumento de avaliação subjetiva que leva em consideração as percepções de um produto do ponto de vista do formulador, que de uma forma geral podem diferir das percepções do consumidor. Para o formulador, a qualidade de um produto está diretamente relacionada aos resultados de sua observação em relação à alguns aspectos, tais como: Ph, umidade, oleosidade, cor e odor. A depender de sua aplicação e ou desempenho esperado outros aspectos poderão ser observados. No caso do sabonete com função esfoliante, é importante observar a dispersão do agente esfoliante utilizado. Então, foram realizados cortes em uma pequena amostra e observadas as superfícies obtidas, por meio de lupa estereoscópica. Todos os resultados apresentados, tanto quanto ao aspecto como quanto à dispersão dos agentes esfoliante, foram considerados satisfatórios, para o objetivo do trabalho em questão.

## 4.2 Teste de aceitação

O teste de aceitação realizado teve como objetivo avaliar a sensação de abrasividade dos sabonetes esfoliantes durante sua aplicação e a sensação de esfoliamento após o uso. Os sabonetes foram aplicados apenas na região do rosto dos painelistas. A repetição do teste com amostras diferentes se deu no intervalo de uma semana.

Os painelistas foram orientados a classificar suas sensibilidades quanto a abrasividade e esfoliamento atribuindo notas de 1 a 4 para esses parâmetros durante o uso dos sabonetes, onde 1 representa “nenhuma”, 2 representa “baixa”, 3 representa “moderada” e 4 representa “intensa”. Dessa forma os resultados foram organizados em gráficos e estão representados nas figuras a seguir:

- A figura 42 apresenta as notas atribuídas pelos painelistas para sensação de abrasividade e para sensação de esfoliamento;
- Na figura 43 estão representadas as médias.

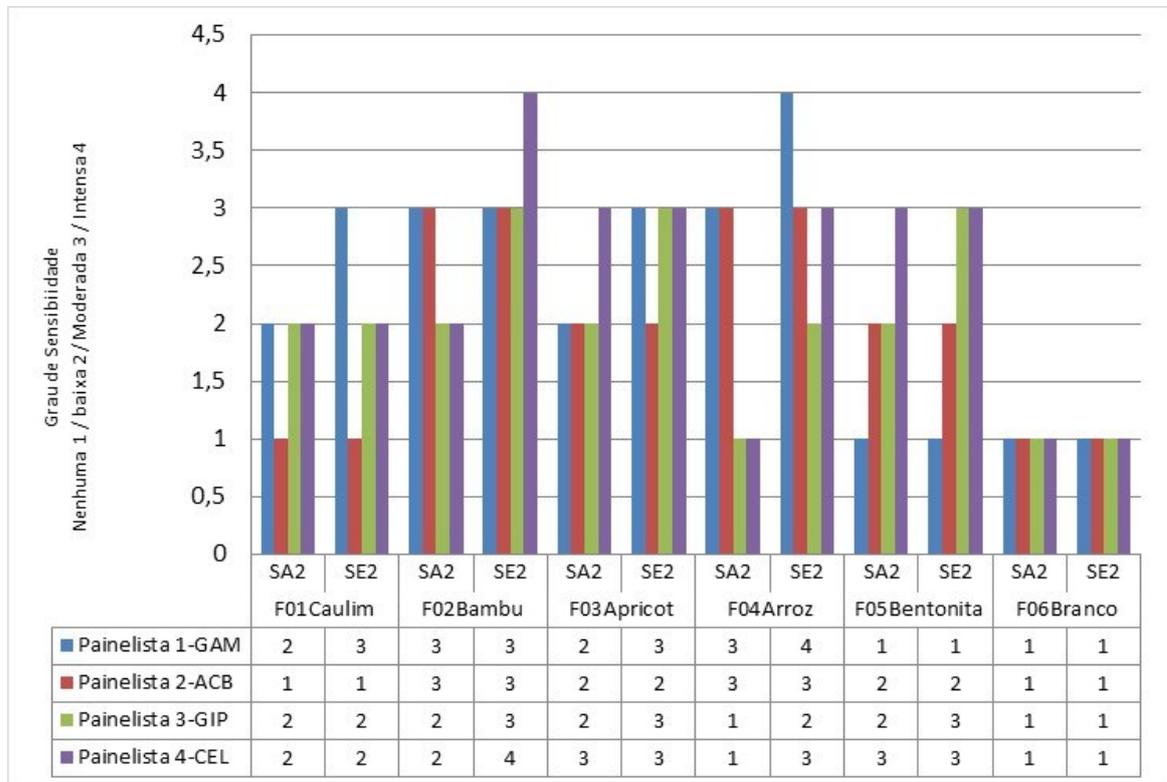
A fim de facilitar o entendimento, de forma resumida, os resultados foram organizados na Tabela 7 . Os resultados obtidos mostram que o sabonete produzido com microesferas de bambu apresentou sensação de abrasividade mais significativa que os demais, sendo classificado como sensação de abrasividade entre baixa e moderada, pelos painelistas. Quanto à sensação de esfoliamento após uso, os sabonetes produzidos com microesferas de bambu, de semente de apricot e de arroz foram classificados pelos painelistas como moderada, o sabonete produzido com bentonita recebeu a classificação entre baixa e moderada e o sabonete produzido com caulim recebeu a classificação como baixa. A amostra identificada como F06Branco não possui nenhum agente esfoliante em sua fórmula. Dessa forma, o resultado apresentado como nenhuma sensação de abrasividade e de esfoliamento era esperado.

Tabela 7: Resultado do teste de aceitação.

<b>Amostra</b>	<b>SA-Sensação de abrasividade</b>	<b>SE-Sensação de esfoliamento</b>
F01Caulim	Baixa	Baixa
F02Bambu	Baixa/Moderada	Moderada
F03Apricot	Baixa	Moderada
F04Arroz	Baixa	Moderada
F05Bentonita	Baixa	Baixa/Moderada
F06Branco	Nenhum	Nenhum

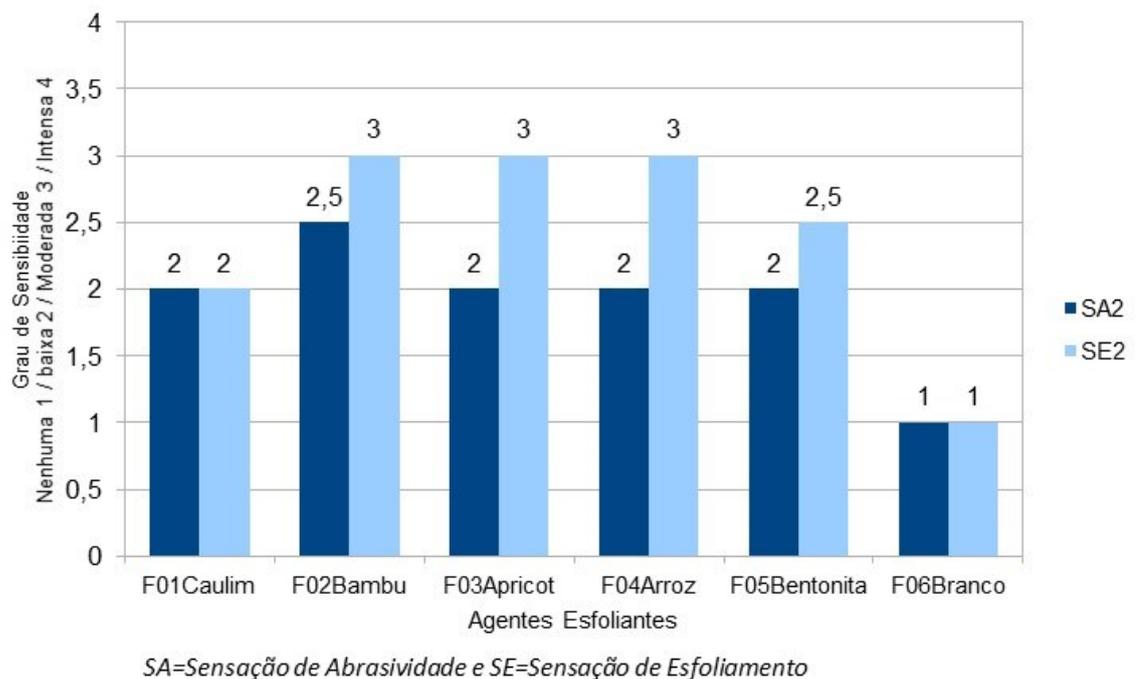
Fonte: A autora (2022).

Figura 42: Resultado do teste de aceitação



Fonte: A autora (2022).

Figura 43: Resultado do teste de aceitação- Médias.



Fonte: A autora (2022).

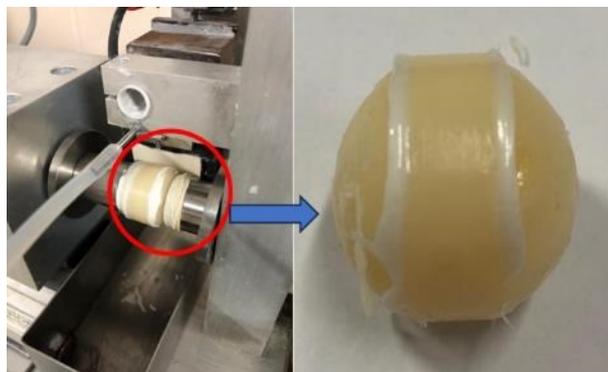
### 4.3 Ensaio de microabrasão

Durante o ensaio lubrificado de microabrasão foi observado que as esferas de sabonete apresentaram um desgaste desigual, conforme mostrado na figura 44. As condições de ensaio levaram a uma perda acentuada da forma esférica apresentada pelo sabonete. Sendo assim, não foi possível avaliar o desgaste por intermédio das dimensões (normalmente o diâmetro) da cratera gerada no material em contato com a esfera.

Para definição da classificação do desgaste nas peles artificiais, adotou-se subjetivamente e de forma qualitativa, o seguinte critério: A pele que visualmente apresentou mais desgaste abrasivo, teve esse desgaste classificado como “Moderado” e a pele que apresentou menos desgastado abrasivo recebeu a classificação de “Nenhum”. Dessa forma a tabela 8, e as figura 46 apresentam os resultados observados.

Para maiores detalhes da visualização dos desgastes consultar anexo II – Relatório do ensaio de microabrasão.

Figura 44: Imagem da esfera de sabonete de 1 (uma) polegada (0,0254 m) deformada durante o ensaio de microabrasão.



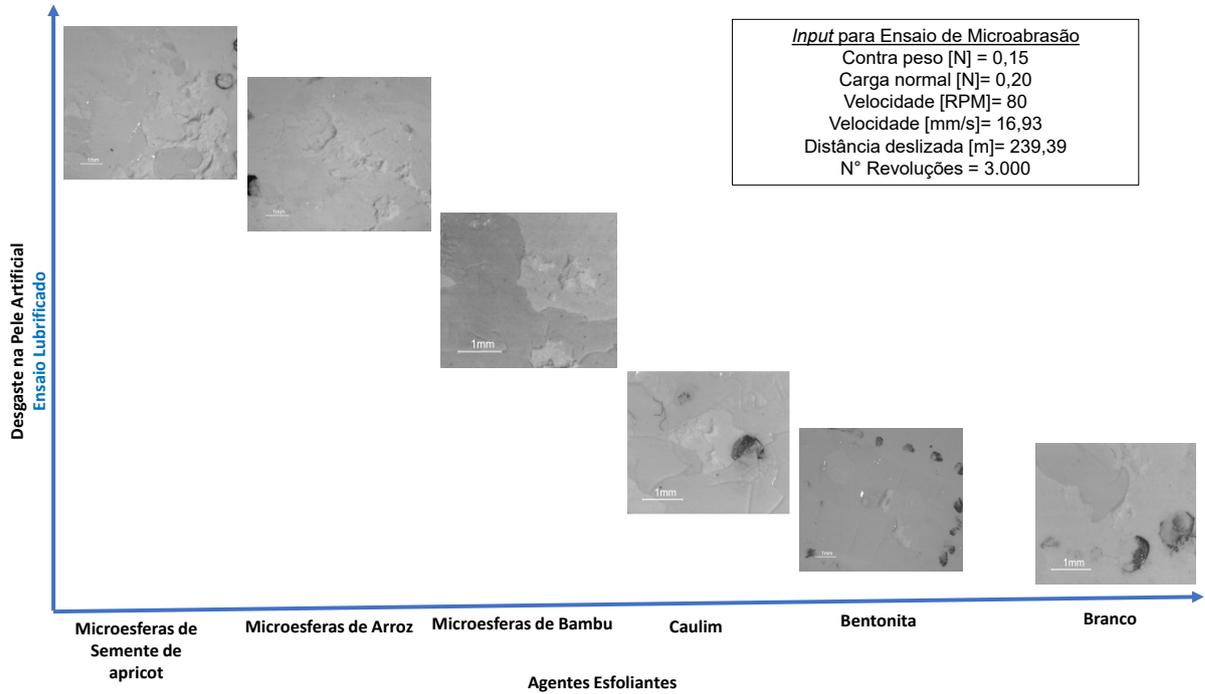
Fonte: TRICORRMAT (2022).

