



UNISUL

UNIVERSIDADE DO SUL DE SANTA CATARINA

EMANUELLA JOÃO PATRICIO

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE UM PRODUTO COSMÉTICO
FORMADO POR UM GEL HIDROFÍLICO**

Tubarão

2020

EMANUELLA JOÃO PATRÍCIO

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE UM PRODUTO COSMÉTICO
FORMADO POR UM GEL HIDROFÍLICO**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Engenharia
Química da Universidade do Sul de
Santa Catarina como requisito parcial à
obtenção do título de Bacharelado em
Engenharia Química.

Orientador: Prof. Alessandro de Oliveira Limas, Ms.

Tubarão

2020

EMANUELLA JOÃO PATRICIO

**AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE UM PRODUTO COSMÉTICO
FORMADO POR UM GEL HIDROFÍLICO**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado à obtenção do título de Engenheira Química e aprovado em sua forma final pelo Curso de Engenharia Química da Universidade do Sul de Santa Catarina.

Tubarão, 28 de julho de 2020.

Professor e orientador Alessandro de Oliveira Limas, Ms.
Universidade do Sul de Santa Catarina

Prof. Suzana Cimara Batista, Dr.
Universidade do Sul de Santa Catarina

Prof. Wilson Alano, Ms.
Universidade do Sul de Santa Catarina

Com imensa gratidão, dedico esse trabalho inteiramente aos meus pais, como agradecimento por todo esforço e dedicação destinado a mim durante todos esses anos. Sem vocês ao meu lado nada seria possível.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, como forma de reconhecimento todas as pessoas que influenciaram diretamente ou indiretamente o desenvolvimento desse trabalho.

Primeiramente agradeço a Deus, pela saúde e força a mim concedida durante o decorrer desse trabalho.

A minha família, por todo incentivo durante esses anos, em especial aos meus pais, Rozildecia João e Daniel Patricio, obrigada por todo apoio, incentivo e dedicação.

Ao Fabiano Cardozo Mayer, meu namorado, por seu amor, bom humor e paciência. Obrigada por estar ao meu lado antes, durante e sempre.

A Ana Caroline Silvério Paes, por sua amizade e seu bom coração, obrigada por nunca duvidar da minha capacidade e me apoiar em todas as decisões.

A Maria Julia Recco Sartor, por sua amabilidade e sabedoria, obrigada por compartilhar suas experiências e seus conhecimentos comigo.

A Ariani Elias, por me ajudar a enfrentar todos os momentos de histeria e desespero, obrigada por sua coragem, amizade e compaixão.

Ao Bruno Galletti Rebouças, por sua liderança gentil e divertida. Obrigada por ser espelho de profissionalismo e caráter.

A todos os meus amigos conquistados na Agapé, em especial a Paula e a Barbara, por toda experiência transmitida, ao Guilherme e ao Jhonatan por todo auxílio oferecido e a Mariely por toda compreensão disponibilizada.

A todos os colaboradores da Agapé Cosméticos que a tornam uma ótima empresa para se trabalhar, obrigada por me tornarem uma de vocês.

Ao Glauber Recco e Carolina Cechinel, que me inspiram como engenheiros empreendedores, obrigada por tornarem a existência desse trabalho possível.

As minhas amigas da universidade, Franciny, Suelen, Sabrina e Nathália, obrigada por enfrentarem comigo todos os momentos difíceis que a vida acadêmica é capaz de proporcionar.

Aos professores incríveis, por todo apoio, dedicação e conhecimento transmitido durante esses anos. Obrigada por nunca desistirem.

Ao meu orientador Alessandro de Oliveira Limas, por toda confiança e paciência, obrigada por toda orientação capacitada para a realização desse trabalho.

Finalmente, sou grata a Universidade do Sul de Santa Catarina e todos os seus colaboradores, obrigada por tornarem a existência da minha graduação possível.

“A melhor maneira de fazer seus sonhos se tornarem realidade é acordar.”

(Paul Valéry)

RESUMO

O estudo de estabilidade de produtos cosméticos auxilia na avaliação da armazenagem e na utilização do produto. Os dados obtidos deste tipo de estudo orientam de que forma o produto pode cumprir sua funcionalidade e permanecer com qualidade, desde a sua produção até o fim do seu prazo de validade. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária publicou, em 2004, um guia de estabilidade de produtos cosméticos, mencionando todas as diretrizes para a realização do teste, no qual é solicitado no momento do registro do produto. O objetivo do presente trabalho foi de avaliar a estabilidade de um produto cosmético formado por um gel hidrofílico. Foram analisadas as alterações físico-químicas, organolépticas e microbiológicas, visando verificar sinais de incompatibilidade entre os componentes da formulação das amostras elaboradas, entre a formulação e o ambiente externo e entre a formulação e o material de acondicionamento. Os parâmetros de aspecto, viscosidade, cor, odor, separação de fase, precipitação e migração foram observados e analisados. O comportamento das amostras de gel hidrofílico foi avaliado em diferentes materiais de acondicionamento durante todo o processo de estudo de estabilidade, determinando assim a melhor maneira para o acondicionamento. Os resultados foram satisfatórios para a avaliação da estabilidade realizada. Os testes realizados indicaram que o produto poderá ser comercializado em embalagem plástica, de vidro e de alumínio envernizada, permanecendo estável por um período estimado de dois anos. O parâmetro físico-químico analisado foi o pH variando de 6,4 a 7,11 no estudo preliminar e 6,39 a 7,54 no estudo acelerado e os parâmetros organolépticos analisados foram a cor, o odor, aspecto, a densidade variando de 0,97g/mL até 1g/mL e a viscosidade variando de 7062cP a 9025cP na amostra armazenada em embalagem de plástico, vidro e alumínio envernizada destacando-se a amostra armazenada em embalagem de alumínio sem verniz por apresentar maior resultado significativo entre as amostras de 6155cP a 8239cP. As análises microbiológicas do início e do fim do estudo foram aprovadas pelo laboratório de microbiologia seguindo a quinta edição da Farmacopeia Brasileira. O Teste t, indicou a real significância da diferença de viscosidade obtida durante o período do estudo, contribuindo a acompanhar a variabilidade do indicador de consistência. As amostras avaliadas com embalagem plástica, de vidro e de alumínio envernizada, atenderam os requisitos da Anvisa para o registro do produto gel hidrofílico.

Palavras-chave: Cosméticos. Estudo de Estabilidade. Materiais de Acondicionamento.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Armazenagem das amostras para o início do teste de estabilidade.....	20
Figura 2 – Amostras acondicionadas em embalagem de plástico no 90º dia de estudo.	28
Figura 3 - Amostras acondicionadas em embalagem de vidro no 90º dia de estudo.	30
Figura 4 - Amostras acondicionadas em embalagem de alumínio envernizada no 90º dia de estudo.....	33
Figura 5 – Migração do produto ao abrir a embalagem no 90º dia de estudo.	35
Figura 6 - Amostras acondicionadas em embalagem de alumínio no 90º dia de estudo.	36
Figura 7 – Representação do Gráfico Bicaudal e Unicaudal de t de Student.....	38
Figura 8 – Medidor de pH Kasvi	67
Figura 9 – Spindorf.....	67
Figura 10 – Medidor de pH	67
Figura 11 – Balança Analítica Bel.....	67
Figura 12 – Balança de Precisão Pizzolo.....	67
Figura 13 – Refrigerador Eletrolux	67
Figura 14 – Estufa de Aquecimento Quimis	67
Figura 15 – Viscosímetro Lamy	67

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Variação de pH das amostras durante os 14 dias de Estudo Preliminar.	25
Gráfico 2 – Variação de pH das amostras armazenadas em embalagem de plástico durante os 90 dias de estudo.	27
Gráfico 3 – Variação de pH das amostras armazenadas em embalagem de vidro durante os 90 dias de estudo.	29
Gráfico 4 – Variação de pH das amostras armazenadas em embalagem de alumínio envernizado durante os 90 dias de estudo.	32
Gráfico 5 – Variação de pH das amostras armazenadas em embalagem de alumínio durante os 90 dias de estudo.	35

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.....	19
Tabela 2 – Cronograma da Leitura das Análises Preliminar e Acelerada.	24
Tabela 3 - Determinação da Viscosidade do Produto.....	27
Tabela 4 – Determinação da Densidade do Produto.....	27
Tabela 5 - Determinação da Viscosidade do Produto.....	30
Tabela 6 – Determinação da Densidade do Produto.....	30
Tabela 7 - Determinação da Viscosidade do Produto.....	32
Tabela 8 – Determinação da Densidade do Produto.....	32
Tabela 9 - Determinação da Viscosidade do Produto.....	35
Tabela 10 – Determinação da Densidade do Produto.....	36
Tabela 11 - Resultado do Teste T para embalagens de plástico e vidro.....	37
Tabela 12 - Resultado do Teste T para as embalagens de alumínio.....	38
Tabela 13 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.....	44
Tabela 14 – Determinação do pH do Produto	44
Tabela 15- Avaliação do Aspecto do Produto	44
Tabela 16 - Avaliação da Cor do Produto	45
Tabela 17 - Avaliação do Odor do Produto	45
Tabela 18- Avaliação de Incompatibilidade Química	45
Tabela 19 – Determinação do pH do Produto	46
Tabela 20 - Determinação da Viscosidade do Produto.....	46
Tabela 21 – Determinação da Densidade do Produto.....	46
Tabela 22- Avaliação do Aspecto do Produto	46
Tabela 23 - Avaliação da Cor do Produto	47
Tabela 24 - Avaliação do Odor do Produto	47
Tabela 25- Avaliação de Incompatibilidade Química	47
Tabela 26 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.....	50
Tabela 27 – Determinação do pH do Produto	50
Tabela 28- Avaliação do Aspecto do Produto	50
Tabela 29 - Avaliação da Cor do Produto	51
Tabela 30 - Avaliação do Odor do Produto	51
Tabela 31- Avaliação de Incompatibilidade Química	51
Tabela 32 - Determinação da Viscosidade do Produto.....	52

Tabela 33 – Determinação da Densidade do Produto.....	52
Tabela 34- Avaliação do Aspecto do Produto	52
Tabela 35 - Avaliação da Cor do Produto	53
Tabela 36 - Avaliação do Odor do Produto	53
Tabela 37- Avaliação de Incompatibilidade Química	53
Tabela 38 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.....	56
Tabela 39 – Determinação do pH do Produto	56
Tabela 40- Avaliação do Aspecto do Produto	56
Tabela 41 - Avaliação da Cor do Produto	57
Tabela 42 - Avaliação do Odor do Produto	57
Tabela 43- Avaliação de Incompatibilidade Química	57
Tabela 44 – Determinação do pH do Produto	58
Tabela 45 - Determinação da Viscosidade do Produto.....	58
Tabela 46 – Determinação da Densidade do Produto.....	58
Tabela 47- Avaliação do Aspecto do Produto	58
Tabela 48 - Avaliação da Cor do Produto	59
Tabela 49 - Avaliação do Odor do Produto	59
Tabela 50- Avaliação de Incompatibilidade Química	59
Tabela 51 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.....	62
Tabela 52 – Determinação do pH do Produto	62
Tabela 53- Avaliação do Aspecto do Produto	62
Tabela 54 - Avaliação da Cor do Produto	63
Tabela 55 - Avaliação do Odor do Produto	63
Tabela 56- Avaliação de Incompatibilidade Química	63
Tabela 57 – Determinação do pH do Produto	64
Tabela 58 - Determinação da Viscosidade do Produto.....	64
Tabela 59 – Determinação da Densidade do Produto.....	64
Tabela 60- Avaliação do Aspecto do Produto	64
Tabela 61 - Avaliação da Cor do Produto	65
Tabela 62 - Avaliação do Odor do Produto	65
Tabela 63- Avaliação de Incompatibilidade Química	65
Tabela 64 – Fatores Extrínsecos e suas Ocorrências.....	69
Tabela 65 – Fatores Intrínsecos e suas ocorrências.....	70

