GOVERNO DE PORTUGAL
MINISTÉRIO DA SAÚDE

infarmed
Autoridade Nacional do Medicamento e Produtos de Saúde I.P.

DIREÇÃO DE COMPROVAÇÃO DA QUALIDADE

Controlo laboratorial de protetores solares: Análise de Filtros UV e Qualidade Microbiológica

Enquadramento

No âmbito da monitorização do mercado nacional de Produtos Cosméticos (PC), foi realizada, durante o ano de 2013, uma ação de comprovação da qualidade em produtos cosméticos para proteção solar, que consistiu na análise química de filtros para radiações ultravioletas (filtros UV) e na avaliação da qualidade microbiológica.

Os filtros UV são substâncias que, estão presentes na composição dos produtos de proteção solar e que se destinam especificamente a filtrar certas radiações para proteger a pele contra os seus efeitos nocivos. Estes filtros, que também podem ser adicionados a outros produtos cosméticos, como por exemplo aos produtos de maquilhagem, devem obedecer aos limites estabelecidos e às condições indicadas no anexo VII "Lista dos filtros ultravioletas que os produtos cosméticos podem conter" do Decreto-Lei n.º 189/2008 de 24 de setembro, na sua atual redação [1-5].

A radiação solar é composta pela radiação ultravioleta B ou "radiação UVB" (radiação solar no espectro de 290-320 nm), e pela radiação ultravioleta A ou "radiação UVA". (radiação solar no espectro de 320-400 nm). A exposição da pele à radiação solar pode provocar queimadura solar (inflamação) e vermelhidão da pele (eritema), causadas principalmente pela radiação UVB. Embora a exposição à radiação UVB seja a principal responsável pela ocorrência de cancro da pele, não se pode negligenciar o risco gerado pela radiação UVA. Além disso, a exposição à radiação UVA conduz ao envelhecimento prematuro da pele. A investigação científica indica que a exposição excessiva à radiação UVB, assim como à radiação UVA, tem impacto no sistema imunitário [6].

Estudos científicos sugerem que o uso dos protetores solares pode prevenir as lesões ligadas ao fotoenvelhecimento e proteger contra a fotoimunossupressão induzida. Por outro lado, existem também estudos epidemiológicos que demonstram que a utilização de protetores solares pode prevenir alguns tipos de carcinoma da pele. Para que os protetores solares apresentem as características preventivas enumeradas, bem como eficácia na prevenção das queimaduras solares, estes produtos têm de proteger contra as radiações UVB e UVA [6].

Mesmo os protetores solares muito eficazes e que protegem das radiações UVB e UVA não podem garantir proteção completa contra os riscos da exposição à radiação ultravioleta (UV), já que nenhum protetor solar consegue filtrar na totalidade a radiação UV. Consequentemente, os protetores solares não devem reivindicar que constituem proteção total contra os riscos decorrentes da sobre-exposição à radiação UV, em particular os produtos destinados a bebés e crianças. Como a exposição solar na infância contribui, de forma importante, para o desenvolvimento posterior do cancro de pele, os protetores solares não devem sugerir que constituem proteção suficiente nestas faixas etárias [6].

O "fator de proteção solar" (FPS ou *SPF, Sun Protection Fator*) é a relação entre a dose mínima de radiação UVB que causa eritema na pele protegida por um protetor solar e a dose mínima de radiação UVB que causa o eritema na mesma pele, quando desprotegida.

O "fator de proteção UVA" é a relação entre dose mínima de radiação UVA necessária para induzir um escurecimento persistente dos pigmentos na pele protegida por um protetor solar e a dose mínima de radiação UVA que é necessária para induzir este efeito na mesma pele, quando desprotegida.

Embora o fator de proteção solar seja referente apenas à proteção contra a radiação que causa eritema, ou seja, principalmente a radiação UVB, os protetores solares devem conter proteção UVB e UVA. A sua eficácia deve ser indicada no rótulo com referência a categorias: «baixa» (SPF 6 e 10), «média» (SPF 15, 20 e 25), «elevada» (SPF 30 e 50) e «muito elevada» (SPF 50+) [6].