Tabela 8: Resultado do ensaio de microabrasão

<b>Amostra</b>	<b>A seco</b>	<b>Lubrificado</b>
F01Caulim	Nenhum	Nenhum
F02Bambu	Moderada	Moderada
F03Apricot	Moderada	Moderada
F04Arroz	Baixa	Moderada
F05Bentonita	Nenhum	Nenhum
F06Branco	Nenhum	Nenhum

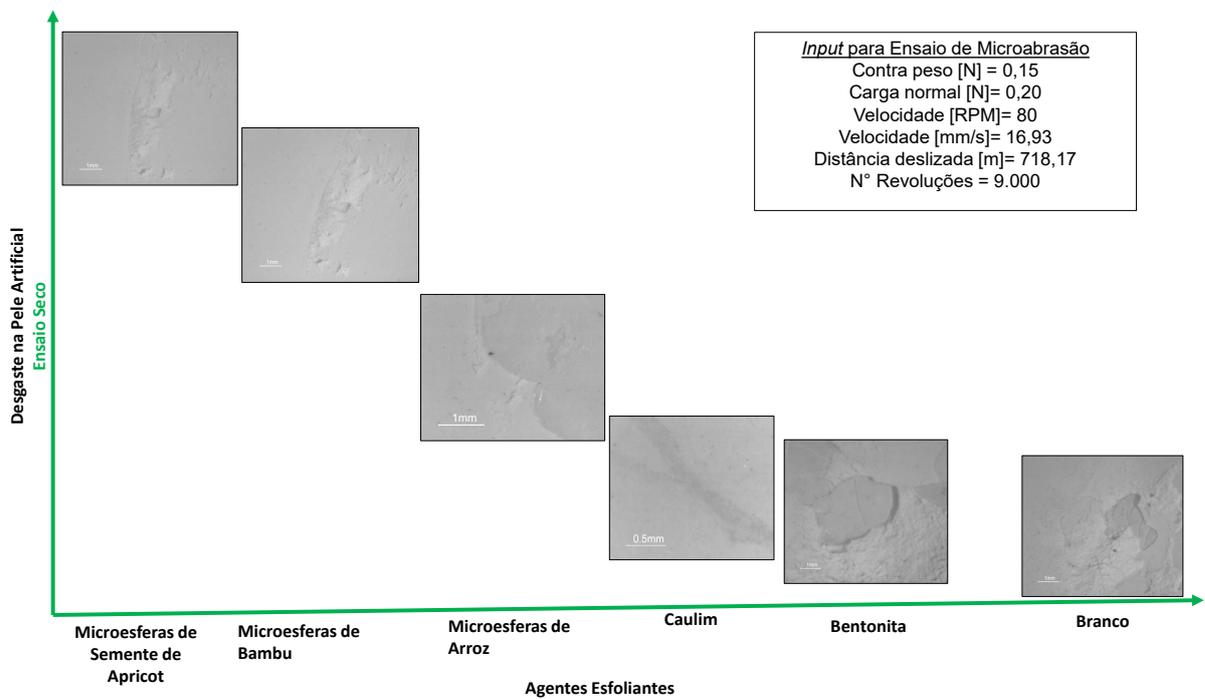
Fonte: A autora (2022).

Figura 45: Mapa de desgaste microabrasivo – Ensaio lubrificado



Fonte: A autora (2022).

Figura 46: Mapa de desgaste microabrasivo – Ensaio seco



Fonte: A autora (2022).

Em geral, também para o ensaio a seco, não foi observado formação de uma calota de desgaste típica do ensaio de microabrasão. Durante o ensaio as esferas de sabonete apresentaram um desgaste desigual o que causou um contato não uniforme com a pele artificial, algumas observações com relação ao ensaio foram:

- 1- De acordo com o critério de avaliação qualitativa assumido para esse trabalho, o sabonete produzido com microesferas de bambu apresentou microabrasão na pele artificial com intensidade moderada, tanto para ensaio a seco como para ensaio lubrificado;
- 2- O sabonete produzido com microesferas de semente de apricot apresentou microabrasão na pele artificial com intensidade moderada tanto para o ensaio a seco quanto para o ensaio lubrificado;
- 3- O sabonete produzido com microesferas de arroz apresentou microabrasão na pele artificial com intensidade baixa para o ensaio a seco e intensidade moderada para o ensaio lubrificado;
- 4- Os sabonetes produzidos com agente esfoliante caulim e bentonita não apresentaram efeitos da microabrasão na pele artificial de forma significativa. Aparentemente, o dano observado foi causado pelo arrancamento de resíduo de sabonete aderido na pele artificial durante o ensaio.
- 5- A amostra identificada como F06Branco não possui nenhum agente esfoliante em sua fórmula. Dessa forma o resultado apresentado como nenhum efeito de microabrasão na pele artificial era esperado.

#### **4.4 Ensaio de distribuição, tamanho e forma das partículas abrasivas**

Conforme pode ser observado na figura 50, o tamanho das partículas dos agentes esfoliantes variaram significativamente, destacando-se as seguintes observações:

- a) O caulim mostrou ter partículas mais finas, seguido da bentonita.
- b) As microesferas de bambu, microesferas de semente de apricot e microesferas de arroz mostraram possuir partículas mais grossas.

No ensaio de distribuição e forma de partículas, os valores obtidos para a forma das partículas dos agentes esfoliantes usados na produção dos sabonetes apresentaram alguma variação. Na tabela 9 constam os valores médios obtidos.

Na figura 47 mostra a representação da distribuição das partículas por intervalo de forma, destacando a localização de suas formas, em função da relação de aspecto versus a esfericidade. Levando-se em conta uma média dos valores obtidos no ensaio, verificou-se que as partículas ocupam praticamente a mesma região no gráfico, apresentando uma esfericidade entre 0,7 e

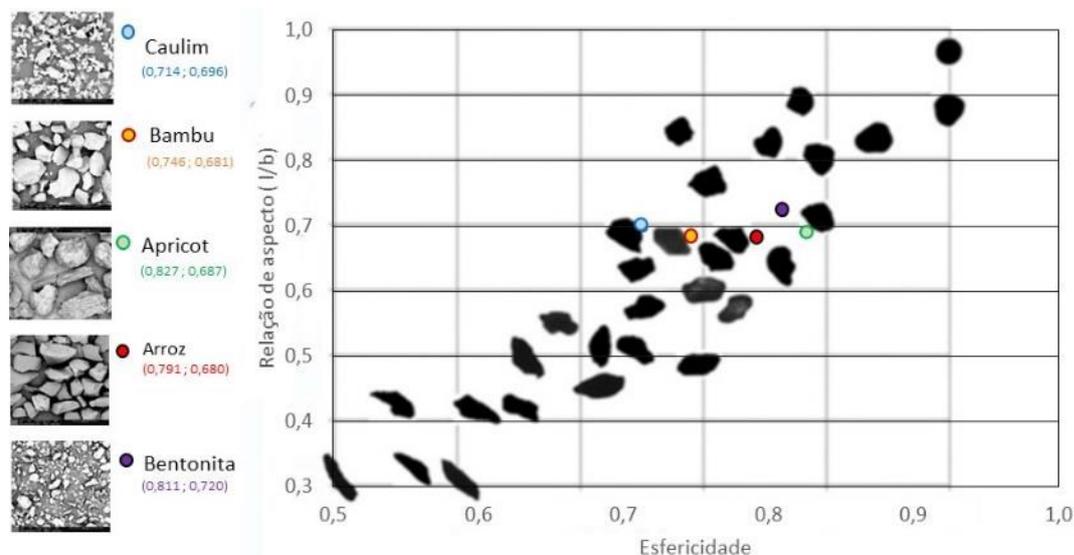
0,8. Reforça-se que a partícula apresentará uma forma mais esférica quanto mais perto do valor 1 para o par ordenado plotado no gráfico. Já para a relação de aspecto, que indica o alongamento das partículas, todas estão dentro de um mesmo intervalo de valor, ou seja, de +/- 0,7, o que significa que com relação a esse parâmetro são semelhantes. Nas figura 48, figura 49 e figura 50, estão representados todos os valores obtidos no ensaio para distribuição das partículas por intervalo de forma, distribuição de tamanho de partículas e distribuição de tamanho e da morfologia das partículas, respectivamente.

Tabela 9: Distribuição de tamanho e da morfologia das partículas ( $\mu\text{m}$ ).

Parâmetro	Amostra	D[médio]	SPHT média	b/l média
xc-min	F01Caulim	18,10	0,714	0,696
xc-min	F02Bambu	289,20	0,746	0,681
xc-min	F03Apricot	371,30	0,827	0,687
xc-min	F04Arroz	323,40	0,791	0,680
xc-min	F05Bentonita	48,10	0,811	0,720

Fonte: A autora (2022).

Figura 47: Representação da distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) ( $\mu\text{m}$ )



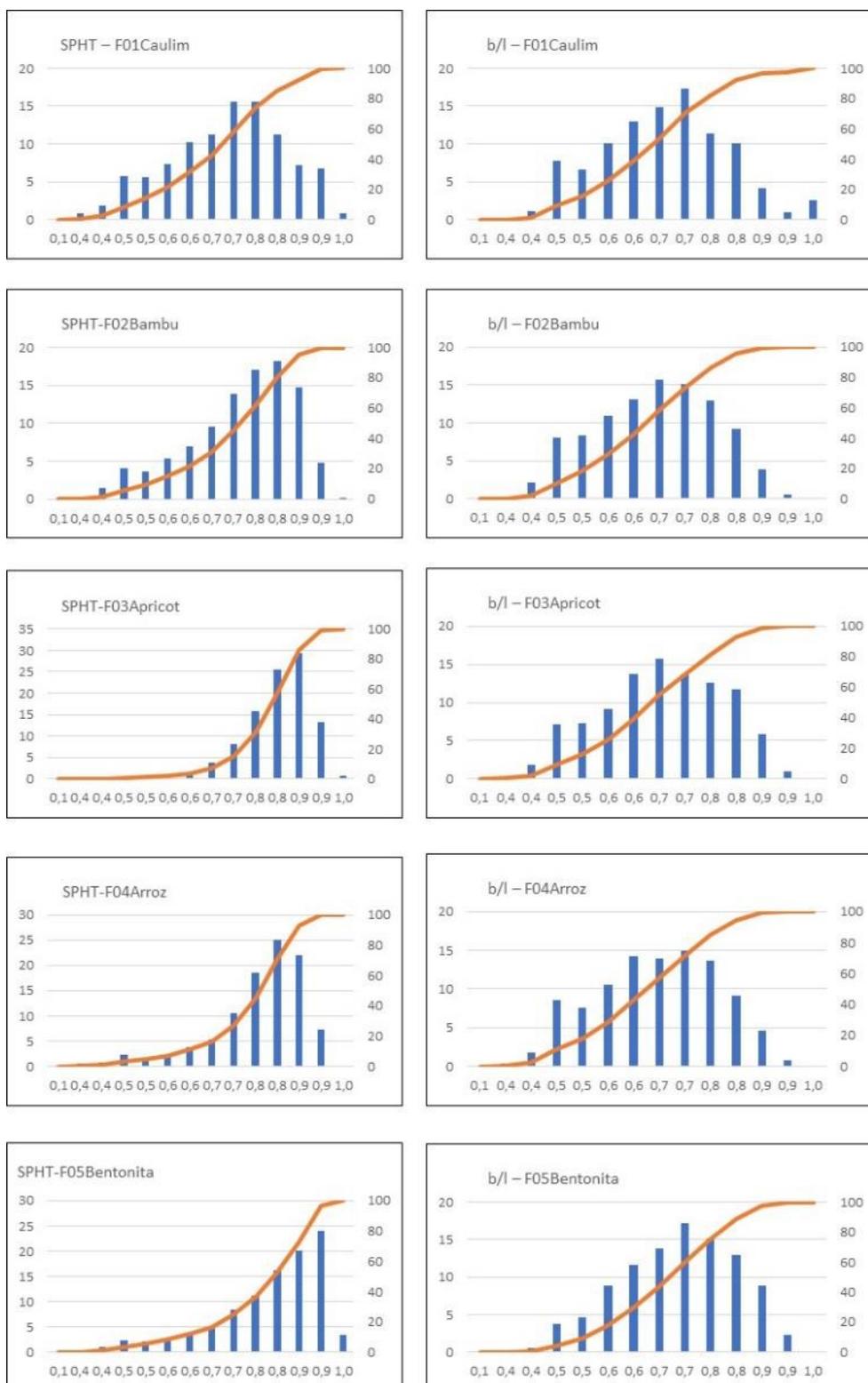
Fonte: LCT, 2022. – Adaptada.

Hutchings e Shipway (2017), afirmam que o tamanho das partículas abrasivas responsáveis pela maior parte do desgaste abrasivo está entre 5 e 500  $\mu\text{m}$  e que ensaios de

laboratório demonstram que existe um padrão consistente no comportamento com relação as taxas de desgaste, onde as taxas reduzem acentuadamente com a diminuição do tamanho da partícula. No entanto, os autores alertam para o fato desse comportamento não ser infinitamente crescente, apresentando uma estabilidade na taxa de desgaste na medida que o tamanho da partícula aumenta. Rutherford et al. (1996) afirmam que nos processos de microabração a faixa de tamanhos de partículas antes da estabilidade no coeficiente de desgaste está entre 1 e 10  $\mu\text{m}$ , o que vai de encontro com a afirmação de Hutchings e Shipway (2017) acima citada.