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	13
1.1	CLASSIFICAÇÃO DE PRODUTOS COSMÉTICOS	13
1.2	GUIA DE ESTABILIDADE DE PRODUTOS COSMÉTICOS.....	14
1.2.1	Teste de Centrifugação	14
1.2.2	Avaliação Microbiológica	15
1.2.3	Análise Estatística	15
1.2.4	Crterios para Aprovação de Produtos Cosméticos em Estabilidade	15
1.2.5	Prazo de Validade de Produtos Cosméticos.....	16
1.2.6	Relatório de Conclusão do Estudo de Estabilidade.....	16
1.3	OBJETIVO	16
1.3.1	Objetivo Geral	16
1.3.2	Objetivo Específicos	16
2	APRESENTAÇÃO DA EMPRESA.....	17
3	JUSTIFICATIVA DO PROBLEMA	18
4	MÉTODOS.....	19
4.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	19
4.2	ARMAZENAGEM DAS AMOSTRAS	20
4.2.1	Estabilidade Preliminar	20
4.2.2	Estabilidade Acelerada	21
4.3	PARAMETROS AVALIADOS	21
4.3.1	Determinação de pH.....	21
4.3.2	Avaliações Organolépticas.....	21
4.3.3	Avaliação de Incompatibilidade Química	22
4.4	ANÁLISE MICROBIOLÓGICA	23
4.5	TESTE ESTATISTICO	23
4.6	FORMULÁRIO DE ESTUDO	24
4.7	RELATÓRIO DE CONCLUSÃO DE ESTABILIDADE	24
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	25
5.1	ESTABILIDADE PRELIMINAR	25
5.2	ESTABILIDA ACELERADA.....	26
5.2.1	Embalagem de Plástico	26
5.2.2	Embalagem de Vidro	28

5.2.3 Embalagem de Alumínio Envernizada.....	31
5.2.4 Embalagem de Alumínio	34
5.3 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA	37
5.4 TESTE ESTATÍSTICO – TESTE T DE STUDENT	37
6 CONCLUSÃO.....	39
REFERÊNCIAS	40
APÊNDICES	42
APÊNDICE A – Relatório de Conclusão de Estabilidade - Embalagem Plástica ..	43
APÊNDICE B – Relatório de Conclusão de Estabilidade - Embalagem de Vidro.	49
APÊNDICE C – Relatório de Conclusão de Estabilidade - Embalagem de Alumínio Envernizada	55
APÊNDICE D – Relatório de Conclusão de Estabilidade - Embalagem de Alumínio	61
APÊNDICE E – Imagens dos Equipamentos Utilizados.....	67
ANEXOS	68
ANEXO A – Fatores Extrínsecos e Suas Ocorrências	69
ANEXO B – Fatores Intrínsecos e Suas Ocorrências.....	70
ANEXO C – Certificado de Análise Microbiológico do Início de Estabilidade.....	71
ANEXO D – Certificado de Análise Microbiológico do Fim de Estabilidade.....	72
ANEXO E – Literatura do Polímero Utilizado.....	73
ANEXO F – Especificação Técnica da Embalagem de Vidro	74
ANEXO G – Especificação Técnica da Embalagem de Alumínio Envernizada.....	75
ANEXO H – Especificação Técnica da Embalagem de Alumínio Sem Verniz.....	76
ANEXO I – Especificação Técnica da Embalagem Plástica.....	77

1 INTRODUÇÃO

Conforme o Anexo II da RDC Nº 48, de 25 de outubro de 2013 a empresa, durante o processo de desenvolvimento, deve estabelecer um estudo de estabilidade dos produtos.

A empresa fabricante é a responsável por avaliar a estabilidade de seus produtos, antes de disponibilizá-los ao consumo. Produtos comercializados que apresentam problemas de estabilidade, além de descumprirem as exigências técnicas de qualidade podem colocar em risco a saúde do consumidor (BRASIL, 2004, p.10).

“O objetivo do teste de estabilidade é fornecer evidências de como a qualidade do produto varia com o tempo sob influência de alguns fatores ambientais, como temperatura, umidade e luz que leva a definir o prazo de validade do produto.” (Abdulkarim *et al.*, 2010, p. 333, tradução nossa).

Dentre as diversas formulações cosméticas existentes, existem as formadas pelos géis hidrofílicos. Segundo Maia Campos et al (1999), citado por Corrêa (2005, p.73), esses géis são substâncias formadoras por polímeros que quando dispersos em meio aquoso assumem conformação doadora de viscosidade à preparação. Assim, Corrêa (2005, p.73) conclui que o gel é considerado uma preparação semissólida composto por partículas coloidais que não se sedimentam.

1.1 CLASSIFICAÇÃO DE PRODUTOS COSMÉTICOS

Para fins de registro, os cosméticos são classificados em grau 1 e grau 2, o anexo II da Resolução da Diretoria Colegiada número 211 de 2005, menciona:

Os critérios para esta classificação foram definidos em função da probabilidade de ocorrência de efeitos não desejados devido ao uso inadequado do produto, sua formulação, finalidade de uso, áreas do corpo a que se destinam e cuidados a serem observados quando de sua utilização.

Os produtos Grau 1, são produtos que se caracterizam por possuírem propriedades básicas, cuja comprovação não seja inicialmente necessária e não requeiram informações detalhadas quanto ao seu modo de usar e suas restrições de uso. Já os produtos Grau 2 são produtos que possuem indicações específicas, cujas características exigem comprovação de segurança ou eficácia (BRASIL, 2005, Anexo II).

Um dos exemplos de cosméticos formados por um gel hidrofílico são os géis de barba, onde, segundo o Anexo II da Resolução da Diretoria Colegiada número 211 de 2005, os géis de barba para fins de registro são considerados Grau I, enquadrando-se no número 39 - Produtos para barbear (exceto os com ação antisséptica).

1.2 GUIA DE ESTABILIDADE DE PRODUTOS COSMÉTICOS

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária elaborou um guia de estabilidade publicado em 2004, com o objetivo de fornecer diretrizes para realização dos estudos de estabilidade de produtos cosméticos.

O Guia de estabilidade afirma que “os parâmetros a serem avaliados devem ser definidos pelo formulador e dependem das características do produto e dos ingredientes utilizados na formulação” (ANVISA, 2004, p.17).

Além do mais as condições de estresse definidas não devem ser tão extremas e o teste de estabilidade deverá obter informações e resultados em menos tempo possível, por isso a estabilidade preliminar e acelerada são sugeridas.

O teste de triagem ou o teste preliminar tem como objetivo auxiliar e orientar as escolhas das formulações (BRASIL, 2004, p.17).

“A duração do estudo é geralmente de quinze dias e auxilia na triagem das formulações. As formulações em teste são submetidas a condições de estresse visando acelerar o surgimento de possíveis sinais de instabilidade.” (BRASIL, 2004, p.18).

O teste acelerado ou exploratório tem como objetivo fornecer dados para prever a estabilidade do produto, tempo de vida útil e compatibilidade da formulação com o material de acondicionamento (BRASIL, 2004, p.19).

“Geralmente tem duração de noventa dias [...] e as amostras podem ser submetidas a aquecimento em estufas, resfriamento em refrigeradores, exposição à radiação luminosa e ao ambiente” (BRASIL, 2004, p.20).

1.2.1 Teste de Centrifugação

Com a atuação da força da gravidade ocasionando um movimento das partículas no interior do produto, o teste de centrifugação é indicado pelo guia de estabilidade.

“O teste de centrifugação produz estresse na amostra simulando um aumento na força de gravidade, aumentando a mobilidade das partículas e antecipando possíveis instabilidades.” (BRASIL, 2004, p.35).

1.2.2 Avaliação Microbiológica

Os produtos cosméticos devem atender à resolução 481/99. A presença de água e na formulação auxilia o crescimento de microrganismos, podendo interferir na eficácia dos agentes conservadores (BRASIL, 2004, p.37).

“A avaliação microbiológica permite verificar se a escolha do sistema conservante é adequada, ou se a ocorrência de interações entre os componentes da formulação poderá prejudicar-lhe a eficácia” (BRASIL, 2004, p.20).

1.2.3 Análise Estatística

Segundo o Guia de Estabilidade (BRASIL, 2004, p. 28) a análise estatística pode ser uma das ferramentas utilizadas na interpretação dos dados obtidos durante os estudos de estabilidade.

Um das ferramentas sugeridas pelo guia é o teste t de Student, pois segundo o guia (BRASIL, 2004, p.29) o teste de hipótese é capaz de avaliar a significância da diferença entre duas séries de dados.

1.2.4 Critérios para Aprovação de Produtos Cosméticos em Estabilidade

A interpretação dos resultados depende de critérios estabelecidos de acordo com a experiência do formulador. As amostras são avaliadas em comparação à amostra-padrão [...] e deverá permanecer inalterada durante toda a vida útil do produto (BRASIL, 2004, p. 29).

O produto analisado deve manter seu aspecto em todas as condições, exceto em temperaturas elevadas. Por, no mínimo, 15 dias a luz solar, a cor e o odor devem permanecer estáveis. Os limites de aceitação da viscosidade devem ser definidos pelo formulador, levando em consideração a possibilidade de um reconhecimento pela parte do consumidor (BRASIL, 2004, p. 30).

1.2.5 Prazo de Validade de Produtos Cosméticos

O período que o produto mantém suas características originais é denominado como período de vida útil do produto, conhecido como prazo de validade.

No Brasil, a obrigatoriedade da indicação do prazo de validade na embalagem dos produtos cosméticos, à vista do consumidor, está estabelecida em legislação específica, Resolução 79/00 e suas atualizações e Lei 8.078/90 - Código de Proteção e Defesa do Consumidor. (BRASIL, 2004, p.30).

Além de perder a eficácia, um produto instável poderá causar risco ao consumidor, portanto o prazo de validade, é, sobretudo, um requisito técnico de qualidade (BRASIL, 2004, p.30).

1.2.6 Relatório de Conclusão do Estudo de Estabilidade

Ao fim do estudo de estabilidade acelerado e preliminar o guia de estabilidade sugere realizar um relatório de conclusão contendo a identificação do produto que foi analisado, o material de acondicionamento utilizado no teste, as condições do estudo de estabilidade, os resultados obtidos, incluindo a conclusão do prazo de validade e a assinatura do responsável pelo estudo (BRASIL, 2004, p.31).

1.3 OBJETIVO

1.3.1 Objetivo Geral

Avaliar a Estabilidade de um produto cosmético formado por um gel hidrofílico.

1.3.2 Objetivo Específicos

- Elaborar as formulações das amostras do produto a ser avaliado;
- Determinar os parâmetros físico-químicos e microbiológicos;
- Realizar os testes de estabilidade acelerada e preliminar;
- Analisar os dados através de tratamento estatístico (Teste T).

2 APRESENTAÇÃO DA EMPRESA

Fundada no ano de 2006 a empresa cosmética especialista em terceirização de cosméticos localiza-se no sul de Santa Catarina. Atualmente conta com um quadro social constituído por dois engenheiros químicos.

Desenvolvendo produtos exclusivos para cada cliente, completando 14 anos no mercado a empresa conta com uma planta moderna de 1100m³ incluindo um vigoroso laboratório de pesquisa e desenvolvimento com mais de 2000 formulações exclusivas aprovadas, um eficiente laboratório de controle de qualidade e microbiológico e uma equipe capacitada para assessorar em todas as questões regulatórias necessárias.

O processo de produção da empresa inicia-se com a solicitação do setor comercial ao laboratório de pesquisa e desenvolvimento para a manipulação do produto cosmético solicitado. Após a finalização da manipulação a amostra é enviada ao cliente.

Com a aprovação do cliente inicia-se o estudo de estabilidade do produto e em seguida as partes regulatórias necessárias para a comercialização do mesmo.

O processo produtivo ocorre com o recebimento de embalagens e matérias-primas, nas quais serão analisadas pelo setor de controle de qualidade. Com a liberação dos insumos pelo setor, tem-se a produção dos produtos cosméticos no setor de produção.