De acordo com o artigo 4.º do Decreto-Lei n.º 189/2008, de 24 de setembro na sua atual redação os filtros UV são sujeitos a uso restrito nos produtos cosméticos, sendo proibida a inclusão na sua composição de [1-5]:

- Substâncias enumeradas no anexo II "Lista de substâncias que não podem entrar na composição dos produtos cosméticos", como por exemplo o ácido 4 –aminobenzóico;
- Filtros para radiações ultravioletas que não constem da primeira parte do anexo VII "Lista dos filtros para radiações ultravioletas que os produtos cosméticos podem conter";
- Filtros para radiações ultravioletas que constem da primeira parte do anexo VII, quando utilizados fora das condições, restrições e limites nele estabelecidos;
- Filtros ultravioletas que constem da segunda parte do anexo VII, quando utilizados fora das condições, restrições, limites e prazos nele estabelecidos.

O controlo microbiológico de produtos cosméticos tem como finalidade verificar o cumprimento dos limites quantitativos e qualitativos definidos para este tipo de produtos.

Os produtos cosméticos, embora não sejam obrigatoriamente estéreis, não devem ser portadores de carga microbiológica excessiva, nem devem apresentar contaminação por alguns micro-organismos específicos que poderão potencialmente afetar a qualidade do produto ou pôr em causa a segurança dos consumidores.

De acordo com a legislação em vigor, Decreto-Lei n.º 189/2008 de 24 de setembro, na sua atual redação na ausência de regulamentação, são seguidos os métodos de análise microbiológica e os critérios estabelecidos em referenciais normativos: Normas Portuguesas, Normas EN (Comité Europeu de Normalização), Normas ISO (*International Standard Organization*), Farmacopeias ou outros internacionalmente adotados [1-5].

A deteção de micro-organismos patogénicos, tais como *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus* e *Candida albicans*, assume um papel relevante, uma vez que estes micro-organismos poderão causar infeções na pele ou nos olhos, sendo este um fator particularmente importante no caso de utilizadores com insuficiência imunitária. A deteção de outros micro-organismos poderá ter interesse por poderem ser indicadores de contaminação fecal, tal como é o caso de *Escherichia coli*, sugerindo falha na higiene das condições ambientais durante o processo de fabrico [7].

As análises microbiológicas realizadas em rotina aos produtos cosméticos têm por base a avaliação de potenciais fatores de risco, que incluem a patogenicidade de certos microrganismos, o local de aplicação desses produtos (cabelo, pele, olhos, mucosas) e o utilizador a que se destinam, adultos, crianças ou bebés (crianças com idade inferior a 3 anos) [7].

Tendo em consideração a utilização dos protetores solares por um elevado número de consumidores, de todas as faixas etárias, e também a sua grande expressão no universo de produtos cosméticos presentes no mercado Português, foi planeada e implementada pela Direção de Comprovação da Qualidade a presente avaliação laboratorial.

Análise laboratorial

Foram analisadas 89 amostras, representando 33 marcas comerciais presentes no mercado nacional (Figura 1), disponíveis em diversos locais de venda ao público, tais como farmácias, perfumarias, supermercados e hipermercados.