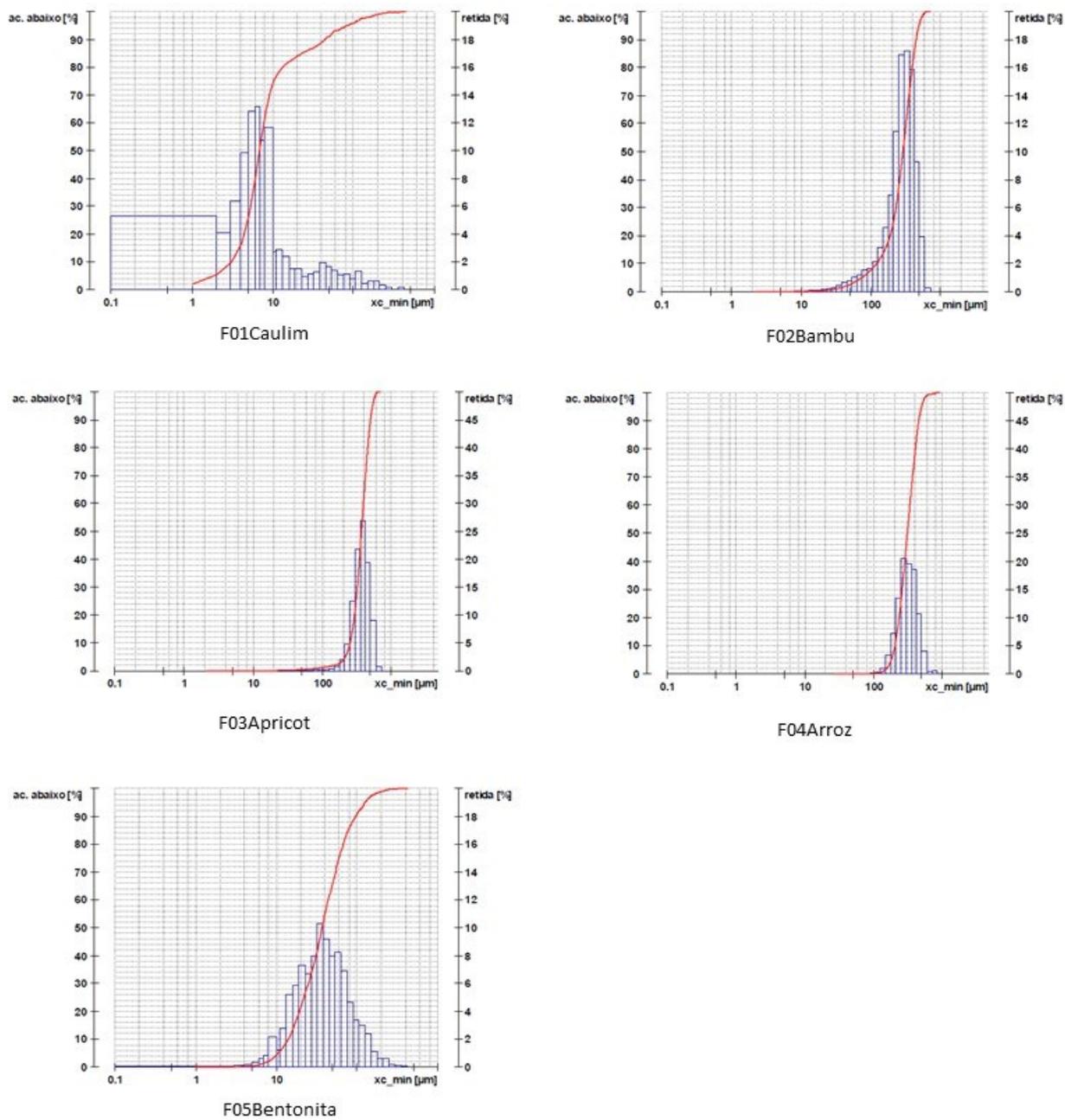
De acordo com Kato e Adachi (2007), Peterson (2007), Suguio (1973) e Hutchings e Shipway (2017), além do tamanho das partículas abrasivas o desgaste abrasivo é influenciado também pela forma e angularidade das partículas. Hutchings e Shipway (2017) também afirmam que maioria das partículas responsáveis pelo desgaste abrasivo são aproximadamente equiaxiais, mas pode ocorrer variação significativa em sua angularidade, o que causa maior desgaste quando comparados às arredondadas.

Figura 48: Distribuição das partículas por intervalo de forma (SPHT e b/l) ( $\mu\text{m}$ ) – Por amostra.



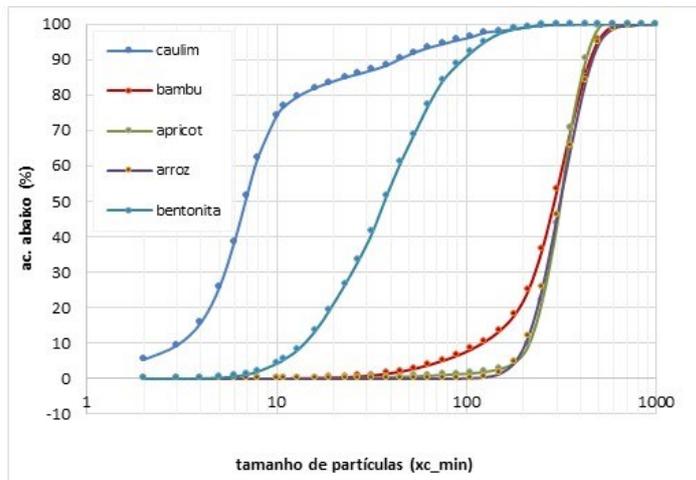
Fonte: LCT, 2022 – Adaptada.

Figura 49: Distribuição de tamanho de partículas acumulada abaixo e retida por fração ( $x_{c\_min}$ ). ( $\mu\text{m}$ ) – Por amostra.

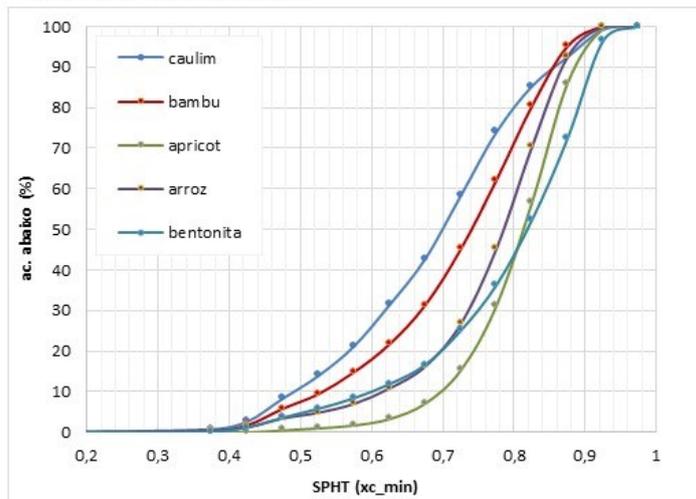


Fonte: LCT, 2022 – Adaptada.

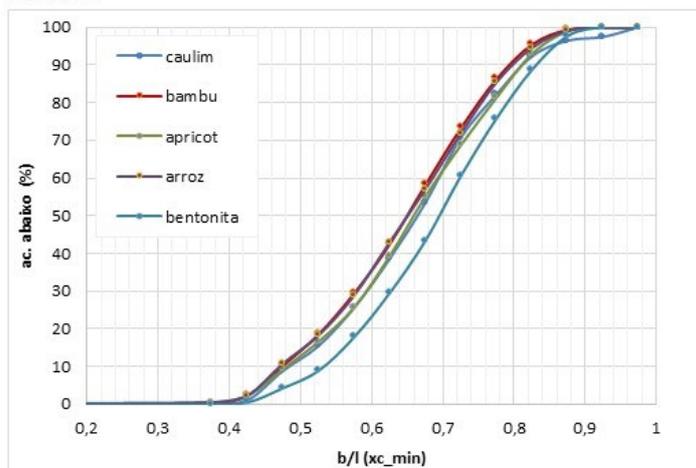
Figura 50: Distribuição de tamanho e da morfologia das partículas ( $\mu\text{m}$ ). – Geral



Tamanho de partículas, considerando o parâmetro  $x_{c\_min}$  ( $\mu\text{m}$ ). Parâmetro que mais se aproxima ao peneiramento



Esfericidade das partículas, quanto mais próximo de 1, mais regular sua superfície.



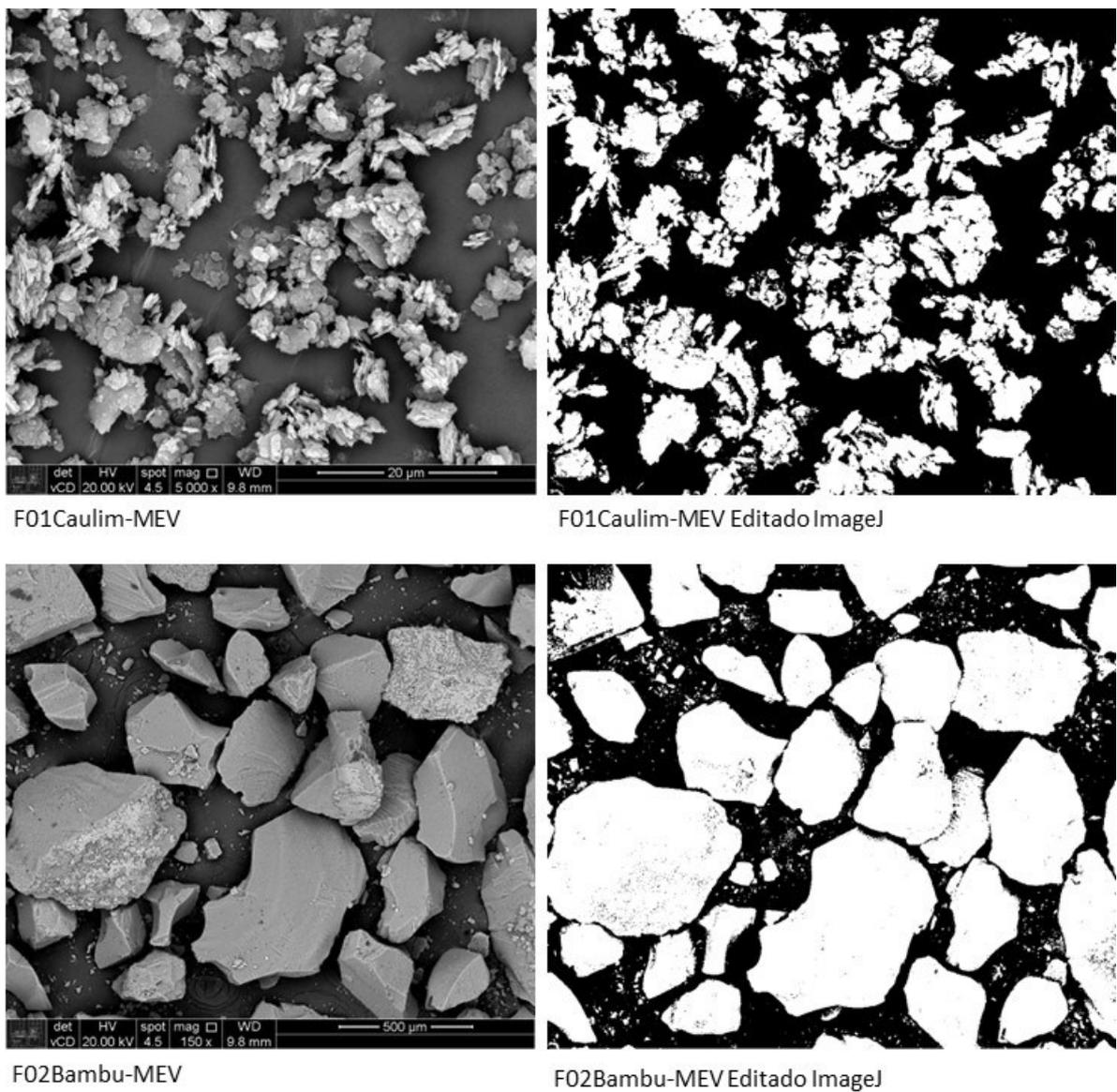
breadth / length (largura / comprimento) , quanto mais perto de 1, menos alongada a partícula

Fonte: LCT, 2022 – Adaptada.

#### 4.5 Ensaio de microscopia eletrônica de varredura – MEV

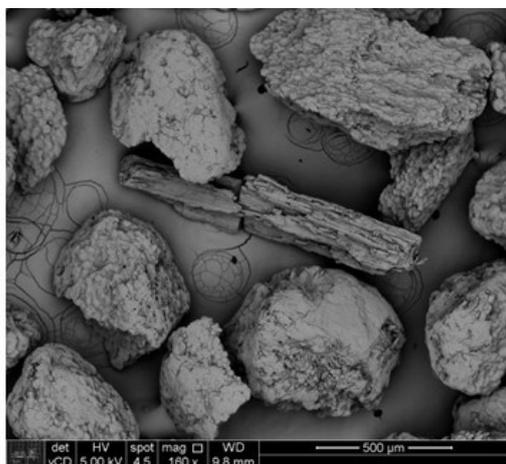
As figura 51 e 52 foram obtidas por meio de análises de MEV-Microscopia Eletrônica de Varredura, com o objetivo de analisar a morfologia das partículas. A figura 53 ilustra o mapa representativo da morfologia das partículas

Figura 51: MEV-Morfologia das partículas ( $\mu\text{m}$ ). – Por amostra

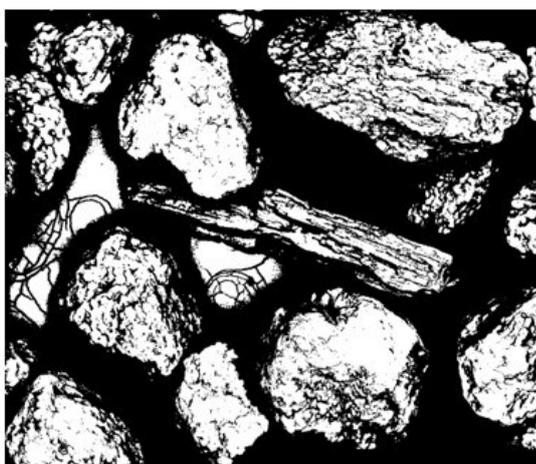


Fonte: A autora (2023).

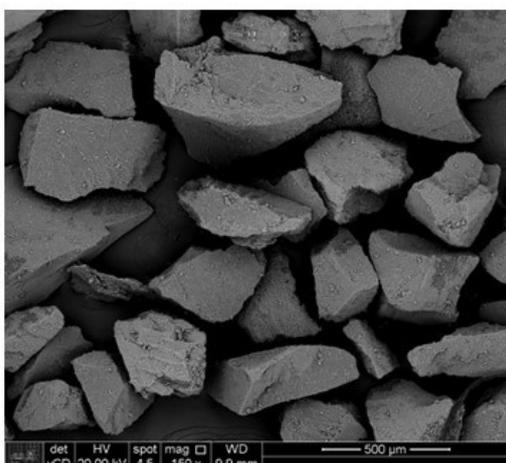
Figura 52: Imagens da morfologia das partículas – Por amostra



F03Apricot-MEV



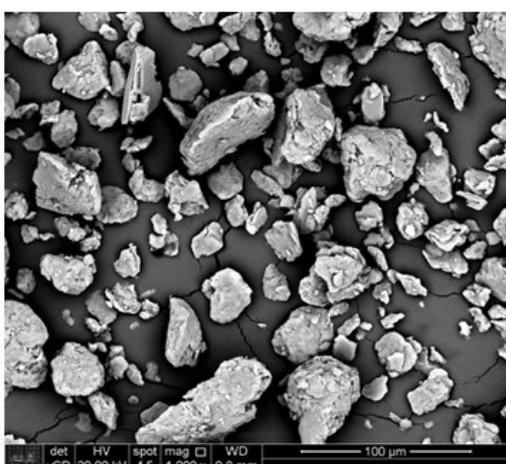
F03Apricot-MEV Editado ImageJ



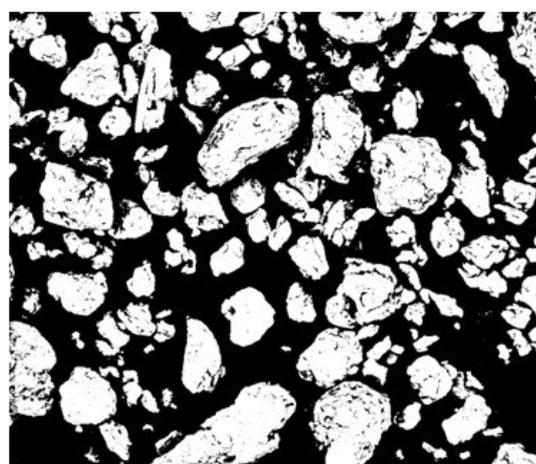
F04Arroz-MEV



F04Arroz-MEV Editado ImageJ



F05Bentonita-MEV



F05Bentonita-MEV Editado ImageJ

Fonte: A autora (2023).