O produto produzido é encaminhado ao setor de envase onde realiza-se o envase do produto na embalagem adequada encaminhando o produto para o setor de acabamento, setor responsável pela identificação de lote e validade dos produtos e o encaixotamento em caixas de embarque para serem enviados ao cliente.

A empresa segue todas as normas regulamentadoras da diretoria colegiada destinada a fabricação de produtos de higiene pessoal, perfumaria e cosméticos, inclusive possui um criterioso manual de boas práticas de fabricação garantindo a qualidade em todos os produtos produzidos e comercializados.

3 JUSTIFICATIVA DO PROBLEMA

A definição que melhor se enquadra o setor de cosméticos atualmente se resume a um mercado que está em crescente expansão, muito utilizado em produtos cosméticos o gel hidrofílico apresenta fácil espalhamento e podem veicular vários princípios ativos.

A facilidade de comunicação através das mídias sociais favorece a divulgação dos produtos e das indústrias fabricantes. Com o domínio digital o panorama atual da indústria de cosméticos se atualiza constantemente.

O aceleração na divulgação de informação está aumentando a competitividade entre as indústrias, levando as mesmas a estarem em constante aperfeiçoamento no desenvolvimento de seus produtos. Por essa razão, torna-se imprescindível a necessidade de um produto cosmético permanecer estável durante toda a sua vida útil.

O guia de estabilidade não exige uma embalagem específica para a realização do teste, por essa razão as empresas adotam um estudo particular e uma embalagem padrão.

Nem todos os cosméticos são armazenados e lançados no material de embalagem do estudo, por consequência podem permanecer estáveis durante o processo de estabilidade, e quando lançados em embalagens diferentes apresentam instabilidade pela possível interação entre a formulação do produto e o material de acondicionamento.

Para evitar gastos, não conformidades e infrações sanitárias após o lançamento dos produtos, o surgimento de um novo estudo deverá ser projetado. Onde ao invés de ser armazenado em apenas um material de embalagem, poderá durante o estudo de estabilidade ser armazenado em embalagens de materiais diferentes, como plástico, alumínio e vidro e assim avaliando as alterações químicas, organolépticas e físico-químicas do produto.

Levando em consideração o mencionado acima, levantou-se a hipótese de realizar um estudo de estabilidade de um gel hidrofílico em mais de um tipo de material de acondicionamento seguindo o guia de estabilidade da Anvisa, estudo realizado no laboratório de pesquisa e desenvolvimento localizado em uma indústria cosmética no sul de Santa Catarina no ano de 2020.

4 MÉTODOS

4.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Selecionou-se uma formulação básica de gel de barba e realizou-se a manipulação de aproximadamente 1kg de produto. Após a conclusão e a finalização do produto com a leitura do pH com o pHmetro de Bancada Kasvi devidamente calibrado ajustou-se o pH de acordo com a necessidade das matérias primas da formulação.

Após esse processo realizou-se o teste de centrifugação com rotação de 3.000 rpm por 30 minutos. Obteve-se um resultado satisfatório, aprovou-se o produto e iniciou-se a realização das leituras dos parâmetros.

Assim realizou-se a determinação da densidade com um picnômetro metálico, a leitura da viscosidade em um viscosímetro Lamy e anotou-se o resultado obtido.

Após a finalização das leituras dos parâmetros armazenou-se o produto em seis recipientes de vidro, seis recipientes de plástico, seis recipientes de alumínio envernizado e seis recipientes de alumínio sem verniz.

Tabela 1 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.

Parâmetros	Resultado
Aspecto	Gel de Alta Viscosidade
Cor	Verde Claro
Odor (Fragrância)	Característico da Fragrância Terre
pH	7,11
Densidade	0,99 g/mL
Viscosidade	8910 cP

Fonte: Autora, 2020.

Figura 1 – Armazenagem das amostras para o início do teste de estabilidade.



Fonte: Autora, 2020.

4.2 ARMAZENAGEM DAS AMOSTRAS

4.2.1 Estabilidade Preliminar

Armazenou-se uma amostra de cada recipiente em um refrigerador com condições de $5 \pm 2^\circ\text{C}$ e após dois dias na estufa Quimis para sofrer aquecimento com condições de $45 \pm 2^\circ\text{C}$. Assim as amostras foram alternadas a cada dois dias sofrendo ciclos de congelamento e descongelamento.

Durante quatorze dias avaliou-se alterações organolépticas, físico-químicas e químicas, realizando a leitura das análises no tempo T0, T2, T4, T6, T8, T10, T12 e T14.

4.2.2 Estabilidade Acelerada

Armazenou-se uma amostra de cada recipiente em um refrigerador com condições de $5 \pm 2^\circ\text{C}$ e na estufa Quimis para sofrer aquecimento com condições de $45 \pm 2^\circ\text{C}$, no ambiente escuro e expostas a luz solar.

Durante três meses avaliou-se alterações organolépticas, físico-químicas e químicas, realizando a leitura das análises no tempo T0, T1, T7, T15, T30, T60 e T90.

4.3 PARAMETROS AVALIADOS

4.3.1 Determinação de pH

As medições de pH foram realizadas através de um pHmetro de Bancada Kasvi calibrado com soluções padrão de pH 4,01 e 7,00.

4.3.2 Avaliações Organolépticas

➤ Aspecto

As avaliações foram realizadas através da análise visual das amostras submetidas as condições de estresse comparando com a amostra padrão armazenada em temperatura ambiente.

Os parâmetros avaliados para o aspecto foram:

- 1) Sem Alteração;
- 2) Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo - para o analista;
- 3) Modificado separado, precipitado ou turvo - claramente visível;
- 4) Irreconhecível.

Os parâmetros avaliados para a coloração foram:

- 1) Sem Alteração;
- 2) Levemente modificado - para o analista;
- 3) Modificado - claramente visível;
- 4) Intensamente modificado.

➤ **Odor**

As avaliações foram realizadas através de análise olfativa das amostras submetidas as condições de estresse, comparando com a amostra padrão armazenada em temperatura ambiente.

Os parâmetros avaliados foram os descritos a seguir.

Característica da Fragrância	Intensidade da Fragrância
1) Normal, sem modificação;	a) Normal, sem alteração;
2) Levemente modificado – para o analista;	b) Perda de Intensidade;
3) Modificado – claramente visível;	c) Perda de Intensidade Moderada;
4) Intensamente modificado;	d) Perda de Intensidade Notável – Irreconhecível.
5) Irreconhecível.	

4.3.3 Avaliação de Incompatibilidade Química

As avaliações de incompatibilidade química foram analisadas visualmente observando a interação podem acarretar modificações em nível físico ou químico entre os componentes da formulação e o material de acondicionamento.

Os parâmetros avaliados foram os descritos a seguir para embalagem plástica:

Característica da Alteração

- 1) Normal, sem alteração;
- 2) Levemente alterado – para o analista;
- 3) Alterado – claramente visível;
- 4) Intensamente alterado;
- 5) Irreconhecível.

Intensidade da Alteração para embalagem plástica

- a) Normal, sem alteração;
- b) Interação e Migração;
- c) Porosidade ao vapor D' água;
- d) Transmissão da Luz;
- e) Deformação.

Intensidade da Alteração para embalagem metálica

- a)** Normal, sem alteração;
- b)** Delaminação, quando aplicável;
- c)** Alterações na formulação;
- d)** Aspecto e funcionalidade da embalagem;
- e)** Reação com a fórmula;
- f)** Integridade do verniz ou resina (interno ou externo).

Intensidade da Alteração para embalagem de vidro

- a)** Normal, sem alteração;
- b)** Alterações na formulação;
- c)** Aspecto e funcionalidade da embalagem;
- d)** Resistência mecânica da embalagem.

4.4 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

Para a realização do teste microbiológico separou-se uma amostra do produto em frasco estéril antes do período do estudo de estabilidade acelerada para submissão das análises microbiológicas específicas.

Após os noventa dias de estudo realizou-se a mistura do produto armazenado em todas as embalagens e realizou-se um novo teste microbiológico.

4.5 TESTE ESTATÍSTICO

Utilizou-se a ferramenta de análise denominada de “Teste T: duas amostras em par para média” do Microsoft Excel para a obtenção do resultado do Teste T de Student, para avaliar a significância da alteração de viscosidade das amostras após os noventa dias de estudo. Determinou-se uma hipótese de diferente de média igual a zero e um alfa, ou seja, um erro de 5%.

4.6 FORMULÁRIO DE ESTUDO

Projetou-se as datas das leituras das análises e elaborou-se um formulário de estudo para o preenchimento em tempo real durante as análises de estabilidade.

Tabela 2 – Cronograma da Leitura das Análises Preliminar e Acelerada.

Estabilidade Preliminar		Estabilidade Acelerada	
Data	Tempo	Data	Tempo
02/03/2020	T0	02/03/2020	T0
04/03/2020	T2	03/03/2020	T1
06/03/2020	T4	09/03/2020	T7
09/03/2020	T6	17/03/2020	T15
11/03/2020	T8	01/04/2020	T30
13/03/2020	T10	01/05/2020	T60
16/03/2020	T12	01/06/2020	T90
18/03/2020	T14		

Fonte: Autora, 2020.

4.7 RELATÓRIO DE CONCLUSÃO DE ESTABILIDADE

Elaborou-se um modelo de relatório de conclusão de estabilidade seguindo as informações sugeridas pelo guia de estabilidade da Anvisa, para o preenchimento após a conclusão do estudo.

Os relatórios de conclusão de estabilidade se encontram em apêndices.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

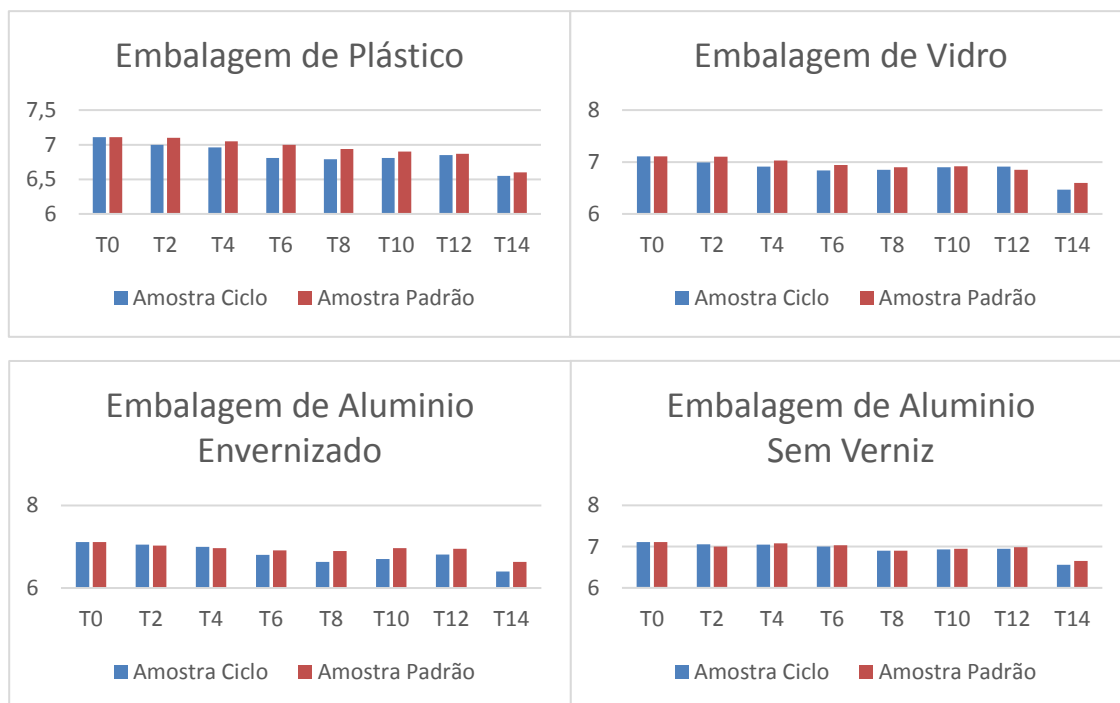
5.1 ESTABILIDADE PRELIMINAR

Conforme a metodologia mencionada anteriormente as amostras foram armazenadas em diferentes embalagens e avaliadas inicialmente em um teste preliminar durante quatorze dias sofrendo ciclos de aquecimento e resfriamento.