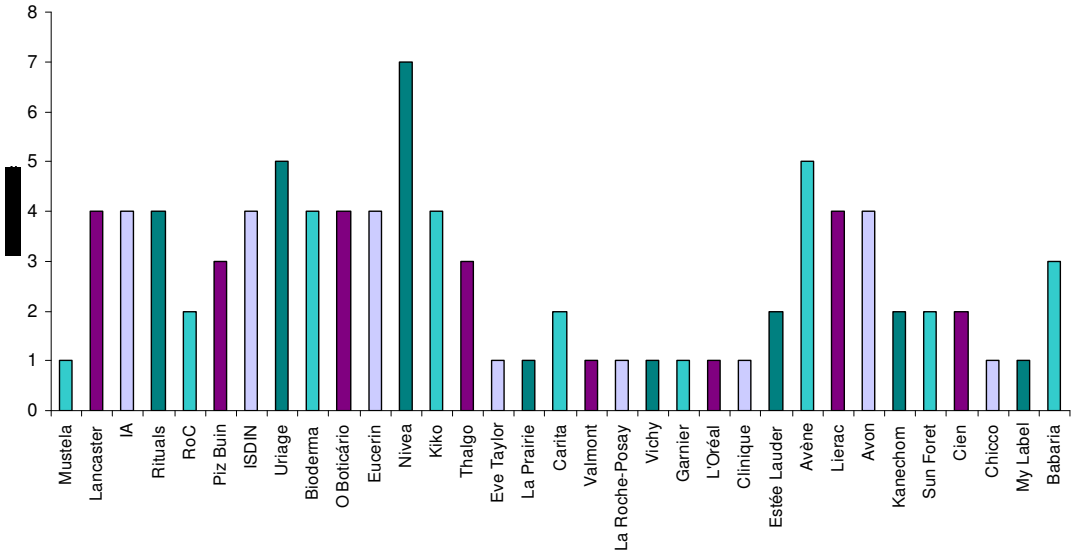

Figura 1. Marcas comerciais analisadas

Nesta campanha foram analisadas amostras de todas as categorias de proteção solar com SPF variando entre 10 e 50+ (Figura 2), incluindo amostras destinadas ao uso por adultos (87% das amostras analisadas) e por crianças e bebés (13% das amostras analisadas).

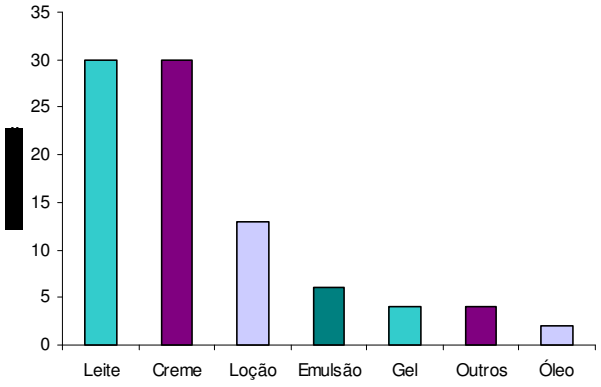

Figura 2. Fatores de proteção solar das amostras analisadas

Foram analisadas diferentes formas de apresentação de protetores solares (Figura 3), compreendendo amostras para cuidado do rosto e do corpo.

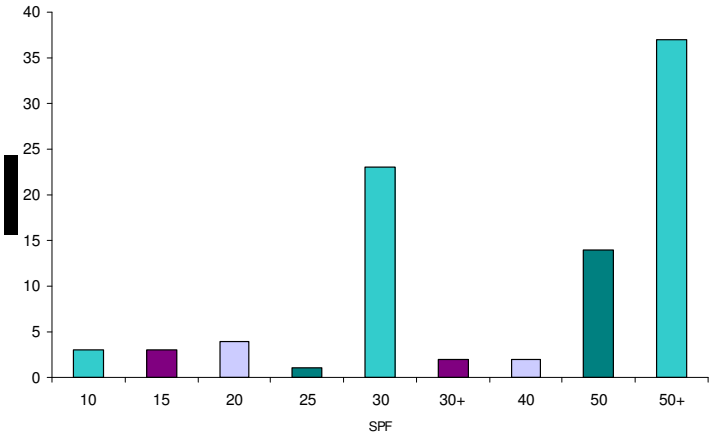

Figura 3. Formas de apresentação analisadas

A análise laboratorial dos protetores solares incidiu nas vertentes química e microbiológica. Neste contexto, foram avaliados os seguintes parâmetros:

1. Análise química

Foi efetuada a identificação e o doseamento, por cromatografia líquida de alta eficiência com deteção por ultravioleta-visível (HPLC-UV) de filtros solares, segundo a norma "*Cosmetics - Analysis of cosmetic products - Screening for UV-filters in cosmetic products and quantitative determination of 10 UV-filters by HPLC*" (EN 16344:2013) [8].