Figura 53: Mapa representativo da morfologia das partículas – Geral



Fonte: A autora (2023).

Segundo Hawlitschek et. al. (2015), quanto à esfericidade das partículas, deve-se observar a irregularidade do perímetro projetado e, quanto à angularidade ou arredondamento, deve-se observar variações nos cantos da partícula.

Segundo Saguio (1973), é possível caracterizar o grau de arredondamento individual de cada partícula utilizando-se a matriz de imagens, considerando as propriedades apresentadas por Pettijohn (1957), porém o autor adverte que no caso do método da comparação visual, deve-se dirigir a atenção para observação de seus cantos verificando se possuem aspecto angulares. Dessa forma, analisando os dados do ensaio foi possível verificar que:

- a) Para a argila tipo caulim, observou-se que suas partículas possuem aspecto de aglomerados, e possuem alguma angularidade, baseada em seu grau de arredondamento, sendo classificada como uma partícula subangular, conforme critérios apresentados por Russell e Taylor (1927) e Pettijohn (1957) e ilustrado na figura 20.
- b) Para as microesferas de bambu, observou-se que suas partículas possuem uma forma mais definida, apresentando cantos expressivos sendo classificada como uma partícula angular,

conforme critérios apresentados por Russell e Taylor (1927) e Pettijohn (1957) e ilustrado na figura 20.

c) Para as microesferas de semente de apricot, observou-se que suas partículas não apresentam cantos expressivos sendo classificada como uma partícula arredondada, conforme critérios apresentados por Russell e Taylor (1927) e Pettijohn (1957) e ilustrado na figura 20.

d) Para as microesferas de arroz, observou-se que suas partículas possuem uma forma mais definida, apresentando cantos expressivos, sendo classificada como uma partícula angular, conforme critérios apresentados por Russell e Taylor (1927) e Pettijohn (1957) e ilustrado na figura 20.

e) Para a argila tipo bentonita, observou-se que suas partículas possuem aspecto de aglomerados, porém mais dispersos que as partículas da amostra F01Caulim, e não apresentam cantos expressivos, sendo classificada como uma partícula arredondada, conforme critérios apresentados por Russell e Taylor (1927) e Pettijohn (1957) e ilustrado na figura 20.

A Tabela 10, contém de forma resumida o resultado da análise da angularidade das partículas abrasivas segundo critérios apresentados por Russell e Taylor (1927) e Pettijohn (1957)

Tabela 10: Angularidade das partículas abrasivas

<b>Amostra</b>	<b>Angularidade</b>
F01Caulim	Subangular
F02Bambu	Angular
F03Apricot	Arredondada
F04Arroz	Angular
F05Bentonita	Arredondada

Fonte: A autora (2022).

#### **4.6 Ensaio de nanoindentação (Ensaio de dureza)**

As figuras 54, 55 e 56 são resultantes dos dados obtidos no ensaio de nanoindentação com o objetivo de analisar o comportamento das amostras em função da carga aplicada e deslocamento do indentador. Os resultados referem-se às amostras F02Bambu, F03Apricot e F04Arroz. Reforça-se que, para as argilas, o ensaio não foi realizado por impossibilidade de preparação das amostras, da forma requerida pelo método adotado. Após a preparação da amostra de argila tipo caulim observou-se irregularidade da superfície a ser analisada mesmo

após os processos de lixamento e polimento. Já para argila do tipo bentonita não houve adesão suficiente na resina utilizada no embutimento, o qual resultou em perda de material durante o procedimento de lixamento e polimento dessa amostra. Com o objetivo de comparar as durezas entre todas as amostras, para as argilas utilizou-se valores de literatura (Dana e Hurlbut, 1960 e MHE, 2022). Os valores de dureza encontradas para as argilas estavam em Mohs e o resultado do ensaio de nanoindentação para as demais amostras, resultou dureza em GPa. A fim de equalizar os valores em relação a grandezas, adotou-se converter todos os valores obtidos para dureza de Vicker (HV).

Para converter as durezas das argilas de Mohs para escala HV foi utilizada a calculadora efunda© engineering fundamentals disponível na internet, para converter as durezas obtidas no ensaio de nanoindentação de GPa para HV foi utilizado a equivalência adotada de 1 GPa ~ 100 HV, conforme HUTCHINGS, 2006.

A figura 57 apresenta a média e o desvio padrão das medidas de dureza e a figura 58 apresenta a média e desvio padrão do módulo de elasticidade reduzido ( $E_r$ ), das amostras submetidas ao ensaio. A Tabela 11 apresenta os resultados de dureza e módulo de elasticidade reduzido, definidos no item 3.7, obtidos para as amostras F02Bambu, F03Apricot e F04Arroz, para as amostras de argilas esse dado não foi localizado na literatura.

Tabela 11: Resultados do ensaio de nanoindentação

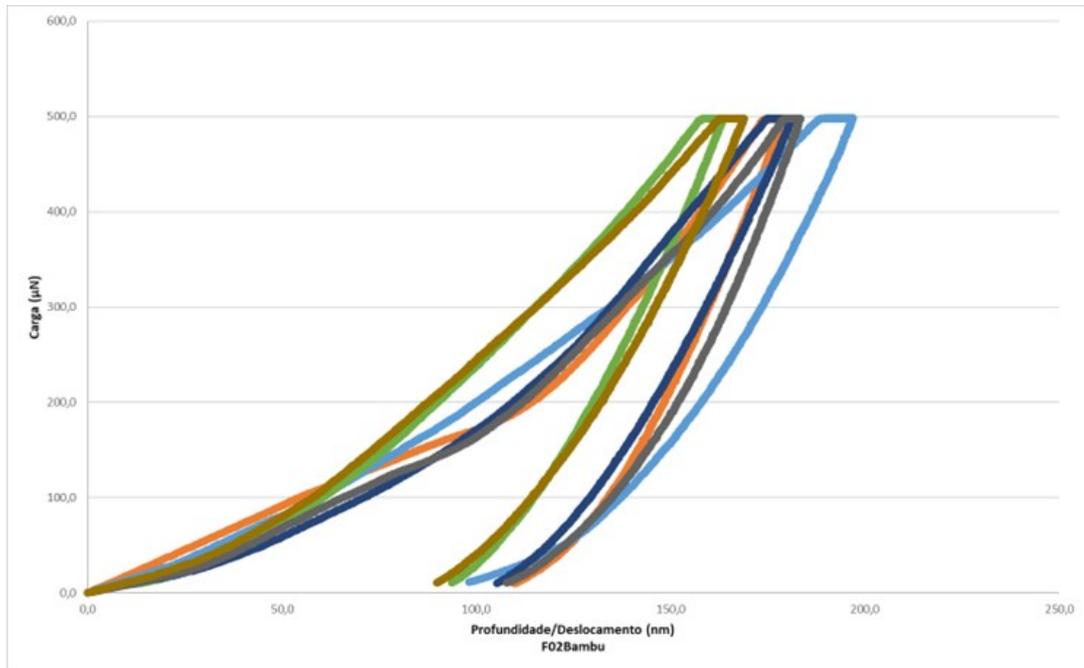
<b>Amostra</b>	<b>Dureza média (HV)</b>	<b>Módulo de elasticidade reduzido média (GPa)</b>
F01Caulim	84,00 <sup>1</sup>	-
F02Bambu	72,58	10,92
F03Apricot	24,11	6,33
F04Arroz	92,50	9,63
F05Bentonita	37,00 <sup>2</sup>	-

1- Dana e Hurlbut (1960);

2- MHE (2022).

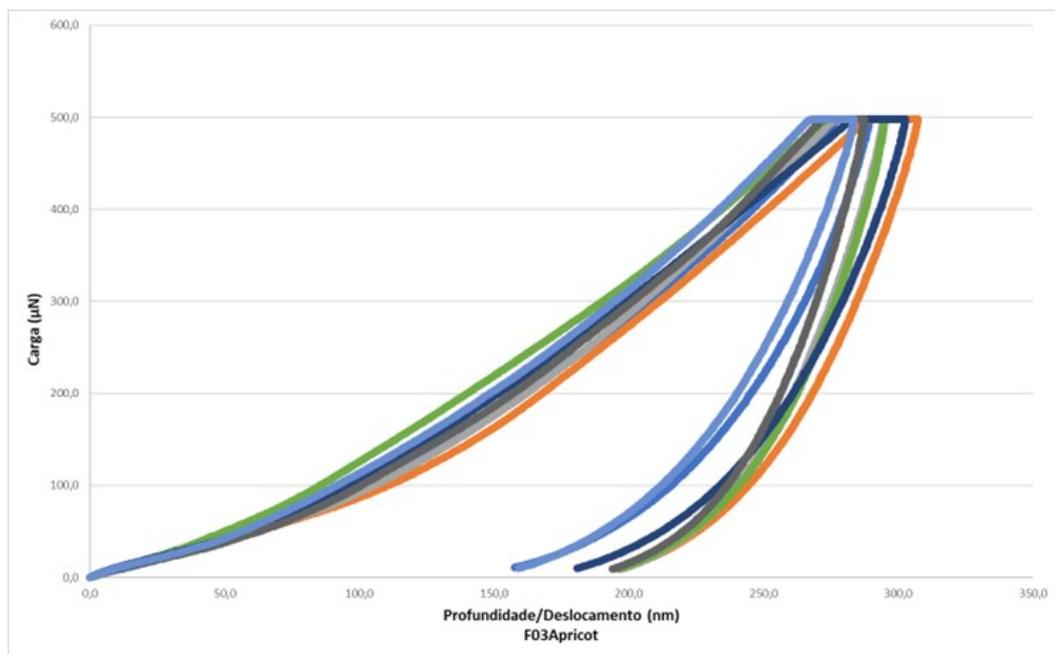
Fonte: A autora (2023).

Figura 54: Curva deslocamento em função da carga aplicada para F02Bambu.



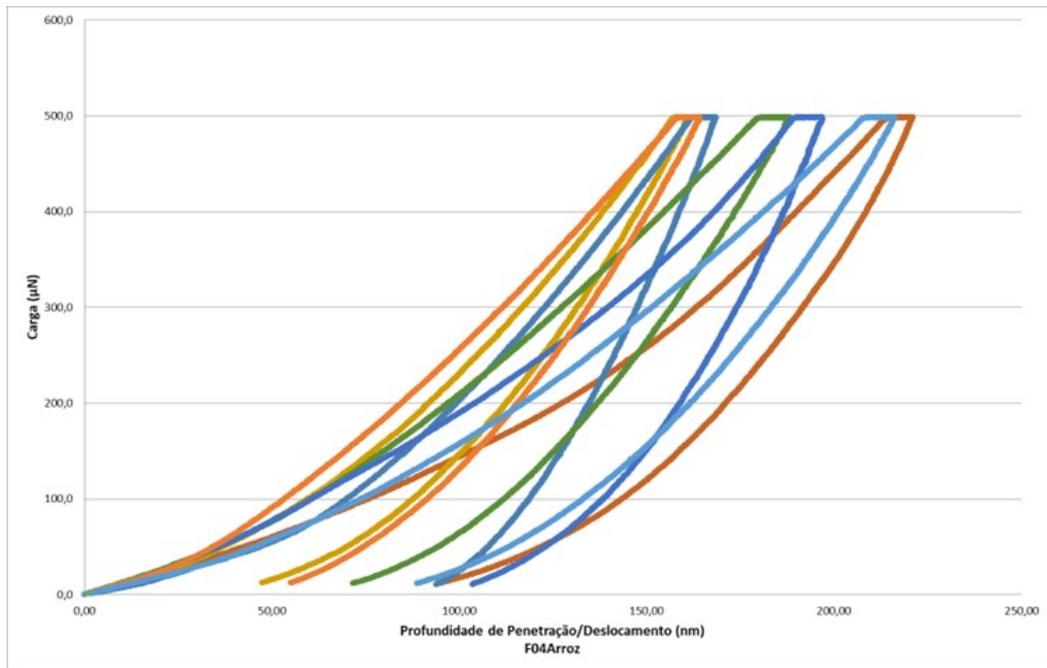
Fonte: LSF (2023). – Adaptada.

Figura 55: Curva deslocamento em função da carga aplicada para F03Apricot.