De acordo com a literatura em anexo o gel hidrofílico não iônico utilizado é estável em pH entre 5,5 e 7,3, portanto o pH das formulações deverá ser por volta da neutralidade, assim conforme o gráfico a seguir não se observou nenhuma alteração significativa que poderia ser provocada pela variação de pH de 7,11 entre 6,4 durante os quatorze dias.

Ao fim desse estudo o produto não apresentou variações significativas nos parâmetros avaliados em todas as embalagens acondicionadas indicando uma estabilidade inicial de todas as formulações.

Gráfico 1 - Variação de pH das amostras durante os 14 dias de Estudo Preliminar.



Fonte: Autora, 2020.

5.2 ESTABILIDA ACELERADA

Com esse estudo foi possível perceber realmente como o produto se comporta em diferentes embalagens de acondicionamento quando exposto a diferentes ambientes de armazenagem.

5.2.1 Embalagem de Plástico

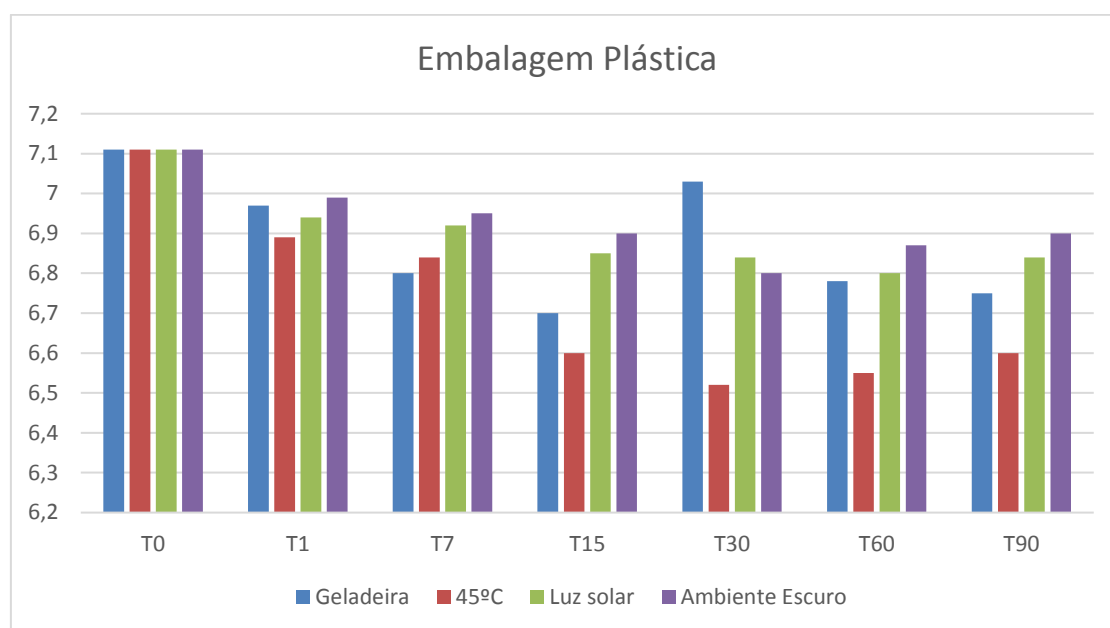
Nas determinações de pH realizadas durante os 90 dias de estudo, foi possível observar uma pequena oscilação nos valores variando de 6,52 a 7,11 não sendo significativa para o estudo.

Na avaliação do aspecto não foi possível observar alteração visualmente, após a leitura de viscosidade no último dia de análise observou-se uma diminuição de viscosidade principalmente na amostra submetida ao aquecimento e exposta a luz solar. O Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos publicado pela ANVISA (2004, p.30) menciona que “os limites de aceitação de viscosidade devem ser definidos pelo formulador considerando-se a percepção visual e sensorial decorridas de alterações. Deve-se levar em conta a possibilidade de o consumidor também reconhecê-las”.

Como a modificação de viscosidade se deu apenas nas amostras submetidas a temperatura elevada não sendo perceptiva visualmente e a modificação de densidade não foi significativa essa alteração não se torna significativa para o estudo.

Na avaliação da cor do produto e de incompatibilidade da fórmula com o material de acondicionamento não foi possível observar alterações nas amostras armazenadas nos quatros ambientes de estresse. Mas foi possível observar uma leve perda de intensidade da fragrância na amostra armazenada na estufa no 90º dia de estudo.

Gráfico 2 – Variação de pH das amostras armazenadas em embalagem de plástico durante os 90 dias de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Tabela 3 - Determinação da Viscosidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	8910	8910	8910	8910
01.06.2020	T90	9025	7062	7551	8875

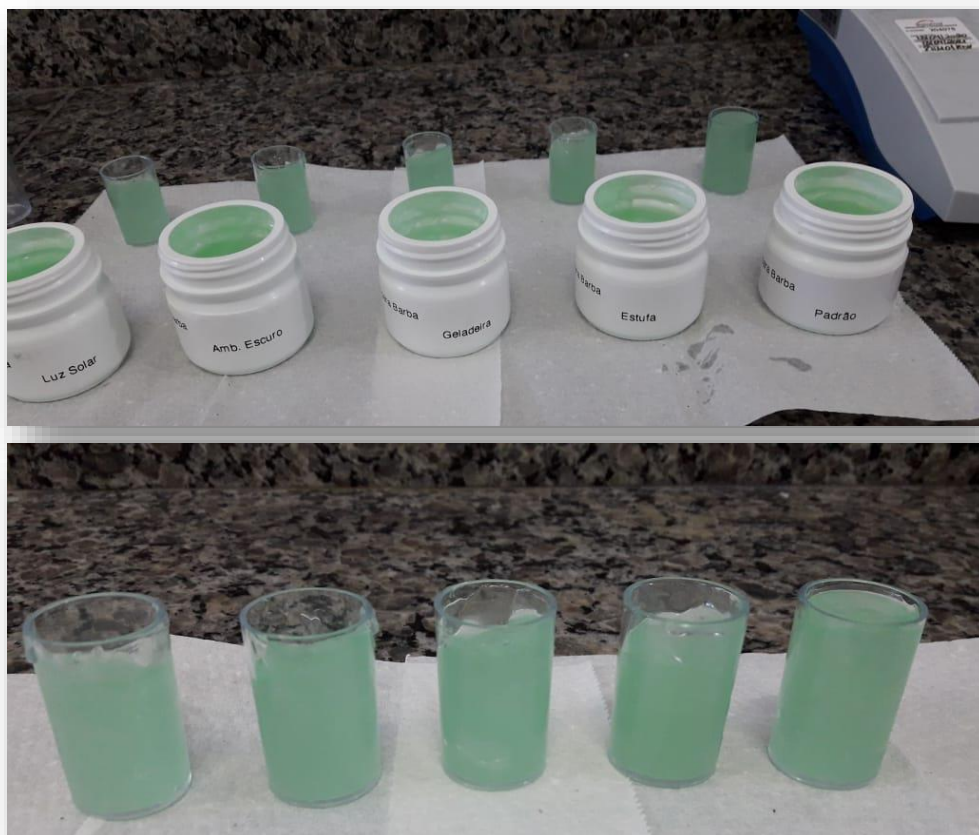
Fonte: Autora, 2020.

Tabela 4 – Determinação da Densidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	0,99	0,99	0,99	0,99
01.06.2020	T90	0,97	0,98	0,99	0,99

Fonte: Autora, 2020.

Figura 2 – Amostras acondicionadas em embalagem de plástico no 90º dia de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Observando as imagens e os resultados da metodologia aplicada para o desenvolvimento do teste de estabilidade do gel de barba armazenado em embalagem plástica pode-se concluir, que nas condições utilizadas no teste o produto não apresentou variações significativas nos parâmetros avaliados ao longo do estudo indicando que ele permanecerá estável por um período estimado de dois anos. Sugere-se manter o produto em local fresco, arejado e ao abrigo de luz solar.

5.2.2 Embalagem de Vidro

As amostras armazenadas na embalagem de vidro também sofreram uma pequena oscilação nos valores de pH de 6,39 a 7,11. Na avaliação do aspecto e determinação de não foi possível observar alteração visualmente e após a leitura no viscosímetro no último dia de análise observou-se uma diminuição de viscosidade.

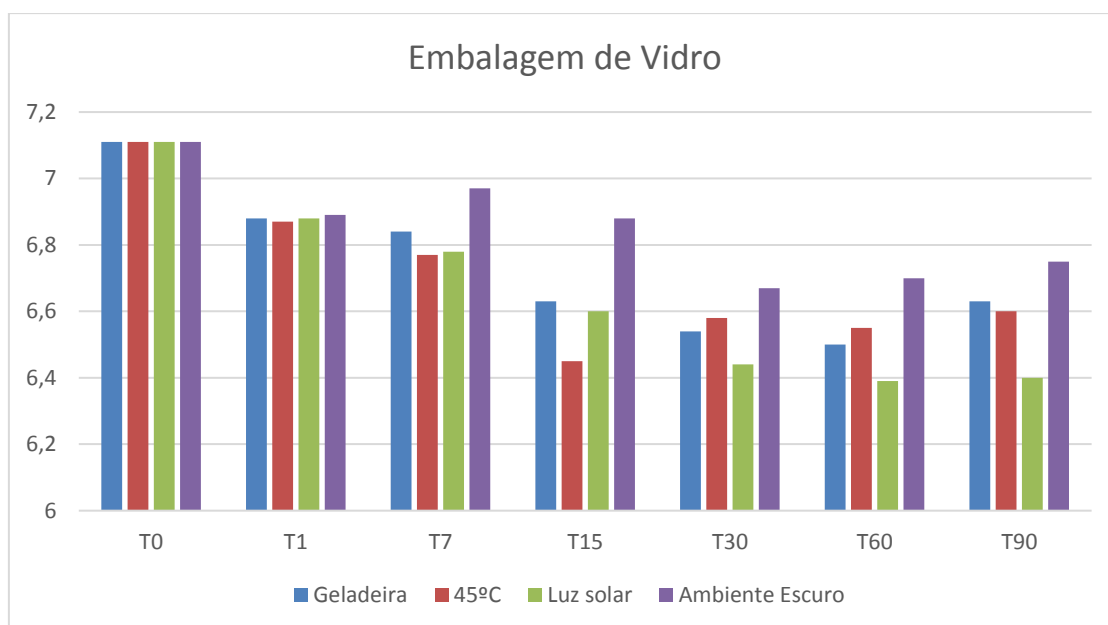
Em relação ao aspecto o Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos publicado pela Anvisa (2004, p.30) cita que “o produto deve manter-se íntegro durante todos os testes mantendo seu aspecto inicial em todas as condições, exceto em temperatura elevadas, freezer, ou ciclos em que pequenas alterações são aceitáveis”. Por isso essa variação de viscosidade não interfere significativamente no aspecto do produto.

Na avaliação da cor do produto ao longo dos 90 dias, foi possível observar modificação na amostra exposta a luz solar a partir do 30º dia de estudo alterando da cor verde inicial para azul se intensificando nas próximas análises tornando a amostra irreconhecível no 90º dia de estudo.

Na avaliação do odor do produto foi possível observar uma leve perda de intensidade na amostra exposta a luz solar a partir do 7º dia de estudo permanecendo no mesmo grau de modificação durante todas as próximas análises.

Na avaliação de incompatibilidade da fórmula com o material de acondicionamento durante os 90 dias, não foi possível observar alterações visíveis nas amostras.