2. Controlo microbiológico

O controlo microbiológico em protetores solares foi efetuado de acordo as seguintes normas: ISO 16212:2008 [11], ISO 18416:2007 [15], ISO 21149:2006 [10], ISO 21150:2006 [14], ISO 22717:2006 [12], ISO 22718:2006 [13].

A avaliação da conformidade com os critérios de aceitação relativos à contaminação microbiológica baseou-se na quantificação de micro-organismos mesófilos viáveis, com capacidade de desenvolvimento em meios de cultura e temperaturas de incubação que permitem o crescimento da grande maioria destes micro-organismos:

- Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – bactérias
- Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – leveduras e bolores

Em cada amostra foram ainda realizados ensaios para deteção de micro-organismos específicos, eventualmente presentes:

- Deteção de *Pseudomonas aeruginosa*
- Deteção de *Staphylococcus aureus*
- Deteção de *Escherichia coli*
- Deteção de *Candida albicans*

Parâmetros Analíticos e Especificações

1. Identificação e doseamento de filtros UV

A avaliação da conformidade das amostras foi efetuada de acordo com as concentrações máximas autorizadas na Legislação Portuguesa, de acordo com o DL nº 189/2008, na sua atual redação, tal como indica a Tabela 2 [1-5].

Tabela 2. Filtros UV e respetivas concentrações máximas autorizadas (CMA)

Método	Filtro UV segundo denominação INCI (International Nomenclature of Cosmetic Ingredients)	Número CAS	CMA (DL nº 189/2008, na sua atual redação)
EN 16344:2013 [7]	Bis-Ethylhexyloxyphenol Methoxyphenyl Triazine	[187393-00-6]	10 % (m/m)
	Butyl Methoxydibenzoylmethane	[70356-09-1]	5 % (m/m)
	Diethylhexyl Butamido Triazone	[154702-15-5]	10 % (m/m)
	Drometrizole Trisiloxane	[155633-54-8]	15 % (m/m)
	Ethylhexyl Methoxycinnamate	[5466-77-3]	10 % (m/m)
	Ethylhexyl Triazone	[88122-99-0]	5 % (m/m)
	Isoamyl *p*-Methoxycinnamate	[71617-10-2]	10 % (m/m)
	Methylene Bis-Benzotriazolyl Tetramethylbutylphenol	[103597-45-1]	10 % (m/m)
	Octocrylene	[6197-30-4]	10 % (m/m), em ácido
	Terephthalylidene Dicamphor Sulfonic Acid	[90457-82-2]	10 % (m/m), em ácido

2. Controlo Microbiológico:

A avaliação da conformidade das amostras foi efetuada de acordo com *The SCCS's Notes of Guidance for the Testing of Cosmetic Substances and their Safety Evaluation* [16], que define duas categorias de produtos cosméticos:

- **Categoria 1**: produtos especificamente utilizados em crianças com idade inferior a 3 anos, produtos que se aplicam na zona dos olhos e produtos para aplicação em membranas mucosas.
- **Categoria 2**: outros produtos.

A determinação da qualidade microbiológica de produtos cosméticos baseou-se na análise de seis parâmetros distintos, cujos critérios de aceitação são os constantes da Tabela 3 [16-17].

Tabela 3.Parâmetros de análise microbiológica e critérios de aceitação

Categoria	Parâmetros Analisados	Critérios de Aceitação
Categoria 1	Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – bactérias	≤ 10^2 UFC*/g ou mL
	Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – leveduras e bolores	≤ 10^2 UFC*/g ou mL
	Deteção de *Staphylococcus aureus*	Ausência por 1 g
	Deteção de *Pseudomonas aeruginosa*	
	Deteção de *Escherichia coli*	
	Deteção de *Candida albicans*	
Categoria 2	Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – bactérias	≤ 10^3 UFC*/g ou mL
	Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – leveduras e bolores	≤ 10^3 UFC*/g ou mL
	Deteção de *Staphylococcus aureus*	Ausência por 0,1 g
	Deteção de *Pseudomonas aeruginosa*	
	Deteção de *Escherichia coli*	
	Deteção de *Candida albicans*	

*UFC – Unidades Formadoras de Colónias.