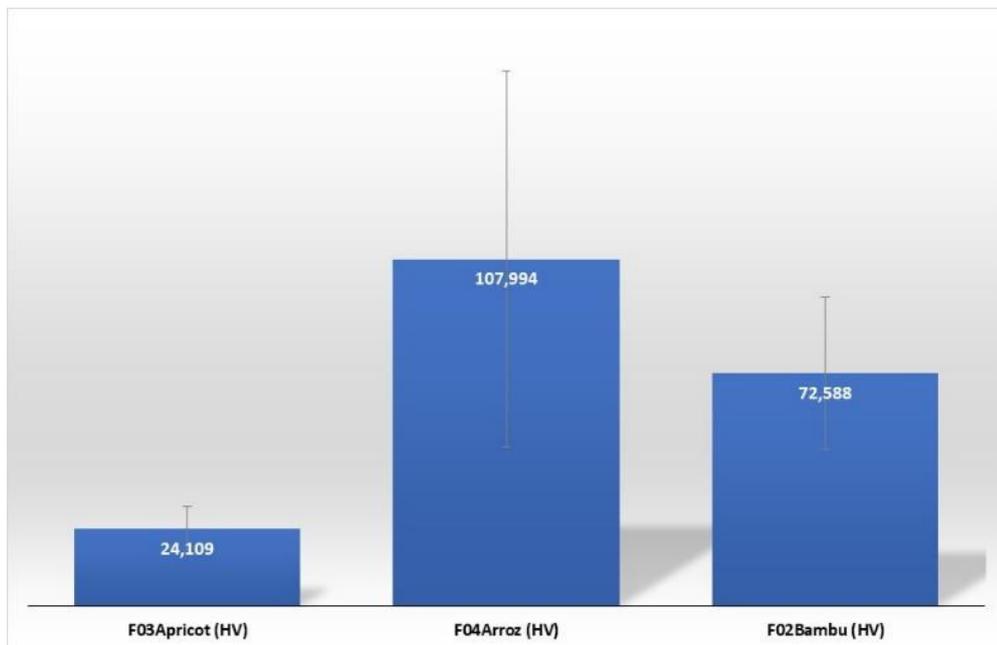
Fonte: LSF (2023). – Adaptada.

Figura 56: Curva deslocamento em função da carga aplicada para F04Arroz.



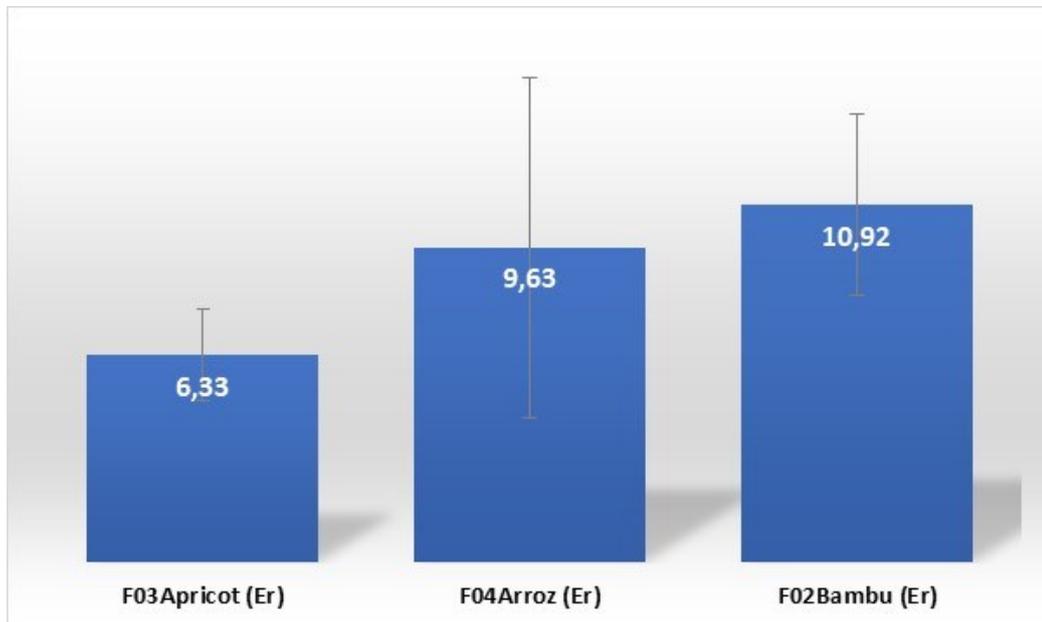
Fonte: LSF (2023). – Adaptada.

Figura 57: Média e desvio padrão das durezas.



Fonte: A autora (2023).

Figura 58: Média e desvio padrão dos módulos de elasticidade reduzido  $E_r$ .



Fonte: A autora (2023).

Segundo Hutchings e Shipway (2017) e Sinatora (2005), a dureza é uma propriedade importante e deve ser considerada quando se trata de observação do desgaste abrasivo. Por essa perspectiva, os resultados foram analisados e foi possível verificar que:

- a) As microesferas de arroz possuem maior dureza com relação as microesferas de bambu e de semente de apricot.
- b) As microesferas de bambu possuem um módulo de elasticidade reduzido maior com relação as microesferas de arroz e de semente de apricot.
- c) Traçando uma escala decrescente de dureza temos que as microesferas de arroz apresentam maior dureza seguida das amostras de caulim, microesferas de bambu, bentonita e as menos duras foram as microesferas de semente de apricot.
- d) Quanto ao módulo de elasticidade reduzido, temos que as microesferas de bambu possuem o maior valor, seguidas das microesferas de arroz e de semente de apricot, sendo que as microesferas de semente de apricot apresentaram o menor valor.

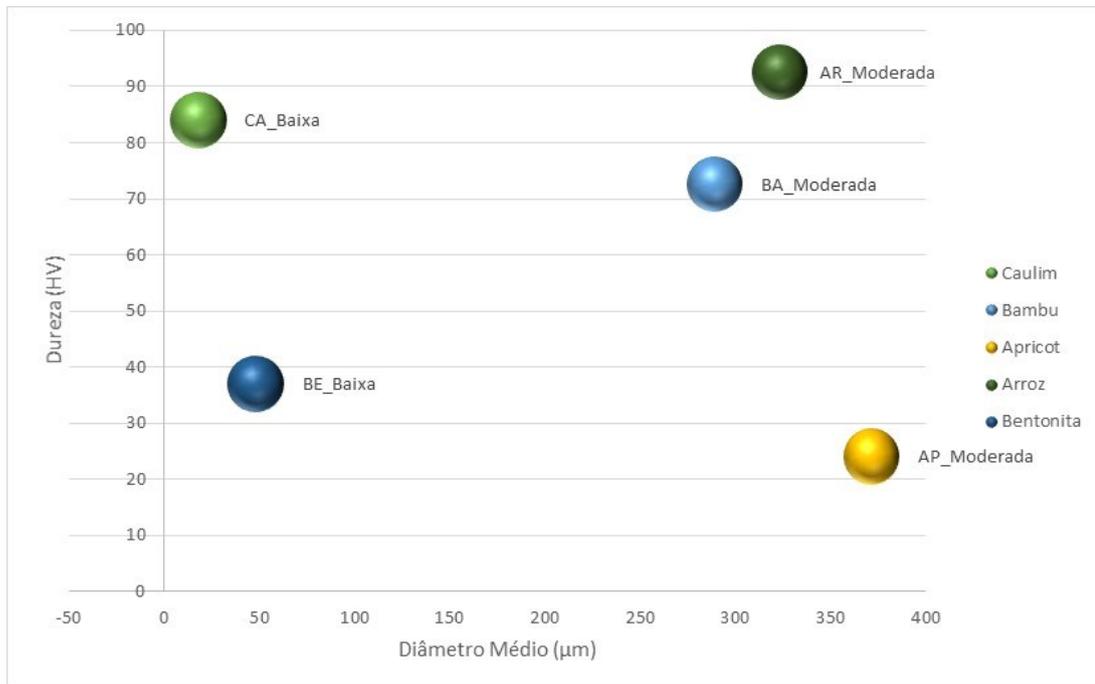
De acordo com os resultados do teste de aceitação, descrito no item 4.2, temos que os sabonetes que possuem agentes esfoliantes com partículas menores, no caso das argilas do tipo caulim e bentonita, proporcionaram uma sensação de abrasividade baixa, onde não causou irritações ou qualquer desconforto na pele durante o seu uso. Concordando com os resultados

apresentados no teste de aceitação realizado pelos painelistas, no ensaio de microabrasão, descrito no item 4.3, os sabonetes que possuem agentes esfoliantes com partículas menores, no caso das argilas do tipo caulim e bentonita, não apresentaram sinais de desgaste abrasivo na pele artificial, o que indica ausência de danos aparentes para a pele humana.

De forma intuitiva é possível considerar o resultado do teste de aceitação e do ensaio de microabrasão como iguais, assim o resultado de “nenhum” desgaste para o ensaio de microabrasão equivale a sensação de abrasividade baixa, atribuída pelos painelistas, no teste de aceitação.

Seguindo essa linha de raciocínio, para interpretação dos resultados do teste de aceitação juntamente com o ensaio de microabrasão, a figura 59 mostra que agentes esfoliantes que possuem partículas menores causam pouco ou nenhum desgaste abrasivo e que agentes esfoliantes que possuem partículas maiores tendem a causar maior desgaste abrasivo, o que está de acordo com a literatura. Hutchings e Shipway (2017), afirmam que ensaios de laboratório demonstram a existência de um padrão consistente no comportamento abrasivo com relação as taxas de desgaste, onde as taxas reduzem acentuadamente com a diminuição do tamanho da partícula. Já o parâmetro de dureza, nesse estudo de caso, não influenciou no desempenho abrasivo dos sabonetes, pois agentes esfoliantes com durezas similares apresentaram comportamento abrasivo deferente. A exemplo do caulim, mesmo possuindo dureza similar às microesferas de arroz e de bambu, apresentou abrasividade “baixa” enquanto o arroz e o apricot apresentaram abrasividade “moderada”.

Figura 59: Desempenho abrasivo dos sabonetes em função da dureza e do tamanho.



Fonte: A autora (2023).

Os resultados obtidos apontam indícios promissores para o uso das argilas como agentes esfoliantes, quando comparados aos outros agentes esfoliantes analisados nesse trabalho, além de poderem contribuir com suas propriedades naturais atrativas para uso em formulações cosméticas, já apresentadas no item 2.5

## 5. CONCLUSÃO

- Foi possível fabricar sabonetes faciais em barra utilizando argilas do tipo caulim e bentonita como agente esfoliante. Os sabonetes fabricados com argilas como agente esfoliantes permaneceram estáveis, ou seja, não mudaram suas características físico-química até a finalização do trabalho de pesquisa.
- Todos os agentes esfoliantes utilizados na fabricação dos sabonetes faciais em barra, ficaram satisfatoriamente dispersos em toda extensão do sabonete. Não apresentaram nódulos ou aglomerados, o que dificultaria a análise do desempenho abrasivo, uma vez que as partículas abrasivas poderiam ficar concentradas em uma dada região e gerar resultados imprecisos.
- Através do teste de aceitação realizado por voluntários, foi possível evidenciar que os sabonetes faciais em barra utilizando argilas do tipo caulim e bentonita como agente esfoliante possuem um desempenho abrasivo satisfatório.
- Os resultados obtidos do ensaio de microabrasão realizado em laboratório utilizando os sabonetes esfoliantes e pele artificial, refletiram a sensibilidade do teste de aceitação realizado por panelistas. Dessa forma foi comprovado que é possível avaliar o poder abrasivo dos sabonetes esfoliantes através de ensaios de laboratório.
- Foi observado que o tamanho das partículas abrasivas é um aspecto que influencia o desempenho abrasivo dos sabonetes. Nesse trabalho analisou-se agentes esfoliantes com partículas de 75  $\mu\text{m}$  e de 500  $\mu\text{m}$ . Os sabonetes que possuem partículas abrasivas, de tamanhos maiores, ou seja, 500  $\mu\text{m}$ , apresentam maior desempenho. Dessa forma os resultados obtidos concordam com a literatura clássica, que afirma que o tamanho da partícula abrasiva e a sua forma atuam como fatores diretos no desgaste abrasivo (Hutchings e Shipway, (2017)).
- Foi possível constatar que apesar da esfericidade e angularidade das partículas abrasivas serem aspectos importantes para a avaliação do desgaste abrasivo, não demonstraram influência nos sabonetes faciais em barra utilizando argilas do tipo caulim e bentonita como agente esfoliante.

- Assim como a esfericidade e angularidade, a dureza das partículas abrasivas, apesar de ser um aspecto relevante para avaliação do desgaste abrasivo, não demonstraram influência significativa no desempenho abrasivo dos sabonetes faciais em barra utilizando argilas do tipo caulim e bentonita como agente esfoliante.
- Foi possível constatar que nenhum dos agentes esfoliantes resultaram em esfoliação severa na pele humana, o que causaria desconforto durante o uso e irritação da pele após o uso.
- Foi possível evidenciar que, assim como os agentes esfoliantes do tipo microesferas de bambu, microesferas de apricot e microesferas de arroz, comumente utilizados no mercado, as argilas também possuem potencial para serem usadas como agentes esfoliantes devido a seu satisfatório desempenho abrasivo evidenciado nos ensaios realizados.

## 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar nova pesquisa com agentes esfoliantes com o mesmo tamanho de partículas, com o objetivo de facilitar a comparação dos resultados entre eles.
- Fabricar os sabonetes variando as concentrações dos agentes esfoliantes e analisar seu impacto nos resultados dos ensaios.
- Realizar teste de aceitação com um número maior de painelistas.
- Realizar ensaio de análise de superfície da pele artificial submetida ao ensaio de microabrasão, a fim de identificar o regime de desgaste causado pelo sabonete esfoliante.

## 7. REFERÊNCIAS DA LITERATURA

ADACHI, K. and I.M. HUTCHINGS. **Wear mode-mapping for the micro-scale abrasion test**, *Wear* 255:23–29, 2003. citado por: VAO Gomez, MCS Macêdo, RM Souza and C Scandeian. Effect of abrasive particle size distribution on the wear rate and wear mode in micro-scale abrasive wear tests. *Wear* 328-329: 563–568, 2015

ALBANEZ, N.E.F.K. **Preparação e Caracterização de Nanocompósitos Preparados com Argilas Esmectitas (Bentonita), Amido e Sacarose, 2008**. Tese Apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de doutor em engenharia. Universidade de São Paulo. P. 47.

ANDREOLLI, A.C., BARON, A.P. and MACHADO, K.E. **Cosméticos naturais: Tendência de consumo**, *Cosm & Toil Brasil* 32(5):12-17, 2020.

BARAN, R. and MAIBACH, H.I. **Textbook of Cosmetic Dermatology, Astringents, Mask, and Ancillary Skin Care Products**, Fifth Edition, Taylor & Francis Group, 2017. P.193-195.

BARRETT, P.J. The Shape of Rock Particle, a Critical Review. *Sedimentology* 1980, 27, 291-303. Citado por: FERNANDES, R. G. **Efeito do tamanho e forma das partículas na cinética de cristalização de pó de vidro de diopsídio detectada por DSC**, 2017. Tese apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de doutor em engenharia pelo Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais. P.35.