Gráfico 3 – Variação de pH das amostras armazenadas em embalagem de vidro durante os 90 dias de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Tabela 5 - Determinação da Viscosidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	8910	8910	8910	8910
01.06.2020	T90	8784	7241	7402	8900

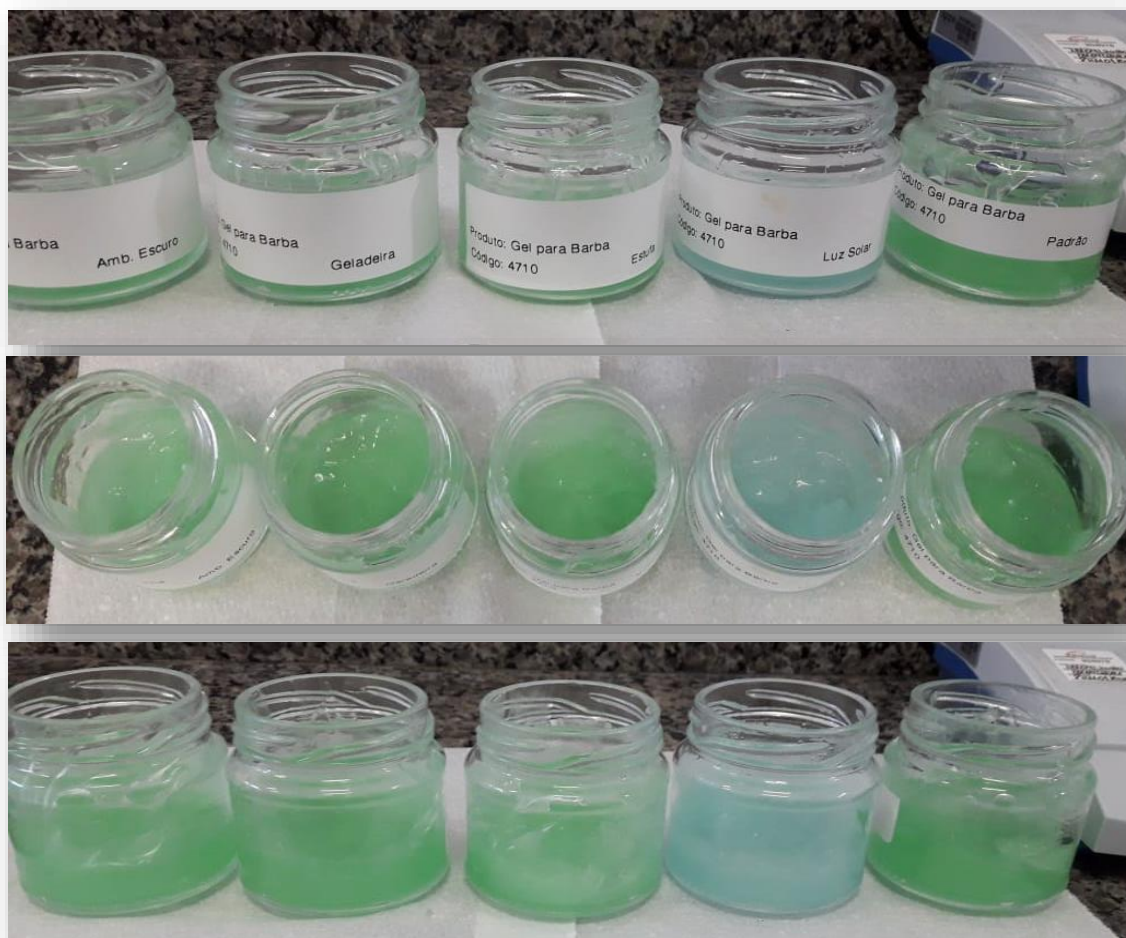
Fonte: Autora, 2020.

Tabela 6 – Determinação da Densidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	0,99	0,99	0,99	0,99
01.06.2020	T90	0,99	1	0,99	0,99

Fonte: Autora, 2020.

Figura 3 - Amostras acondicionadas em embalagem de vidro no 90º dia de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Observando as imagens e os resultados da metodologia aplicada para o desenvolvimento do teste de estabilidade do gel de barba armazenado em embalagem de vidro pode-se concluir, que nas condições utilizadas no teste o produto apresentou variação de coloração significativa após 30 dias de exposição permanente a luz solar.

Segundo o guia de estabilidade de produtos cosméticos publicado pela ANVISA (2004, p.30) a cor e o odor devem permanecer estáveis por no mínimo 15 dias à luz solar, portanto pode-se armazenar este produto em embalagem de vidro desde que o produto não seja em hipótese alguma exposto a luz solar por um longo período de tempo, mantendo o produto em local fresco, arejado e ao abrigo da luz solar.

5.2.3 Embalagem de Alumínio Envernizada

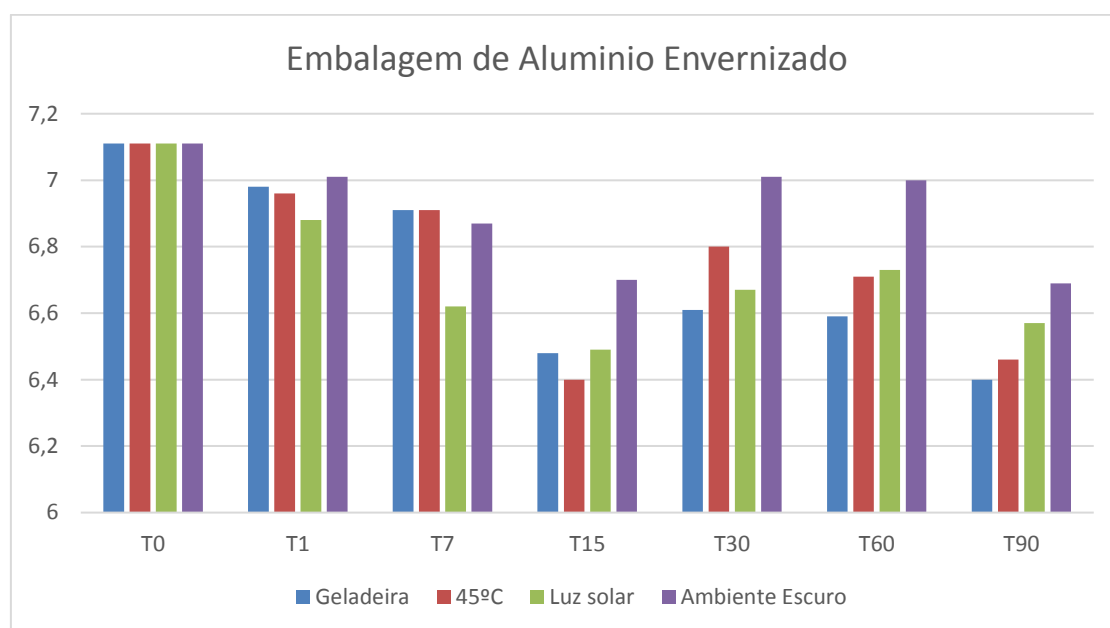
Nas amostras armazenadas na embalagem de alumínio envernizada foi possível observar oscilação nos valores de pH de 6,49 a 7,11. Na avaliação do aspecto do produto ao longo dos 90 dias, não foi possível observar alterações visíveis, mas após a leitura no último dia de análise percebeu-se uma diminuição na viscosidade das amostras, não sendo significativa para o estudo.

Na avaliação da cor do produto não foi possível observar modificações nas amostras armazenadas nos quatro ambientes de estresse. Já na avaliação do odor do produto ao longo dos 90 dias, foi possível observar uma leve perda de intensidade na amostra exposta a luz solar a partir do 60º dia de estudo. A amostra armazenada na estufa sofreu uma perda de intensidade a partir do 60º dia de estudo se intensificando classificando-se como uma perda moderada no 90º dia de estudo.

Sobre a compatibilidade com o material de acondicionamento o guia menciona que “Deve-se considerar a integridade da embalagem e da formulação, avaliando-se o peso, a vedação e a funcionalidade”. (BRASIL, 2004, p.30).

Portanto na avaliação de incompatibilidade da fórmula com o material de acondicionamento durante os 90 dias, não foi possível observar alterações visíveis nas amostras submetidas aos quatro ambientes de estresse.

Gráfico 4 – Variação de pH das amostras armazenadas em embalagem de alumínio envernizado durante os 90 dias de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Tabela 7 - Determinação da Viscosidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	8910	8910	8910	8910
01.06.2020	T90	8900	7029	8003	8853

Fonte: Autora, 2020.

Tabela 8 – Determinação da Densidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	0,99	0,99	0,99	0,99
01.06.2020	T90	0,99	0,99	0,97	0,99

Fonte: Autora, 2020.

Figura 4 - Amostras acondicionadas em embalagem de alumínio envernizada no 90º dia de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Observando as imagens e os resultados da metodologia aplicada para o desenvolvimento do teste de estabilidade do gel de barba armazenado em embalagem de alumínio envernizada pode-se concluir, que nas condições utilizadas no teste o produto não apresentou variações significativas nos parâmetros avaliados ao longo do estudo indicando que ele permanecerá estável por um período estimado de dois anos. Sugere-se manter o produto em local fresco, arejado e ao abrigo de luz solar.

5.2.4 Embalagem de Alumínio

Na análise do pH das amostras acondicionadas na embalagem de alumínio sem verniz também foi possível observar uma oscilação nos valores de 6,39 a 7,54. Na avaliação do aspecto do produto ao longo dos 90 dias, foi possível observar uma perda de viscosidade visivelmente moderada na amostra armazenada na estufa a partir do 30º dia de estudo, com a análise no viscosímetro no último dia de estudo observou-se principalmente na amostra armazenada na estufa de aquecimento uma diminuição significativa de viscosidade de 8910cP para 6155cP.

Na avaliação da cor do produto foi possível observar modificações na amostra armazenada no refrigerador a partir do 60º dia de estudo alterando da cor padrão inicial para azul tornando irreconhecível no 90º dia de estudo. A amostra armazenada na estufa e exposta a luz solar sofreram alteração logo na primeira semana de estudo se modificando da cor verde inicial para azul tornando irreconhecível no 90º dia de estudo. A amostra armazenada no ambiente escuro também sofreu uma alteração significativa a partir do 30º dia de estudo variando também da cor inicial para azul.

Na avaliação do odor do produto ao longo dos 90 dias, foi possível observar uma perda de intensidade na amostra armazenada no ambiente escuro no 90º dia de estudo. A amostra armazenada na estufa e exposta a luz solar sofreram uma perda leve de intensidade a partir do 30º dia de estudo se tornando mais significativa no 90º dia de estudo. A amostra armazenada na geladeira sofreu uma leve perda de intensidade a partir do 60º dia de estudo tornando moderada no 90º dia de estudo.

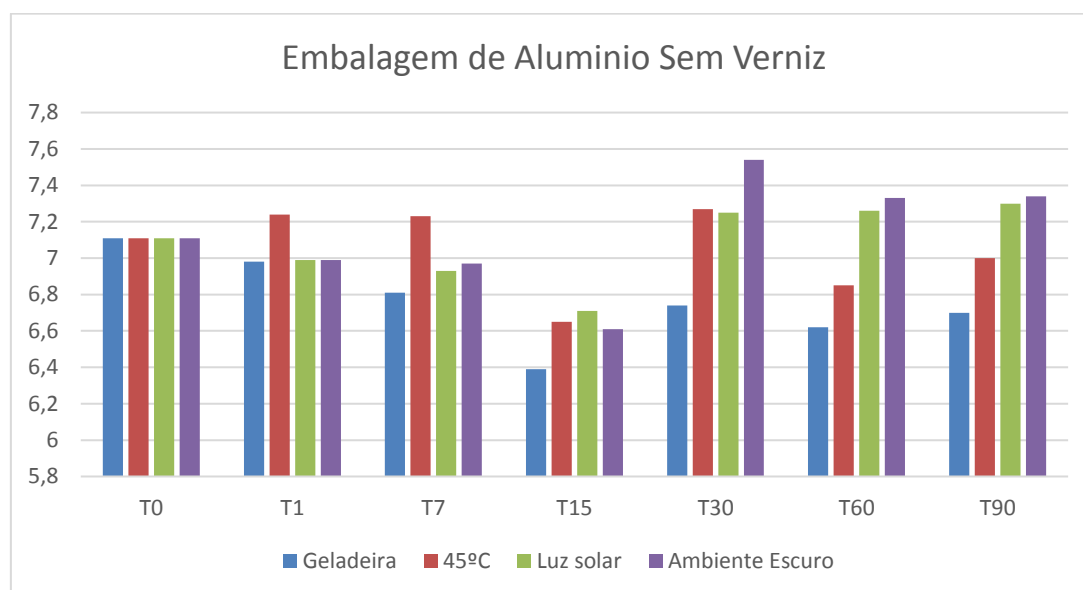
Na avaliação de incompatibilidade da fórmula com o material de acondicionamento durante os 90 dias, foi possível observar alterações na amostra submetida aos quatro ambientes de estresse, onde apresentaram interação inchando visualmente dentro da embalagem e após abrir.