Resultados e Conclusões

A presente campanha incidiu sobre 89 amostras, nas quais foram determinados vários parâmetros, o que se traduziu em:

- 890 resultados analíticos relativos à identificação e doseamento de filtros UV;
- 534 resultados analíticos relativos ao controlo microbiológico

A análise química revelou que os teores de filtros UV detetados são inferiores às respetivas concentrações máximas legalmente autorizadas para estas substâncias. Em todos os casos verificou-se concordância entre os filtros detetados e a informação declarada na rotulagem dos protetores solares.

Os resultados obtidos no controlo microbiológico dos protetores solares cumprem os critérios de aceitação para os parâmetros descritos na Tabela 3.

A totalidade das 89 amostras de protetores solares analisadas na Direção de Comprovação da Qualidade do INFARMED, I.P. apresentam, do ponto de vista laboratorial, conformidade com as especificações de qualidade química e microbiológica, nos parâmetros analisados.

Bibliografia

[1] Decreto-Lei n.º 189/2008 de 24 de setembro. Diário da República nº 185/2008 - 1.ª série. Ministério da Saúde. Lisboa

[2] Decreto-Lei n.º 115/2009 de 18 de maio. Diário da República nº 95/2009 - 1.ª série. Ministério da Saúde. Lisboa. (primeira alteração ao D.L. 189/2008)

[3] Decreto-Lei n.º 113/2010 de 21 de outubro. Diário da República nº 205/2010 - 1.ª série. Ministério da Saúde. Lisboa. (segunda alteração ao D.L. 189/2008)

[4] Decreto-Lei n.º 63/2012 de 15 de março. Diário da República nº 54/2012 - 1.ª série. Ministério da Saúde. Lisboa. (terceira alteração ao D.L. 189/2008)

[5] Decreto-Lei n.º 245/2012 de 9 de novembro. Diário da República nº 217/2012 - 1.ª série. Ministério da Saúde. Lisboa. (quarta alteração ao D.L. 189/2008)

[6] Recomendação da Comissão n.º 2006/647/CE de 22 de setembro. Jornal Oficial da União Europeia L 265/39. Comissão Europeia

[7] ISO 18415:2007 - *Cosmetics - Microbiology – Detection of specified and non-specified microorganisms*

[8] EN 16344:2013 - *Cosmetics - Analysis of cosmetic products - Screening for UV-filters in cosmetic products and quantitative determination of 10 UV-filters by HPLC*

[9] *Opinion of the Scientific Committee on 2,2'- Methylene-bis(6-(2H-benzotriazol2-yl)-4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl) phenol), COLIPA n° S79, adopted by written procedure on 18 March 2013, doc. n° SCCS/1443/11, Revision of 23 July 2013.* Comissão Europeia

[10] ISO 21149:2006 - *Cosmetics - Microbiology - Enumeration and detection of aerobic mesophilic bacteria*

[11] ISO 16212:2008 - *Cosmetics - Microbiology - Enumeration of yeast and mould*

[12] ISO 22717:2006 - *Cosmetics - Microbiology - Detection of Pseudomonas aeruginosa*

[13] ISO 22718:2006 - *Cosmetics - Microbiology - Detection of Staphylococcus aureus*

[14] ISO 21150:2006 - *Cosmetics - Microbiology - Detection of Escherichia coli*

[15] ISO 18416:2007 - *Cosmetics - Microbiology - Detection of Candida albicans*

[16] *The SCCS's Notes Of Guidance For The Testing Of Cosmetic Substances And Their Safety Evaluation, 8th Revision, The Scientific Comitee on Cosmetic Products's (SCCP), adopted at 17th plenary meeting of 11 December 2012.* Comissão Europeia

[17] DRAFT ISO/DIS 17516 - Cosmetics - Microbiology - Microbiological limits

[18] Regulamento (CE) N.º 1223/2009 do Parlamento Europeu e do Conselho de 30 de novembro de 2009 relativo aos produtos cosméticos. Comissão Europeia