BLOTT, S.J., PYE, K. Particle Shape: A Review and New Methods of Characterization and Classification. *Sedimentology* 2008, 55 (1), 314-63. Citado por: FERNANDES, R. G. **Efeito do tamanho e forma das partículas na cinética de cristalização de pó de vidro de diopsídio detectada por DSC**, 2017. Tese apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de doutor em engenharia pelo Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais. P.35.

BOESI, A. Everything you need to know about exfoliation types. *Organic Radiance Skincare*. Disponível em: <https://orsblog.com/best-types-of-exfoliation-for-your-skin-type/>. Publicado em: 04/10/2017.

BOUWMAN, A.M., BOSMA, J.C., VONK, P., WESSELINGH, J.A. and FRIJLINK, H.W. Which Shape Factor(s) Best Describe Granules? *Powder Technol.* 2004, 146(1-2), 66-72. Citado por: FERNANDES, R. G. **Efeito do tamanho e forma das partículas na cinética de cristalização de pó de vidro de diopsídio detectada por DSC**, 2017. Tese apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de doutor em engenharia pelo Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais. P.36.

BRETZKE, P.E., RODRIGUES, C.A. and SILVA, R.M.L. **Caracterização e disponibilidade biológica ex vivo de argilominerais**. *Cosm & Toil Brasil* 27(6):40-48, 2015.

BUTLER, H. **Poucher's Perfumes, Cosmetics and Soaps**. 10th Edition. KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS DORDRECHT / BOSTON / LONDON. 2000.PP 3-63; 453- 503.

CALLISTER JR, W. D. and RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais – uma introdução**. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2018.

CDI, Centre for the development of Industry. **Guide Soap Production**, 1995, 70 p. Disponível em: <https://www.nzdl.org/cgi-bin/library?e=d-00000-00---off-0cdl--00-0----0-10-0---0---0direct-10---4-----0-01--11-en-50---20-help---00-0-1-00-0-0-11-1-0utfZz-8-00&a=d&c=cdl&cl=CL4.30&d=HASH015bbb10c6f5cb2249d93782.5>

CESTARI, S. Dermatologia Pediátrica – Diagnóstico e Tratamento, Cap.2 Noções de Anatomia e Histologia da Pele. 1ª Ed. Editora dos Editores, 2018.

COZZA, R.C., MELLO, J.D.B., TANAKA, D.K. and SOUZA, R.M. **Relation ship between test severity and wear mode transition in micro-abrasive wear test**, *Wear* 263: 111–116, 2007. citado por: VAO Gomez, MCS Macêdo, RM Souza and C Scandeian. **Effect of abrasive particle size distribution on the wear rate and wear mode in micro-scale abrasive wear tests**. *Wear* 328-329: 563–568, 2015

DANA, J.D. e HURLBUT, C. Manual de Minerología. Tratado moderno para la enseñanza en universidades y escuelas especiales y para guía de ingenieros de minas y geólogos. 2ª Edição, Barcelona-Espanha.1960.P.539-578.

DARÉ, R.G., ESTANQUEIRO, M., AMARAL, M.H.A., TRUITI, M.C.T. **Significância dos argilominerais em produtos cosméticos**. Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada, 2015, vol 36 nº 1. P.4-5.

DISILVESTRO, R. Why is Exfoliation Important? RD ALCHEMY. Disponível em: <https://www.rdalchemy.com/blogs/news/18285927-exfoliation-for-winter-skin>. Publicado em: 29/06/2020.

DONKOR, P. **Small-Scale Soapmarking. A Handbook**. 1th Ed. London-UK: Technology Consultancy Centre, University of Science and Technology,1986. P. 40-51.

FAIOLA, A. **Adding Honey to Cold Process Soap: Tips, Tricks & Recipe**. Soap Quenn. Disponível em: <https://www.soapqueen.com/bath-and-body-tutorials/tips-and-tricks/adding-honey-to-cold-process-soap-tips-tricks-recipe/>). Publicado em: 21/10/2015.

FEITOSA, G.P.V., OLIVEIRA E.C., HIGUSCHI C.T., GOMES J.P.C, BARBOSA I.T.F. **Análise crítica das técnicas de microdermoabrasão por jateamento e lixamento: revisão de literatura**. *InterfaceHS – Saúde, Meio Ambiente e Sustentabilidade*. 2016; 11(2):2-15.

FRIEDMAN, M. and WOLF, R. Chemistry of Soaps and Detergents: Various Types of Commercial Products and Their Ingredients. **Clinics in Dermatology**. V.16, p. 7 – 13, Elsevier Ltd, 1996.

FUNCK, A.P.G, SAMY, M.E., SANTOS, R.D.P. e MARTINELLO, T. **Argilas minerais em cosméticos**. *Cosm & Toil Brasil* 33(3):1D-9D, 2021

GANT, A. J. and GEE, M.G. **A review of micro-scale abrasion testing**, *J.Phys. D: Appl. Phys.* **44**: 073001 15pp, 2011. citado por: VAO Gomez, MCS Macêdo, RM Souza and C Scandeian. **Effect of abrasive particle size distribution on the wear rate and wear mode in micro-scale abrasive wear tests**. *Wear* **328-329**: 563–568, 2015.

GOMEZ, V.A.O., MACÊDO, M.C.S., SOUZA, R.M. and SCANDEIAN, C. **Effect of abrasive particle size distribution on the wear rate and wear mode in micro-scale abrasive wear tests**. *Wear* **328-329**: 563–568, 2015.

GONÇALVES, J. A. B.; PINHEIRO, G. de O.; DIAZ, F. R. V. Study of the shape and angularity of abrasive particles, vegetable and mineral, to be incorporated into solid soap with exfoliating action:

Kaolin, bentonite, rice microspheres, bamboo and apricot seed. **Seven Editora**, [S. l.], 2023. Disponível em: <https://sevenpublicacoes.com.br/index.php/editora/article/view/1698>. Acesso em: 5 aug. 2023.

HUTCHINGS, I. and SHIPWAY, P. **Tribology friction and wear of engineering materials**, 2<sup>a</sup>. Edition. Butterworth-Heinemann, Published by Elsevier Ltd. Cambridge, MA, US, p.1-4, 2017.

HUTCHINGS, I., GEE, M., SANTNER, E. **Atrito e Desgaste**. Em: Czichos, H., Saito, T., Smith, L. (eds) Springer Handbook of Materials Measurement Methods. Manuais Springer. Springer, Berlin, Heidelberg, pp 685-710, 2006

HUTCHINGS, I. and SHIPWAY P. **Wear by hard particles**. In: Gifford C, editor. Tribology Friction and Wear of Engineering Materials. 2nd ed. United Kingdom: Matthew Deans; 2017. p. 173–96.

JIN, Z.M. and FISHER, J. Short Communication. Rheumatism 1993, 164, 627-630. Citado por: FERNANDES, R. G. **Efeito do tamanho e forma das partículas na cinética de cristalização de pó de vidro de dióxido detectada por DSC**, 2017. Tese apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de doutor em engenharia pelo Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais. P.35.

KATO, K. and ADACHI, K., 2001, “**Wear Mechanisms**”, MODERN TRIBOLOGY HANDBOOK, Ed. CRC Press LLC Vol.2 Cap 22.citado por: PA Radi, LV Santos, LF Bonetti, VJ Trava-Airoldi. **Tribologia, conceitos e aplicações**. In: Anais do 13º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XIII ENCITA , São José dos Campos, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2007.

KRUMBEIN, W. **Measurement and geological significance of shape and roundness of sedimentary particles**. *Journal of Sedimentary Petrology*, 11(2):64–72, 1941. Citado por: DREVIN, G. R. and VICENT, L. Granulometric determination of sedimentary rock particle roundness. Proceedings of ISMM2002, 2002.

LAWRENCE N., MANDY S., YARBOROUGH J. and ALT T. **History of dermabrasion**. *Dermatol Surg.* 2000; 26: 95-101. Citado por: GPV Feitosa, EC Oliveira, CT Higuchi, JPC Gomes e ITF Barbosa. Análise crítica das técnicas de microdermoabrasão por jateamento e lixamento: Revisão de Literatura. InterfacEHS – Saúde, Meio Ambiente e Sustentabilidade Vol. 11 no 2 – dezembro de 2016, São Paulo: Centro Universitário Senac.

LCT- Laboratório de Caracterização Tecnológica- Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo. Princípio de funcionamento do sistema automatizado de análise de tamanho e morfologia de partículas CAMSIZER®. 2022.

LEE W.R., TSAI R.Y, FANG C.L., LIU C.J., HU C.H. and FANG J.Y. **Microdermabrasion as a novel Tool to Enhance Drug Delivery via the Skin: An Animal Study**. *Dermatol Surg.* 2006; 32: 1013-1022.Citado por: GPV Feitosa, EC Oliveira, CT Higuchi, JPC Gomes e ITF Barbosa. Análise crítica das técnicas de microdermoabrasão por jateamento e lixamento: Revisão de Literatura. InterfacEHS – Saúde, Meio Ambiente e Sustentabilidade Vol. 11 no 2 – dezembro de 2016, São Paulo: Centro Universitário Senac.

LI, W., ZHAI, Z.H., PANG, Q. and ZHOU, Z.R. **Influence of exfoliating facial cleanser on the biotribological properties of human skin**. *Wear* 301:353–361, 2013.

LUDEMA. K.C. and AJAYI, O.O. **Friction wear lubrication-A textbook in tribology**. 2<sup>a</sup> Edition. Taylor & Francis Group, LLC. Boca Raton-FL, US, p. 1-8, 2019.

MANGONI, A.P., DIAS, P.M. e CONSTANTINO, V.R.L. **A versatilidade das argilas e as propriedades dos sítios superficiais de interação.** Eclética Química Original research publication in all aspects of Chemistry 40: art21,2015

MARTIN, D.M. e LIZOTTE, L. **Why Exfoliating is Important.** AMG Naturally. Disponível em: <https://www.amgnaturally.com/blogs/news/why-is-exfoliating-important>. Publicado em: 11/04/2014.

MORAES, J.D.; BERTOLINO, S.R.A.; CUFFINI, D.F.D.; BRETZKE, P.B. and LEONARDI, G.R. Clay minerals: Properties and applications to dermocosmetic products and perspectives of natural raw materials for therapeutic purposes-A review. International Journal of Pharmaceutics.P 213-219, Elsevier Ltd, 2017.

MURRAY, H.H. Applied clay mineralogy-Occurrences, processing and application of kaolins, bentonites, palygorskite-sepiolite, and common clays. Vol.2. 1ª. Edition, Elsevier Developments in clay science 2 , Amsterdam, 2007, 85-128

PENA, D.W.P., TONOLIS, G.H.D., POTÁSIO, T.P., SOUZA, T.M., FERREIRA, G.C., VALE, I.M. and BUFALINO, L. **Exfoliating Agents for Skincare Soaps Obtained from the Crabwood Waste Bagasse, a Natural Abrasive from Amazonia.** SpringerLink, 2021.

PESSARELLO J.P., ALVES J.S., MARUNO M.M. and PETERSEN C.B. **Resultados Dermatológicos e Padronização do Procedimento Estético de Microdermoabrasão: Revisão de Literatura.** Revista Inspirar Movimento & Saúde, ed.20 no.1 Jan/Fev/Mar 2020.

PETERSON, M.B., “**Classification of wear processes**”, Wear Control Handbook. Peterson, M.B. and Winer, W.O., eds., ASME, New York 1980, pp. 9-15, citado por: PA Radi, LV Santos, LF Bonetti, VJ Trava-Airoldi. **Tribologia, conceitos e aplicações.** In: Anais do 13º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XIII ENCITA , São José dos Campos, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2007.

PETTIJOHN, F.J. **Sedimentary Rocks.** 2nd Edition, Harper, New York, 1957. Citado por: SUGUIO K. Introdução à Sedimentologia. Editora a Universidade de São Paulo, 1973, p. 99-100. Citado por: SUGUIO K. Introdução à Sedimentologia. Editora a Universidade de São Paulo, 1973, 97-113.

PETTYJOHN, E.S., CHRISTIANSEN, E.B. Effect of Particle Shape on Free-Setting Rates of Isometric Particles. *Chem. Eng. Process.* 1948, 44(2). 157-172. Citado por: FERNANDES, R. G. **Efeito do tamanho e forma das partículas na cinética de cristalização de pó de vidro de dióxido detectada por DSC,** 2017. Tese apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de doutor em engenharia pelo Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais. P.35.

RAJAN P. and GRIMES P.E. **Skin barrier changes induced by aluminium oxide and sodium chloride microdermabrasion.** *Dermatol Surg.* 2002; 28: 390-393. Citado por: GPV Feitosa, EC Oliveira, CT Higuchi, JPC Gomes e ITF Barbosa. Análise crítica das técnicas de microdermoabrasão por jateamento e lixamento: Revisão de Literatura. InterfacEHS – Saúde, Meio Ambiente e Sustentabilidade Vol. 11 no 2 – dezembro de 2016, São Paulo: Centro Universitário Senac.

RIGANO. L. **Exfoliation, Scrub and Gommage.** *Cosmetics & Toiletries*, Disponível em: <https://www.cosmeticsandtoiletries.com/formulas-products/skin-care/article/21835978/exfoliation-scrub-and-gommage> . Acesso em 13 out 2022.