Figura 5 – Migração do produto ao abrir a embalagem no 90º dia de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Gráfico 5 – Variação de pH das amostras armazenadas em embalagem de alumínio durante os 90 dias de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Tabela 9 - Determinação da Viscosidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	8910	8910	8910	8910
01.06.2020	T90	8239	6155	6927	7524

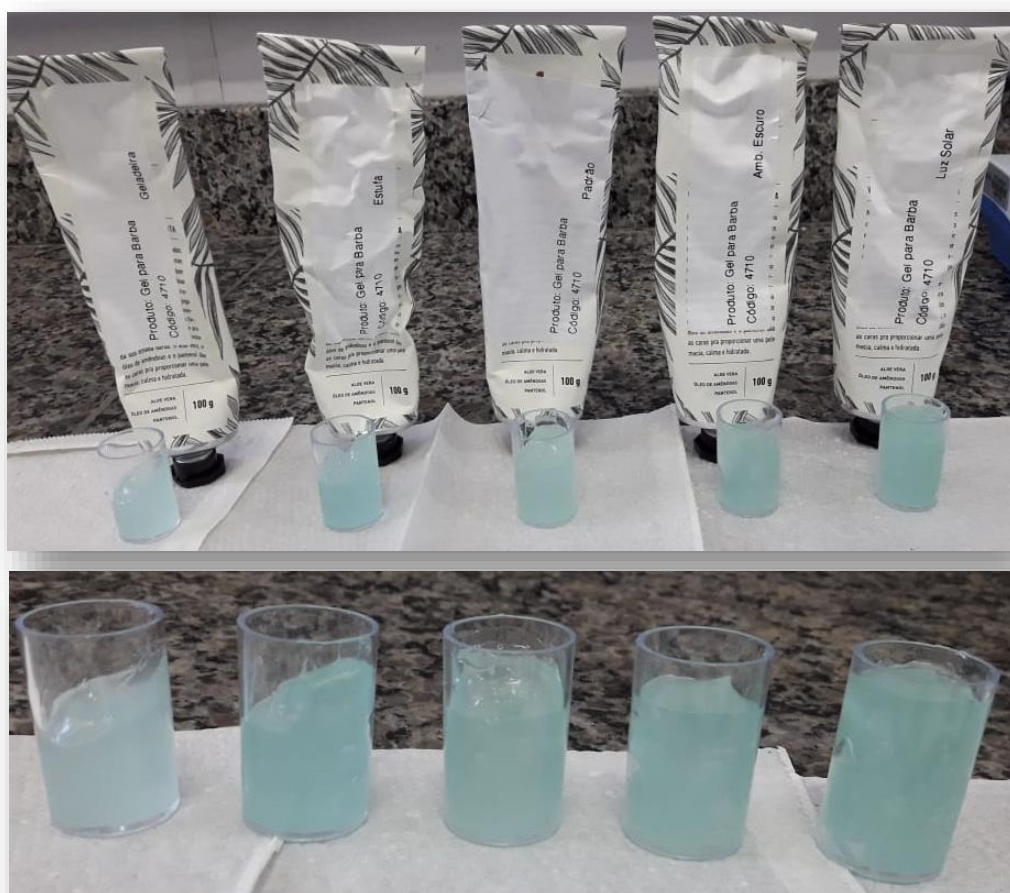
Fonte: Autora, 2020.

Tabela 10 – Determinação da Densidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	0,99	0,99	0,99	0,99
01.06.2020	T90	0,99	0,97	0,98	0,99

Fonte: Autora, 2020.

Figura 6 - Amostras acondicionadas em embalagem de alumínio no 90º dia de estudo.



Fonte: Autora, 2020.

Observando as imagens e os resultados da metodologia aplicada para o desenvolvimento do teste de estabilidade do gel de barba armazenado em embalagem de alumínio sem verniz, claramente pode-se concluir, que nas condições utilizadas no teste o produto apresentou variações significativas tornando o produto irreconhecível no final do estudo, alterando totalmente a sua coloração e o odor em todos os ambientes de estresse, apresentando inclusive interações visíveis com o material de

acondicionamento. Portanto este produto produzido com a formulação em questão nessa embalagem não poderá ser comercializado.

O gel de barba acondicionado nessa embalagem foi o único que apresentou alteração até na amostra padrão alterando totalmente a sua coloração, que segundo o Guia de estabilidade (2004, p.29) as amostras são avaliadas em relação à amostra padrão e ela deverá permanecer inalterada durante toda a vida útil do produto.

5.3 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

As amostras para os parâmetros analisados estão em acordo com os parâmetros microbiológicos estabelecidos pela Resolução ANVISA nº 481, de 23 de setembro de 1999, sendo aprovada no início de estabilidade logo após a manipulação do produto, e no último dia de estabilidade, após os 90 dias de estudo.

Os certificados de análise microbiológica se encontram em anexo.

5.4 TESTE ESTATÍSTICO – TESTE T DE STUDENT

Após a determinação da hipótese de diferente de média e do erro adotado, pode-se obter os resultados a seguir.

Tabela 11 - Resultado do Teste T para embalagens de plástico e vidro.

Embalagem Plástica			Embalagem de Vidro		
Viscosidade	T0	T90	Viscosidade	T0	T90
Média	8910	8128,25	Média	8910	8081,75
Variância	0	943967,6	Variância	0	777202,9
Observações	4	4	Observações	4	4
Hipótese da diferença de média	0		Hipótese da diferença de média	0	
gl	3		gl	3	
Stat t	1,6092345		Stat t	1,878988964	
P(T<=t) uni-caudal	0,1029695		P(T<=t) uni-caudal	0,078425916	
t crítico uni-caudal	2,3533634		t crítico uni-caudal	2,353363435	
P(T<=t) bi-caudal	0,2059389		P(T<=t) bi-caudal	0,156851831	
t crítico bi-caudal	3,1824463		t crítico bi-caudal	3,182446305	

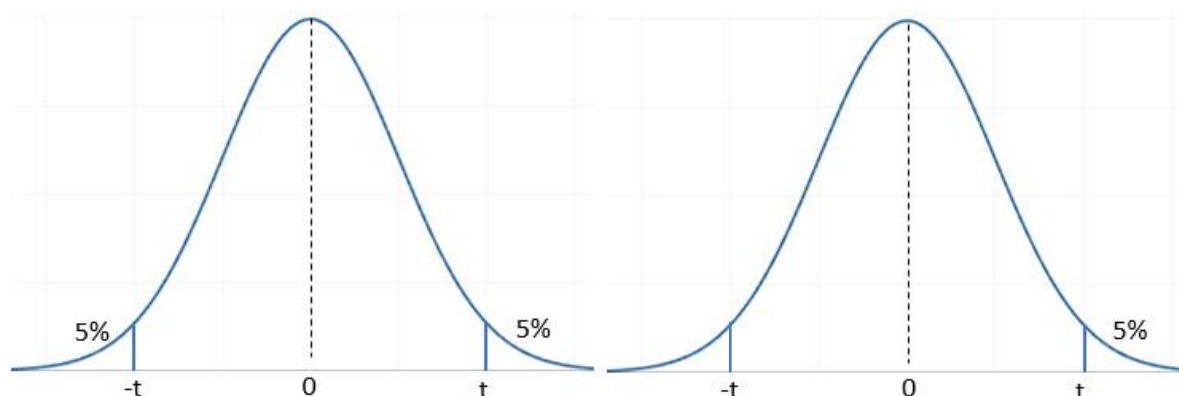
Fonte: Autora, 2020.

Tabela 12 - Resultado do Teste T para as embalagens de alumínio.

Embalagem de Alumínio Envernizada			Embalagem de Alumínio Sem Verniz		
Viscosidade	T0	T90	Viscosidade	T0	T90
Média	8910	8196,25	Média	8910	7211,25
Variância	0	775467,6	Variância	0	783514,9
Observações	4	4	Observações	4	4
Hipótese da diferença de média	0		Hipótese da diferença de média	0	
gl	3		gl	3	
Stat t	1,6210421		Stat t	3,838272734	
P(T<=t) uni-caudal	0,1017278		P(T<=t) uni-caudal	0,015592891	
t crítico uni-caudal	2,3533634		t crítico uni-caudal	2,353363435	
P(T<=t) bi-caudal	0,2034556		P(T<=t) bi-caudal	0,031185783	
t crítico bi-caudal	3,1824463		t crítico bi-caudal	3,182446305	

Fonte: Autora, 2020.

Figura 7 – Representação do Gráfico Bicaudal e Unicaudal de t de Student.



Fonte: Autora, 2020.

Analizando os resultados e comparando o valor T crítico com o valor da estatística do teste obtido concluiu-se que na embalagem de alumínio sem verniz o valor do T crítico apresentou resultado menor que o valor estatístico encontrado, indicando que o valor se encontra dentro da zona de rejeição determinada. Comparando o valor de prova (P) com o erro determinado pode-se observar que na embalagem de plástico, vidro e alumínio envernizado o resultado foi maior que 5%, portanto a variação de viscosidade se encontra dentro do limite de aceitação, mas na embalagem de alumínio sem verniz, apresentou-se um valor de prova menor que o erro, concluindo que a variação de viscosidade está dentro do limite de rejeição.

6 CONCLUSÃO

A avaliação da estabilidade de um gel hidrofílico armazenado em mais de um material de embalagem obteve resultados satisfatórios, sendo capaz de comprovar os resultados significativos por meio do teste estatístico, percebendo as diferenças visíveis de comportamento da amostra do produto em cada material de embalagem acondicionado.

Após os testes das formulações elaboradas, os mesmos indicaram que o produto poderá ser comercializado em embalagem plástica, de vidro e de alumínio envernizada, permanecendo estável por um período estimado de dois anos.

O produto gel de barba em embalagem de alumínio sem verniz indicou uma desestabilidade em prateleira nas condições avaliadas.

O parâmetro físico-químico analisado foi o pH variando de 6,4 a 7,11 no estudo preliminar e 6,39 a 7,54 no estudo acelerado e os parâmetros organolépticos analisados foram a cor, o odor, aspecto, a densidade variando de 0,97g/mL até 1g/mL e a viscosidade variando de 7062cP a 9025cP na amostra armazenada em embalagem de plástico, vidro e alumínio envernizada destacando-se a amostra armazenada em embalagem de alumínio sem verniz por apresentar maior resultado significativo entre as amostras de 6155cP a 8239cP.

As análises microbiológicas do início e do fim do estudo foram aprovadas pelo laboratório de microbiologia seguindo a quinta edição da Farmacopeia Brasileira.

O Teste t utilizado para a análise de dados para avaliar a estabilidade indicou a real significância da diferença de viscosidade obtida na amostra armazenada em embalagem de alumínio sem verniz no último dia de estudo e o valor de viscosidade inicial, contribuindo a acompanhar a variabilidade do indicador de consistência.

REFERÊNCIAS

ABDULKARIM, M.F.; ABDULLAH, G.Z.; CHITNENI, M.; MAHDI, E.S.; YAM, M.F.; FAISAL, A.; SALMAN, I.M.; AMEER, O.Z.; SAHIB, M.N.; ABDULSATTAR, M.Z.; BASRI, M.; NOOR, A.M. **Stability studies of nano-cream containing piroxicam**. Int. J. Drug Delivery, v.2, n.4, p.333-339, 2010. Disponível em: <<http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.904.5589&rep=rep1&type=pdf>>. Acesso em: 01 abr. 2020.