- ROCHA, M.F.L., OLIVEIRA, N.P. and TESCAROLLO, I.L. **Esfoliante formulado com pó de café como alternativa ao uso de microesferas de plástico**. *InterfacEHS - Revista de Saúde, Meio ambiente e Sustentabilidade* Vol. 15 no. 1 – junho de 2020, São Paulo: Centro Universitário Senac.
- RUSSEL, R. and TAYLOR, R. **Roundness and shape of mississippi river sands**. *The Journal of Geology*, 45:225–267, 1937. Citado por: DREVIN, G. R. and VICENT, L. Granulometric determination of sedimentary rock particle roundness. *Proceedings of ISMM2002*, 2002.
- RUTHERFORD, K.L. e HUTCHINGS, I. M. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems, *Surf. Coat. Technol.* **79**: 231–239, 1996. citado por: VAO Gomez, MCS Macêdo, RM Souza and C Scandean. Effect of abrasive particle size distribution on the wear rate and wear mode in micro-scale abrasive wear tests. *Wear* **328-329**: 563–568, 2015.
- SAGUIO, K. Determinação das propriedades das rochas sedimentares em laboratório. In: Saguio K, editor. *Introdução a Sedimentologia*. 1st ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher Ltda; 1973. p. 91–113.
- SALES, P.F. **Estudo dos Tratamentos Químico e Térmico na Caulinita e a Influência na Remoção de Contaminantes em Efluentes de Mineração**, 2011. Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras como parte das exigências do programa de pós-graduação em agroquímica, para a obtenção do título e Mestre. Universidade Federal de Lavras. Lavras-MG. P. 33-37.
- SANTOS, P.S. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. Vol. 1, 2ª Edição, Editora Edgard Blucher Ltda, 1989.
- SANTOS, P.S., HANNA, R.A. e COELHO, A.C.V. **Argilas e argilominerais em produtos cosméticos: Caulim**. *Cosmetics & Toiletries Brasil* 21(6): 46-52, 2009
- SANTOS, P.S., HANNA, R.A. e COELHO, A.C.V. **Argilas e argilominerais em produtos cosméticos: Bentonita**. *Cosmetics & Toiletries Brasil* 22(5): 62-71, 2010
- SHIGUEYAMA, J.C.D., BARROS, T.A. e MORAES, C.A.P. **Compostos naturais e sintéticos em máscaras faciais**. *Cosmetics & Toiletries Brasil (Edição em Português)* 33(6): 10D-13D, 2021.
- SILVA, A.R.V. Argilas bentoníticas: conceitos, estruturas, propriedades, usos industriais, reservas, produção e produtores/fornecedores nacionais e internacionais. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v.3.2 ano 2008. P.27
- SIMS, I., LAY, J. and FERRARI, J. Chapter 15 - **Concrete Aggregates**, Editor(s): Peter C. Hewlett, Martin Liska, *Lea's Chemistry of Cement and Concrete (Fifth Edition)*, Butterworth-Heinemann, 2019, Pages 699-778.
- SINATORA, A., 2005, **“Tribologia: um resgate histórico e o estado da arte”**, Prova de Erudição, São Paulo. citado por: PA Radi, LV Santos, LF Bonetti, VJ Trava-Airoldi. **Tribologia, conceitos e aplicações**. In: Anais do 13º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XIII ENCITA, São José dos Campos, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2007.
- SOUTER, C. e HORDINSKY, M. *Dermatologia Clínica*, Seção 1- Bases para diagnósticos e tratamento, cap.1- Estrutura e Funções da Pele, 1ª Ed. McGraw-Hill, 2014, p.1.
- SOUZA I., SPAGOLLA R., BRAVO M.G.L. e GASPAR L.R. *Biologia, Histologia e Fisiologia da Pele. Cosmetics & Toiletries Brasil*, 32(3): 14-21, 2020.
- SUN. J.Z. e PARR, J.W. **Formulação de esfoliantes corporais**. *Cosm & Toil (Edição em Português)* 16(1): 70-75, 2004

TALIANA, L. **Facial Skin Health: Antioxidant Facial Scrub From Red Dragon Fruit Extract.** Journal of Asian Multicultural Research for Medical and Health Science Study, 1(2), 1-5, 2020.

TREZONA, R.I. DN ALLSOPP and HUTCHINGS, I. M. Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test. *Wear* 225-229: 205-214, 1999.

UCHIMURA, M. S. Dossiê Técnico: Sabão. Serviço Brasileiro de Respostas Técnicas, Instituto de Tecnologia do Paraná. 2007.

VENQUIARUTO, L. D. DEL PINO, J. C. DALLAGO e R. M. SPIZA, J. Saberes populares fazendo-se saberes escolares: um estudo envolvendo extrato aquoso de cinzas. **PERSPECTIVA, Erechim.** V.34, nº.127, 2010. P. 91-98.

VINEYARD, P.M. e FREITAS, P.A.M. Estudo e Caracterização Do Processo De Fabricação De Sabão Utilizando Diferentes Óleos Vegetais.2015. Artigo publicado no site do Instituto Mauá de tecnologia.

YADOLLAHIE M. and HABIBZADEH F. **Sefid-ab: A tradicional method for microdermabrasion.** Natl Med J India. 2012; 25 (2): 122-123.citado por: GPV Feitosa, EC Oliveira, CT Higuchi, JPC Gomes e ITF Barbosa. Análise crítica das técnicas de microdermoabrasão por jateamento e lixamento: Revisão de Literatura. InterfacEHS – Saúde, Meio Ambiente e Sustentabilidade Vol. 11 no 2 – dezembro de 2016, São Paulo: Centro Universitário Senac.

ZAGUE, V. SANTOS, D.A., BABY. A.R. e VELASCO, M.V.R. **Argilas: Natureza nas máscaras faciais.** *Cosm & Toil Brasil* 19(4):64-66, 2007.

ZHOU Y. and BANGA A.K. **Enhanced delivery of cosmeceuticals by microdermabrasion.** *J Cosmet Dermatol.* 2011; 10: 179-184. Citado por: GPV Feitosa, EC Oliveira, CT Higuchi, JPC Gomes e ITF Barbosa. Análise crítica das técnicas de microdermoabrasão por jateamento e lixamento: Revisão de Literatura. InterfacEHS – Saúde, Meio Ambiente e Sustentabilidade Vol. 11 no 2 – dezembro de 2016, São Paulo: Centro Universitário Senac

SUGUIO K. Introdução à Sedimentologia. Editora a Universidade de São Paulo, 1973, 97-113.

#### Páginas de Internet

CHEMIE.DE. Dicionário de química, farmácia e ciência dos materiais. Disponível em: <https://www.chemie.de/lexikon/H%C3%A4rte.html> . Acesso em: 16 abr. 23

EFUNDA-Engineering Fundamentals. Unit Conversion. Disponível em: <https://www.efunda.com/home.cfm> . Acesso em: 16 abr. 23

MICROTRAC Retsch GmbH. Disponível em: <https://www.microtrac.com/products/particle-size-shape-analysis/dynamic-image-analysis/> . Acesso em: 16 abr. 23  
(SOAP QUEEN®. Disponível em: <https://www.soapqueen.com/bath-and-body-tutorials/tips-and-tricks/adding-honey-to-cold-process-soap-tips-tricks-recipe/>). Acesso em: 16 jun. 23

USGS-United States Geological Survey 01-041-Um Manual de Laboratório para Difração de Pó de Raios-X – GRUPO CAOLINITA. Disponível em: <https://pubs.usgs.gov/of/2001/of01-041/html/docs/clays/kaogr.htm>. Acesso em: 20 nov. 22

TRICORRMAT - Laboratório de Tribologia Corrosão e Materiais- do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade do Espírito Santo- DEM-UFES. Disponível em: <https://tricormat.ufes.br/>. Acesso em: 05 nov. 22

LABMICRO-Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Força Atômica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo — PMT/EPUSP., Disponível em: <http://pmt.usp.br/Labmicro>. Acesso em: 18 dez. 22

LSF-Laboratório de Fenômenos de Superfície da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - PME/EPUSP. Disponível em: <https://sites.usp.br/lfs>. Acesso em: 15 abr. 23

MENDRULANDIA – Calculadora online de saponificação. Disponível em: <https://calc.mendrulandia.es/?lg=br>. Acesso em: 27 set 22.

MHE - Museu de Minerais, Minérios e Rochas Heinz Ebert. Banco de dados. Disponível em: <https://museuhe.com.br/mineral/montmorillonita-montmorillonite/> . Acesso em 21 Jul 22.

## ANEXO I – Procedimento para produção de sabonetes esfoliantes facial em barra

### 1. Procedimento para produção dos sabonetes esfoliantes facial em barra

#### 1.1 Materiais, recursos e reagentes para produção dos sabonetes esfoliantes facial em barra

##### *Materiais*

Molde de silicone no formato de esfera de 1  
Molde de silicone no formato de esfera de 2 polegadas  
Molde de silicone no formato de barra retangular de +/- 20 gramas  
Becker de vidro de 1000 ml, 100 ml e 50 ml  
Espátula de plástico  
Fita medidora de Ph  
Vidro relógio  
Piceta para água – 500 ml  
Fita adesiva - para identificação das amostras durante os ensaios  
Caneta permanente- para identificação das amostras durante os ensaios  
Gelo

##### *Recursos: Equipamentos, Instrumentos e Softwares*

Balanças analítica e semianalítica  
Lupa estereocópica  
Aquecedor  
Agitador  
Termômetro  
Software: Calculadora de saponificação Mendrulandia®  
Software: ZEN 2 (Blue edition) – para edição de imagens capturas com a lupa estereocópica.

##### *Reagentes*

Óleo de palma  
Óleo de soja  
Óleo de coco  
Manteiga de cacau  
Lanolina anidra  
Agente esfoliante  
Hidróxido de sódio 99% - PA  
Água purificada obtida por osmose reversa  
Ácido acético

✓ Os moldes de silicone no formato de esferas foram produzidos pela autora. Os materiais e métodos estão descritos no Anexo II.

- ✓ Os agentes esfoliantes utilizados estão descritos na Tabela 12.
- ✓ As microesferas foram adquiridas em loja de produtos cosméticos.
- ✓ As argilas em pó foram obtidas no Laboratório de LARG-EPUSP e usadas na forma de pó “*in natura*”.

Tabela 12: Amostras: Agentes esfoliantes comerciais e argilas – Descrição, tipo e região.

Amostra	Descrição	Tipo	Granulometria $\mu\text{m}$	Região
1	Caulim Horii	Argila	75	Mogi das Cruzes – SP
2	Bambu	Microesferas	500	São Paulo – SP
3	Semente de Apricot	Microesferas	500	São Paulo – SP
4	Arroz	Microesferas	500	São Paulo – SP
5	Bentonita Verde Lodo Lages	Argila	75	Argila Natural – Paraíba

## 1.2 Método de produção dos sabonetes esfoliantes facial em barra

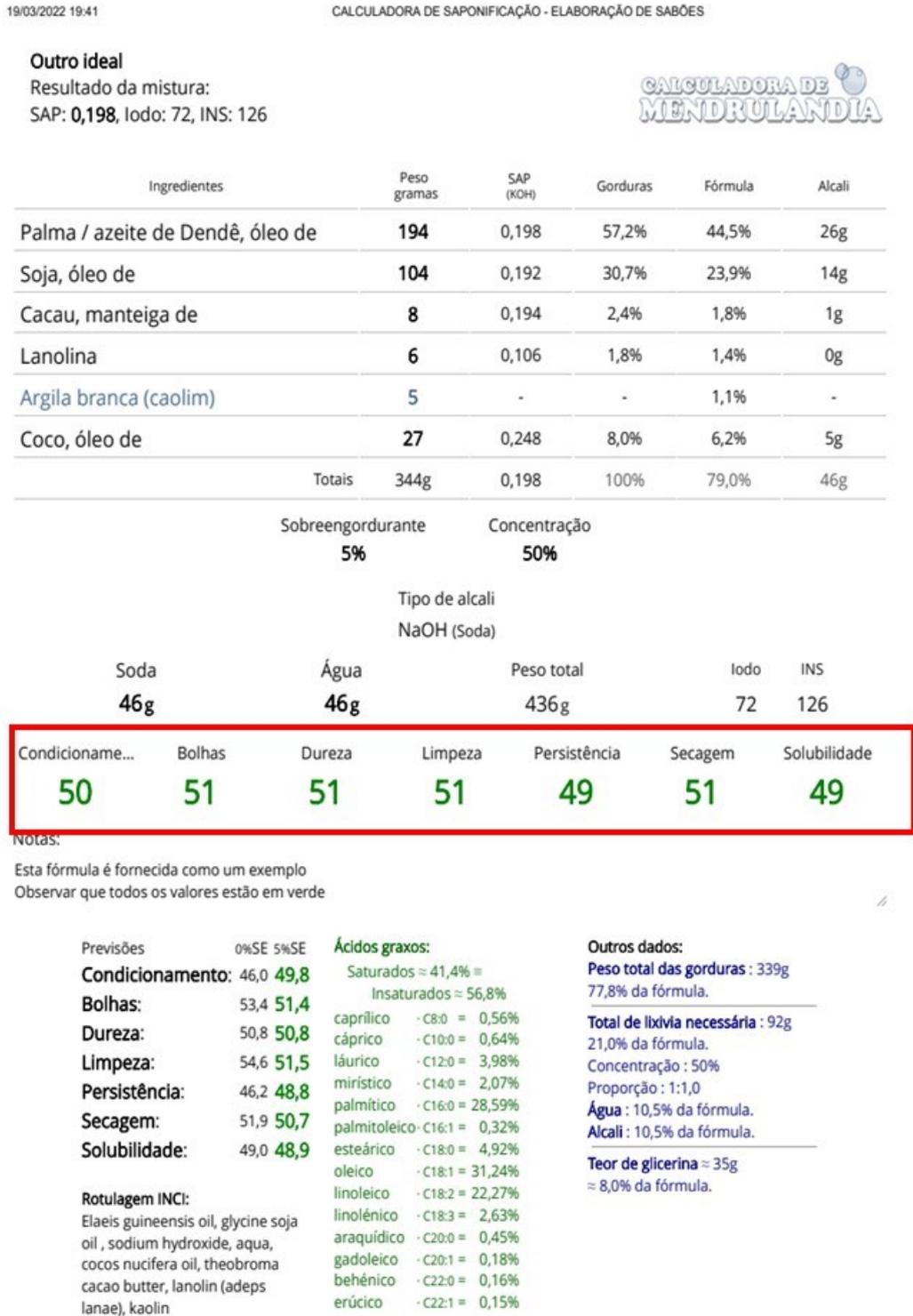
Foram confeccionadas seis fórmulas, sendo cinco variando apenas o agente esfoliante e uma sem nenhum esfoliante denominado “branco”, resultando das proporções descritas na Tabela 13.