ALVES, C. **Teste T de Student**. Universidade de São Paulo, 2017. Disponível em: <http://cmq.esalq.usp.br/wiki/lib/exe/fetch.php?media=publico:syllabvs:lcf5759a:teste_t.pdf>. Acesso em: 24 jun. 2020.

ANSEL, H. C.; POPOVICH, N. G.; ALLEN JUNIOR, L. V.. **Farmacotécnica – Formas farmacêuticas & sistemas de liberação de fármacos**. São Paulo: Premier, 2000. p.288-291.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). Gerência-Geral de Cosméticos. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Brasília, 2004. Disponível em: <<http://bvsmms.saude.gov.br/bvs/publicacoes/cosmeticos.pdf>>. Acesso em: 03 mar. 2020.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos**. 2. ed. Brasília: ANVISA, 2008. 121 p. Disponível em: <https://www.crq4.org.br/downloads/guia_cosmetico.pdf>. Acesso em: 03 mar. 2020.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução Da Diretoria Colegiada - RDC Nº 07, de 10 de fevereiro de 2015**. 2015. 21p. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/documents/10181/2867685/RDC_07_2015_.pdf/c2a1078c-46cf-4c4b-888a-092f3058a7c7>. Acesso em: 02 jun. 2020.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução - RDC Nº 48, de 25 de outubro de 2013**. Disponível em: <https://bvsmms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2013/rdc0048_25_10_2013.html>. Acesso em: 01 jul. 2020.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução - RDC Nº 211, de 14 de julho de 2005**. Disponível em: <http://bvsmms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0211_14_07_2005.html>. Acesso em: 01 jul. 2020.

CORRÊA, N.M.; CAMARGO JÚNIOR, F.B.; IGNÁCIO, R.F.; LEONARDI, G.R. Avaliação do comportamento reológico de diferentes géis hidrofílicos. Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas, v. 41, n. 1, p. 73-78, jan./mar., 2005. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/rbcf/v41n1/v41n1a07.pdf>>. Acesso em: 01 abr. 2020.

MAGALHÃES, Wallace. **Estudos de Estabilidade e Prazos de Validade**. Disponível em: <<https://www.cosmeticsonline.com.br/noticias/detalhes->

colunas1/792/estudos+de+estabilidade+e+prazos+de+validade> Acesso em: 03 mar. 2020.

MAIA CAMPOS, P. M. B. G.; BONTEMPO, E. M. B. G.; LEONARDI, G. R. **Formulário Dermocosmético**. São Paulo: Tecnopress Editora e Publicidade, 1999. v. 2, p.37-38.

MAPRIC. **CARBOMERO ET 2020**. Disponível em:<mapric.com.br/pdf/Boletim990_17032016-10h01.pdf>. Acesso em: 01 abr. de 2020.

MARTIN, A. **Physical Pharmacy**. 4. ed. Philadelphia: Lea & Febiger, 1993. p. 153-476.

MIURA, Y. **Desenvolvimento farmacotécnico e estudo de estabilidade de géis de papaína destinados ao tratamento de feridas**. Niterói, 2012. Disponível em: <<https://app.uff.br/riuff/bitstream/1/3219/1/Miura%2C%20Daniele%20Yuri%20%5BDiserta%C3%A7%C3%A3o%2C%202012%5D.pdf>> Acesso em: 10 jun. 2020.

SCHOTT, H. **Reología**. In: **Remington Pharmacia**. 19. ed. Phennsylvania: Mack Publishing Company, 1995. p. 426- 455.

VIEIRA, Sonia. **Introdução a bioestatística**. 4ed, 2008. Elsevier Editora LTDA.

APÊNDICES

APÊNDICE A – Relatório de Conclusão de Estabilidade - Embalagem Plástica

IDENTIFICAÇÃO DO PRODUTO

Nome do Produto: Gel de Barba

Código da Formulação: 4710

CONDIÇÕES DO ESTUDO

Objetivo: Estudo realizado com o objetivo de determinar o prazo de validade do produto analisado.

Condição: Amostras do produto são armazenadas por um período de três meses em quatro condições ambientais de estresse.

Equipamentos: Estufa para aquecimento, refrigerador, medidor de pH e centrífuga.

Teste Microbiológico: Foi separada uma amostra do produto em frasco estéril antes do período do estudo de estabilidade acelerada, e submetida a análises microbiológicas específicas.

Teste de Centrifugação: Foi separado uma amostra e submetido a centrifuga por um período de 30 minutos a 3000 rotações por minuto.

Test de Triagem: Foram separadas duas amostras em embalagem plástica e divididas para avaliações organolépticas e físico-química, submetendo-as por 14 dias a ciclos de congelamento e aquecimento, realizando as análises no tempo de T0, T2, T4, T6, T8, T10, T12 e T14, armazenado sob refrigeração de $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e sob aquecimento de $45 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Teste Acelerado: Foram separadas quatro amostras em embalagem plástica e divididas para avaliações organolépticas e físico-química, submetendo-as por um período de três meses distribuídas sob refrigeração de $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$, submetidas ao aquecimento $45 \pm 2^{\circ}\text{C}$., expostas a luz solar e armazenadas em ambiente escuro. Realizando as análises no tempo de T0, T1, T7, T15, T30, T60 e T90.

Avaliação Físico-química: As determinações de pH foram realizadas diretamente no produto utilizando um medidor de pH de bancada.

Avaliações Organolépticas: As avaliações de aspecto e cor foram realizadas através da análise visual das amostras. As avaliações de odor foram realizadas através de análise olfativa das amostras mantidas.

Avaliações de Incompatibilidade de Embalagem: Foram analisadas visualmente observando modificações em nível físico ou químico entre os componentes da formulação e o material de acondicionamento.

RESULTADOS

Tabela 13 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.

Parâmetros avaliados no T0	
Aspecto	Gel de Alta Viscosidade
Cor	Verde Claro
Odor (Fragrância)	Característico da Fragrância Terre
pH	7,11
Densidade	0,99 g/mL
Viscosidade	8910 cP

Período de Avaliação:

Iniciado em 02 março de 2020 e com término em 01 junho de 2020.

Material de Acondicionamento:

Pote de polipropileno com tampa 50mL.

Análises Físico-químicas durante o Teste de Triagem:

Tabela 14 – Determinação do pH do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	7,11	7,11
04.03.2020	T2	7,00	7,10
06.03.2020	T4	6,96	7,05
09.03.2020	T6	6,81	7,00
11.03.2020	T8	6,79	6,94
13.03.2020	T10	6,81	6,90
16.03.2020	T12	6,85	6,87
18.03.2020	T14	6,55	6,60

Análises organolépticas durante o Teste de Triagem:

Tabela 15- Avaliação do Aspecto do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1	1
04.03.2020	T2	1	1
06.03.2020	T4	1	1
09.03.2020	T6	1	1
11.03.2020	T8	1	1

13.03.2020	T10	1	1
16.03.2020	T12	1	1
18.03.2020	T14	1	1

Legenda: 1 – Sem Alteração; 2 – Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo(para o analista); 3 – Modificado separado, precipitado ou turvo (claramente visível); 4 – Irreconhecível.

Tabela 16 - Avaliação da Cor do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1	1
04.03.2020	T2	1	1
06.03.2020	T4	1	1
09.03.2020	T6	1	1
11.03.2020	T8	1	1
13.03.2020	T10	1	1
16.03.2020	T12	1	1
18.03.2020	T14	1	1

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado (para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível.

Tabela 17 - Avaliação do Odor do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1A	1A
04.03.2020	T2	1A	1A
06.03.2020	T4	1A	1A
09.03.2020	T6	1A	1A
11.03.2020	T8	1A	1A
13.03.2020	T10	1A	1A
16.03.2020	T12	1A	1A
18.03.2020	T14	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado(para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível. Intensidade da fragrância: A- Normal, sem alteração, B – perda de intensidade, C – perda de intensidade moderada, D – perda de intensidade notável, E-Irreconhecível.

Tabela 18- Avaliação de Incompatibilidade Química

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1A	1A
04.03.2020	T2	1A	1A
06.03.2020	T4	1A	1A
09.03.2020	T6	1A	1A
11.03.2020	T8	1A	1A
13.03.2020	T10	1A	1A
16.03.2020	T12	1A	1A
18.03.2020	T14	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem alteração; 2 – levemente alterado(para o analista); 3 – Alterado(claramente visível); 4 – Intensamente alterado; 5-irreconhecível. Intensidade da

alteração: A- Normal, sem alteração, B – interação e migração, C – porosidade ao vapor de água, D – transmissão da luz, E-deformação

Análises Físico-químicas durante o Teste Acelerado:

Tabela 19 – Determinação do pH do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	7,11	7,11	7,11	7,11
03.03.2020	T1	6,97	6,89	6,94	6,99
09.03.2020	T7	6,80	6,84	6,92	6,95
17.03.2020	T15	6,70	6,6	6,85	6,90
01.04.2020	T30	7,03	6,52	6,84	6,80
01.05.2020	T60	6,78	6,55	6,80	6,87
01.06.2020	T90	6,75	6,60	6,84	6,90

Tabela 20 - Determinação da Viscosidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	8910	8910	8910	8910
01.06.2020	T90	9025	7062	7551	8875

Tabela 21 – Determinação da Densidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	0,99	0,99	0,99	0,99
01.06.2020	T90	0,97	0,98	0,99	0,99

Análises organolépticas durante o Teste Acelerado:

Tabela 22- Avaliação do Aspecto do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1	1	1	1
03.03.2020	T1	1	1	1	1
09.03.2020	T7	1	1	1	1
17.03.2020	T15	1	1	1	1
01.04.2020	T30	1	1	1	1
01.05.2020	T60	1	1	1	1
01.06.2020	T90	1	1	1	1

Legenda: 1 – Sem Alteração; 2 – Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo(para o analista); 3 – Modificado separado, precipitado ou turvo (claramente visível); 4 -Irreconhecível.

Tabela 23 - Avaliação da Cor do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1	1	1	1
03.03.2020	T1	1	1	1	1
09.03.2020	T7	1	1	1	1
17.03.2020	T15	1	1	1	1
01.04.2020	T30	1	1	1	1
01.05.2020	T60	1	1	1	1
01.06.2020	T90	1	1	1	1

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado (para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível.

Tabela 24 - Avaliação do Odor do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1A	1A	1A	1A
03.03.2020	T1	1A	1A	1A	1A
09.03.2020	T7	1A	1A	1A	1A
17.03.2020	T15	1A	1A	1A	1A
01.04.2020	T30	1A	1A	1A	1A
01.05.2020	T60	1A	1A	1A	1A
01.06.2020	T90	1A	2B	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado(para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível. Intensidade da fragrância: A- Normal, sem alteração, B – perda de intensidade, C – perda de intensidade moderada, D – perda de intensidade notável, E-Irreconhecível.

Tabela 25- Avaliação de Incompatibilidade Química

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1A	1A	1A	1A
03.03.2020	T1	1A	1A	1A	1A
09.03.2020	T7	1A	1A	1A	1A
17.03.2020	T15	1A	1A	1A	1A
01.04.2020	T30	1A	1A	1A	1A
01.05.2020	T60	1A	1A	1A	1A
01.06.2020	T90	1A	1A	1A	1A

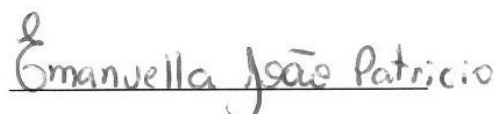
Legenda: 1 – Normal, sem alteração; 2 – levemente alterado(para o analista); 3 – Alterado(claramente visível); 4 – Intensamente alterado; 5-irreconhecível. Intensidade da alteração: A- Normal, sem alteração, B – interação e migração, C – porosidade ao vapor de água, D – transmissão da luz, E-deformação.

CONCLUSÃO

Pode-se concluir que, nas condições usadas no teste, o produto não apresentou variações significativas nos parâmetros avaliados ao longo do estudo, indicando que permanecerá estável por um período estimado de dois anos.

Sugere-se manter o produto em local fresco, arejado e ao abrigo da luz solar.