Tabela 13: Componentes em porcentagem para produção dos sabonetes esfoliantes em barra

Componente	F1CA	F2BA	F3AP	F4AR	F5BE	F6BR
Óleo de Palma	44,5	44,5	44,5	44,5	44,5	44,5
Óleo de Soja	23,9	23,9	23,9	23,9	23,9	23,9
Óleo de Coco	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2	6,2
Lanolina	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
Manteiga de cacau	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
Argila Caulim	1,1	0	0	0	0	0
Microesferas de Bambu	0	1,1	0	0	0	0
Microesferas de semente de apricot	0	0	1,1	0	0	0
Microesferas de arroz	0	0	0	1,1	0	0
Argila Bentonita	0	0	0	0	1,1	0
Sem Agente Esfoliante						

Inicialmente foi definida a fórmula a ser usada para confecção dos sabonetes utilizando a calculadora de saponificação Mendrulandia®, conforme mostrado figura 1. A calculadora de saponificação Mendrulandia® é uma calculadora online e usada para agilizar o balanceamento de formulações de sabão. Inserindo os reagentes é possível manipular suas quantidades a fim de obter propriedades específicas para o sabão, tais como: dureza, quantidade e permanência de bolhas, grau de limpeza, condicionamento e o índice de iodo. Um sabonete de fórmula balanceada deverá fornecer essas propriedades representadas por um índice, que deverá permanecer em torno de 50, conforme pode ser observado na figura 60.

Figura 60: Relatório da calculadora de saponificação – Fórmula caulim. Fórmula básica para produção do sabonete esfoliante em barra.



Para fabricação dos sabonetes foi utilizado o procedimento relatado a seguir.

Pesar todos os componentes da fórmula;

- 1 Aquecer os óleos e gorduras utilizando um aquecedor de placas, até total derretimento das gorduras;
- 2 Preparar a solução de soda conforme concentração definida na fórmula;
- 3 Resfriar os óleos e gorduras até a temperatura de +/- 40 °C;
- 4 Resfriar a solução de soda cáustica até +/- 40 °C. (a diferença entre a solução de soda cáustica e os óleos e gorduras não devem ultrapassar a 3 °C);
- 5 Misturar devagar a solução de soda cáustica com as gorduras em constante agitação mecânica de +/- 300 rpm;
- 6 Após o término da mistura da solução de soda cáustica nos óleos e gorduras aumentar a agitação mecânica de +/- 500 rpm;

Observar a massa da mistura até atingir um ponto de “traço”, conhecido como ponto de “pudim”, pelo fato de a massa adquirir um aspecto semelhante ao de pudim nesse ponto do processo, conforme ilustrado na figura 61. Nesse ponto interromper a agitação e reservar +/- 20ml da mistura e adicionar o agente esfoliante. Homogeneizar e adicionar ao restante da massa.

Figura 61: Ilustração do ponto de traço da mistura de óleos, gorduras e soda cáustica, após a reação de saponificação (FAIOLA, 2015).



Após homogeneizar completamente a massa colocar nos moldes, nos formatos de esfera de uma e duas polegadas e no molde no formato de barra retangular, reservar por 24 h. A esfera de sabonete de uma polegada será utilizada no ensaio de microabrasão, a esfera de sabonete de duas polegadas será utilizada para o teste de aceitação e a barra será utilizada para ralar e fazer a solução de sabonete para o ensaio de microabrasão;

Após 24 h desmoldar os sabonetes e armazenar em local seco e fresco por 30 dias, conforme ilustrado nas figuras 62 e 63.

Figura 62: Amostras de sabonetes em barra de 20gr e esferas de 1 polegada para ensaio de microabrasão.



Figura 63: Amostra de esfera de sabonete de 2 polegadas para teste de aceitação



Após 30 dias medir o Ph que deverá estar entre 10 e 11. Caso contrário manter em local seco e fresco e medir o Ph a cada uma semana, até o Ph ficar entre 10 e 11, não atingindo essa faixa de Ph o sabonete deverá ser descartado e iniciar a fabricação de novo lote, conforme ilustrado na figura 64. Outros parâmetros também devem ser observados para verificação da qualidade do sabonete produzido, tais como: aspecto da superfície (umidade e oleosidade), cor e odor. Para um sabonete com função esfoliante é importante observar a dispersão do agente esfoliante utilizado, dessa forma é necessário efetuar cortes em uma pequena amostra e observar sua dispersão através de lupa estereocópica, conforme figura 65.

Figura 64: Medição de Ph dos sabonetes com fita indicadora de Ph - MColorPhast™ Ph 0 a 14 Ph - Universal Indicator.



Figura 65: Cortes em esferas de sabonete de uma polegada para visualização da dispersão do agente esfoliante.



## **ANEXO II – Preparação dos moldes para esferas de 1 (uma) polegada (0,0254m)**

### **1. Preparação dos moldes para esferas de 1 (uma) polegada (0,0254m)**

Para produção de sabonete esfoliante facial no formato de esfera com 1 (uma) polegada de diâmetro, foram adquiridos no mercado 2 tipos diferentes moldes, um de borracha de silicone (molde 1) e outro de um polímero não informado pelo fabricante (molde 2). Um deles resultou em esferas assimétricas, conforme mostrado na figura 66 e o outro em esferas com pequena deformação causada pelo orifício de alimentação para enchimento, conforme figura 67.

Com o objetivo de produzir esferas com mínimo de deformação, conforme mostrado na figura 70 foi necessário a produção de um molde (molde 3) com 1 (uma) polegada de diâmetro pela autora. Para tal produção utilizou-se os materiais abaixo relacionados e seguindo procedimento descrito a seguir.

#### **1.1 Materiais e reagentes**

##### *Materiais*

- Esfera Aço Inox 304 25,4 mm
- Frasco de plástico
- Barbante
- Bécker de plástico de 100 ml
- Alfinetes de costura com cabeça de plástico
- Garrafa PET de 500ml

##### *Reagentes*

- Borracha De Silicone Azul P/ Moldes Artesanatos com catalisador

#### **1.2 Método de preparação dos moldes para esferas de 1 (uma) polegada**

1. Cortar a garrafa PET na altura de 7 cm a partir da base, conforme mostra a figura 68;
2. Preparar uma quantidade da mistura borracha de silicone mais catalisador, conforme instruções do fabricante, que seja suficiente para preencher a metade do volume da garrafa PET cortada.

3. Preencher a garrafa PET até a metade de seu volume;
4. Aguardar até que a mistura inicie o endurecimento. Podendo ser observado tocando a superfície da massa com a ponta dos dedos;
5. Preparar outra quantidade da mistura borracha de silicone mais catalisador conforme instruções do fabricante, que seja suficiente para completar o volume da garrafa PET;
6. Colocar a esfera de aço no centro da garrafa PET e completar com a massa até que apenas uma pequena porção da esfera de aço fique exposta;
7. Acomodar os alfinetes ao redor da esfera para que fique fixa no centro da garrafa PET;
8. Aguardar até que a mistura inicie o endurecimento. Podendo ser observado tocando a superfície da massa com a ponta dos dedos, retire os alfinetes e desmolde;
9. Fazer um corte transversal no molde obtido e retire a esfera de aço. Ver figura 69.

Figura 66: (a) Molde de esfera de 1 polegada de silicone com seringa de 60ml para enchimento do sabonete, (b) Molde de silicone com sabonete após 24h de secagem para ser desmoldado e (c) Esferas de sabonete de 1 polegada deformadas por ineficiência do molde de si

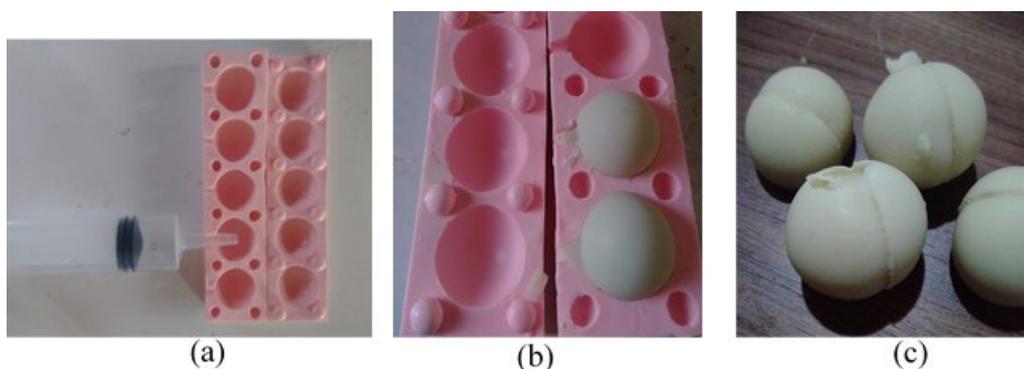


Figura 67: Molde de polímero não informado pelo fabricante- molde 2 e esferas de sabonete levemente deformadas.



Figura 68: Garrafa PET de 500ml cortada na altura de 7 cm a partir da base

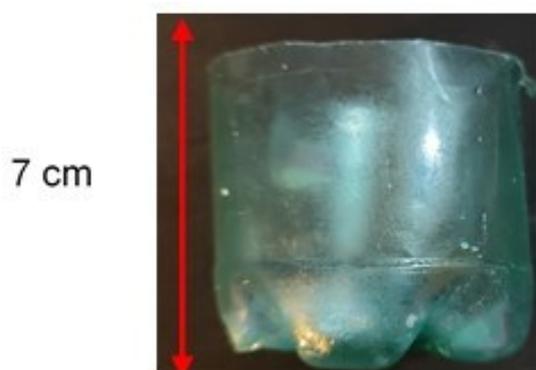
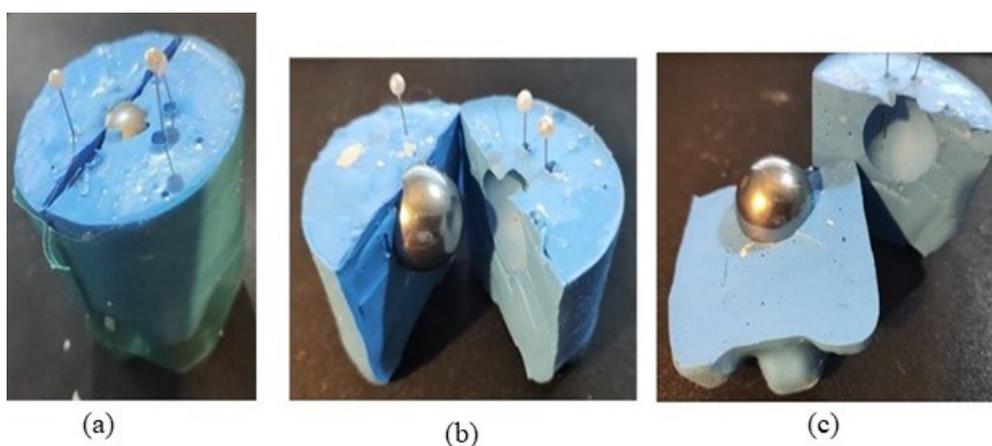


Figura 69: Sequência do corte transversal no molde de borracha de silicone.



- a) Garrafa PET com borracha de silicone e esfera de aço de 1 polegada, fixa com alfinetes
- b) Molde de silicone cortado na transversal para retirada da esfera de aço de 1 polegada, Molde-3 de silicone no formato de esfera de 1 (uma) polegada.
- c) Molde de silicone cortado para retirada da esfera de aço, com calota íntegra para usar como molde para o sabonete esfoliante. molde 3.

Figura 70: Molde de silicone fabricado pela autora para produção de sabonetes no formato de esferas de 1 polegada e esferas de sabonete de 1 polegada sem deformação.



## ANEXO III – Preparação da solução de sabonete para ensaio de microabrasão

### 1. Preparação da solução de sabonete para ensaio de microabrasão

#### 1.1 Materiais, equipamentos e reagentes para preparação da solução

##### *Materiais*

Becker de vidro de 1000 ml, 100 ml e 50 ml

Espátula de plástico

Ralador manual

Placa de Petri

Frascos com 100ml e 10 ml

Barra magnética

Pescador de barra magnética

##### *Equipamentos*

Balanças analítica e semianalítica

Agitador

##### *Reagentes*

Sabonete em barra – uma amostra de cada fórmula produzida

Água purificada por osmose reversa

#### 1.2 Método para preparação da solução de sabonete para ensaio de microabrasão

Para produção de uma solução de sabonete a 2 % m/m, o procedimento a seguir foi seguido:

1. Ralar aproximadamente 2 gramas de cada amostra de sabonete, conforme mostrado na figura 71;
2. Em uma placa de Petri, pesar 2 gramas de sabonete ralado;
3. Em um bécker de 250 ml, pesar 100 gramas de água;

4. Com o auxílio de uma espátula adicionar 1 grama de sabonete ralado no bécker com 100 gramas de água destilada;
5. Agitar a mistura suavemente com o auxílio da espátula;
6. Ligar o agitador magnético – sem rotação
7. Colocar a barra magnética no bécker com a mistura;
8. Colocar o bécker no agitador magnético e ligar a agitação em 300 rpm, conforme mostrado na figura 72;
9. Aguardar a homogenização;
10. Adicionar mais 1 grama de sabonete ralado, mantendo a agitação em 300 rpm;
11. Manter agitação até que todo sabonete tenha sido dissolvido;
12. Verter a solução no frasco de 100 ml, identificar e reservar para o ensaio de microabrasão, conforme mostrado na figura 73;
13. Verter a solução no frasco de 10 ml e identificar para ser reservado como contra amostra, conforme mostrado na figura 74.

Figura 71: Sabonete ralado para produção de solução de sabonete a 2 % m/m.



Figura 72: Preparação da solução de sabonete 2 % m/m

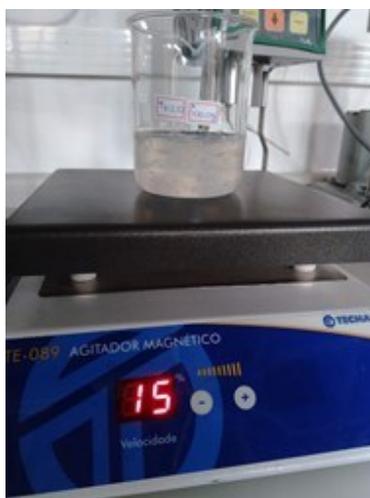


Figura 73: Solução de sabonete a 2 % m/m para ensaio de microabrasão.



Figura 74: Contra amostra da solução de sabão 2 % m/m.