Gerente do Estudo: Emanuella João Patricio.

A handwritten signature in dark ink, reading "Emanuella João Patricio", written over a horizontal line.

Assinatura do Gerente do Estudo

Referência: BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). Gerência-Geral de Cosméticos. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Brasília, 2004.

APÊNDICE B – Relatório de Conclusão de Estabilidade - Embalagem de Vidro

IDENTIFICAÇÃO DO PRODUTO

Nome do Produto: Gel de Barba

Código da Formulação: 4710

CONDIÇÕES DO ESTUDO

Objetivo: Estudo realizado com o objetivo de determinar o prazo de validade do produto analisado.

Condição: Amostras do produto são armazenadas por um período de três meses em quatro condições ambientais de estresse.

Equipamentos: Estufa para aquecimento, refrigerador, medidor de pH e centrifuga.

Teste Microbiológico: Foi separada uma amostra do produto em frasco estéril antes do período do estudo de estabilidade acelerada, e submetida a análises microbiológicas específicas.

Teste de Centrifugação: Foi separado uma amostra e submetido a centrifuga por um período de 30 minutos a 3000 rotações por minuto.

Test de Triagem: Foram separadas duas amostras em embalagem de vidro e divididas para avaliações organolépticas e físico-química, submetendo-as por 14 dias a ciclos de congelamento e aquecimento, realizando as análises no tempo de T0, T2, T4, T6, T8, T10, T12 e T14, armazenado sob refrigeração de $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e sob aquecimento de $45 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Teste Acelerado: Foram separadas quatro amostras em embalagem de vidro sem verniz e divididas para avaliações organolépticas e físico-química, submetendo-as por um período de três meses distribuídas sob refrigeração de $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$, submetidas ao aquecimento $45 \pm 2^{\circ}\text{C}$., expostas a luz solar e armazenadas em ambiente escuro. Realizando as análises no tempo de T0, T1, T7, T15, T30, T60 e T90.

Avaliação Físico-química: As determinações de pH foram realizadas diretamente no produto utilizando um medidor de pH de bancada.

Avaliações Organolépticas: As avaliações de aspecto e cor foram realizadas através da análise visual das amostras. As avaliações de odor foram realizadas através de análise olfativa das amostras mantidas.

Avaliações de Incompatibilidade de Embalagem: Foram analisadas visualmente observando modificações em nível físico ou químico entre os componentes da formulação e o material de acondicionamento.

Resultados

Tabela 26 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.

Parâmetros avaliados no T0	
Aspecto	Gel de Alta Viscosidade
Cor	Verde Claro
Odor (Fragrância)	Característico da Fragrância Terre
pH	7,11
Densidade	0,99 g/mL
Viscosidade	8910 cP

Período de Avaliação:

Iniciado em 02 março de 2020 e com término em 01 junho de 2020.

Material de Acondicionamento:

Pote de vidro transparente de 100mL.

Análises Físico-químicas do Teste de Triagem:

Tabela 27 – Determinação do pH do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	7,11	7,11
04.03.2020	T2	6,99	7,10
06.03.2020	T4	6,91	7,03
09.03.2020	T6	6,84	6,94
11.03.2020	T8	6,85	6,90
13.03.2020	T10	6,90	6,92
16.03.2020	T12	6,91	6,85
18.03.2020	T14	6,47	6,60

Análises organolépticas do Teste de Triagem:

Tabela 28- Avaliação do Aspecto do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1	1
04.03.2020	T2	1	1
06.03.2020	T4	1	1
09.03.2020	T6	1	1
11.03.2020	T8	1	1

13.03.2020	T10	1	1
16.03.2020	T12	1	1
18.03.2020	T14	1	1

Legenda: 1 – Sem Alteração; 2 – Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo(para o analista); 3 – Modificado separado, precipitado ou turvo (claramente visível); 4 - Irreconhecível.

Tabela 29 - Avaliação da Cor do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1	1
04.03.2020	T2	1	1
06.03.2020	T4	1	1
09.03.2020	T6	1	1
11.03.2020	T8	1	1
13.03.2020	T10	1	1
16.03.2020	T12	1	1
18.03.2020	T14	1	1

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado (para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível.

Tabela 30 - Avaliação do Odor do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1A	1A
04.03.2020	T2	1A	1A
06.03.2020	T4	1A	1A
09.03.2020	T6	1A	1A
11.03.2020	T8	1A	1A
13.03.2020	T10	1A	1A
16.03.2020	T12	1A	1A
18.03.2020	T14	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado(para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível. Intensidade da fragrância: A- Normal, sem alteração, B – perda de intensidade, C – perda de intensidade moderada, D – perda de intensidade notável, E-Irreconhecível.

Tabela 31- Avaliação de Incompatibilidade Química

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1A	1A
04.03.2020	T2	1A	1A
06.03.2020	T4	1A	1A
09.03.2020	T6	1A	1A
11.03.2020	T8	1A	1A
13.03.2020	T10	1A	1A
16.03.2020	T12	1A	1A
18.03.2020	T14	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem alteração; 2 – levemente alterado(para o analista); 3 –

Alterado(claramente visível); 4 – Intensamente alterado; 5-irreconhecível.Intensidade da alteração: A- Normal, sem alteração, B – interação e migração, C – porosidade ao vapor de água, D – transmissão da luz, E-deformação

Análises Físico-químicas do Teste Acelerado.

Tabela 10 – Determinação do pH do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	7,11	7,11	7,11	7,11
03.03.2020	T1	6,88	6,87	6,88	6,89
09.03.2020	T7	6,84	6,77	6,78	6,97
17.03.2020	T15	6,63	6,45	6,60	6,88
01.04.2020	T30	6,54	6,58	6,44	6,67
01.05.2020	T60	6,50	6,55	6,39	6,70
01.06.2020	T90	6,63	6,60	6,40	6,75

Tabela 32 - Determinação da Viscosidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	8910	8910	8910	8910
01.06.2020	T90	8784	7241	7402	8900

Tabela 33 – Determinação da Densidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	0,99	0,99	0,99	0,99
01.06.2020	T90	0,99	1	0,99	0,99

Análises organolépticas do Teste Acelerado:

Tabela 34- Avaliação do Aspecto do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1	1	1	1
03.03.2020	T1	1	1	1	1
09.03.2020	T7	1	1	1	1
17.03.2020	T15	1	1	1	1
01.04.2020	T30	1	1	1	1
01.05.2020	T60	1	1	1	1
01.06.2020	T90	1	1	1	1

Legenda: 1 – Sem Alteração; 2 – Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo(para o

analista); 3 – Modificado separado, precipitado ou turvo (claramente visível); 4 -Irreconhecível.

Tabela 35 - Avaliação da Cor do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1	1	1	1
03.03.2020	T1	1	1	1	1
09.03.2020	T7	1	1	1	1
17.03.2020	T15	1	1	1	1
01.04.2020	T30	1	1	3	1
01.05.2020	T60	1	1	3	1
01.06.2020	T90	1	1	4	1

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado (para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível.

Tabela 36 - Avaliação do Odor do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1A	1A	1A	1A
03.03.2020	T1	1A	1A	1A	1A
09.03.2020	T7	1A	1A	2B	1A
17.03.2020	T15	1A	1A	2B	1A
01.04.2020	T30	1A	1A	2B	1A
01.05.2020	T60	1A	1A	2B	1A
01.06.2020	T90	1A	1A	2B	1A

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado(para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível. Intensidade da fragrância: A- Normal, sem alteração, B – perda de intensidade, C – perda de intensidade moderada, D – perda de intensidade notável, E-Irreconhecível.

Tabela 37- Avaliação de Incompatibilidade Química

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1A	1A	1A	1A
03.03.2020	T1	1A	1A	1A	1A
09.03.2020	T7	1A	1A	1A	1A
17.03.2020	T15	1A	1A	1A	1A
01.04.2020	T30	1A	1A	1A	1A
01.05.2020	T60	1A	1A	1A	1A
01.06.2020	T90	1A	1A	1A	1A

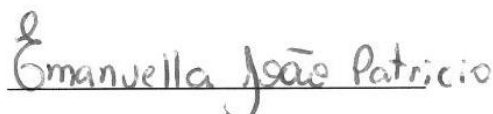
Legenda: 1 – Normal, sem alteração; 2 – levemente alterado(para o analista); 3 – Alterado(claramente visível); 4 – Intensamente alterado; 5-irreconhecível. Intensidade da alteração: A- Normal, sem alteração, B – interação e migração, C – porosidade ao vapor de água, D – transmissão da luz, E-deformação.

CONCLUSÃO

Pode-se concluir que, nas condições usadas no teste, o produto não apresentou variações significativas nos parâmetros avaliados ao longo do estudo, indicando que permanecerá estável por um período estimado de dois anos.

Sugere-se manter o produto em local fresco, arejado e ao abrigo da luz solar.

Gerente do Estudo: Emanuella João Patricio.

A handwritten signature in dark ink, reading "Emanuella João Patricio", written over a horizontal line.

Assinatura do Gerente do Estudo

Referência: BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). Gerência-Geral de Cosméticos. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Brasília, 2004.

APÊNDICE C – Relatório de Conclusão de Estabilidade - Embalagem de Alumínio Envernizada

IDENTIFICAÇÃO DO PRODUTO

Nome do Produto: Gel de Barba

Código da Formulação: 4710

CONDIÇÕES DO ESTUDO

Objetivo: Estudo realizado com o objetivo de determinar o prazo de validade do produto analisado.

Condição: Amostras do produto são armazenadas por um período de três meses em quatro condições ambientais de estresse.

Equipamentos: Estufa para aquecimento, refrigerador, medidor de pH e centrífuga.

Teste Microbiológico: Foi separada uma amostra do produto em frasco estéril antes do período do estudo de estabilidade acelerada, e submetida a análises microbiológicas específicas.

Teste de Centrifugação: Foi separado uma amostra e submetido a centrifuga por um período de 30 minutos a 3000 rotações por minuto.

Test de Triagem: Foram separadas duas amostras em embalagem de alumínio envernizada e divididas para avaliações organolépticas e físico-química, submetendo-as por 14 dias a ciclos de congelamento e aquecimento, realizando as análises no tempo de T0, T2, T4, T6, T8, T10, T12 e T14, armazenado sob refrigeração de $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e sob aquecimento de $45 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Teste Acelerado: Foram separadas quatro amostras em embalagem de vidro sem verniz e divididas para avaliações organolépticas e físico-química, submetendo-as por um período de três meses distribuídas sob refrigeração de $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$, submetidas ao aquecimento $45 \pm 2^{\circ}\text{C}$., expostas a luz solar e armazenadas em ambiente escuro. Realizando as análises no tempo de T0, T1, T7, T15, T30, T60 e T90.

Avaliação Físico-química: As determinações de pH foram realizadas diretamente no produto utilizando um medidor de pH de bancada.

Avaliações Organolépticas: As avaliações de aspecto e cor foram realizadas através da análise visual das amostras. As avaliações de odor foram realizadas através de análise olfativa das amostras mantidas.

Avaliações de Incompatibilidade de Embalagem: Foram analisadas visualmente observando modificações em nível físico ou químico entre os componentes da formulação e o material de acondicionamento.

Resultados

Tabela 38 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.

Parâmetros avaliados no T0	
Aspecto	Gel de Alta Viscosidade
Cor	Verde Claro
Odor (Fragrância)	Característico da Fragrância Terre
pH	7,11
Densidade	0,99 g/mL
Viscosidade	8910 cP

Período de Avaliação:

Iniciado em 02 março de 2020 e com término em 01 junho de 2020.

Material de Acondicionamento:

Bisnaga de Alumínio 99,5% com verniz interno de coloração marrom.

Análises Físico-químicas do Teste de Triagem:

Tabela 39 – Determinação do pH do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	7,11	7,11
04.03.2020	T2	7,05	7,03
06.03.2020	T4	7,00	6,97
09.03.2020	T6	6,80	6,91
11.03.2020	T8	6,63	6,90
13.03.2020	T10	6,70	6,97
16.03.2020	T12	6,81	6,95
18.03.2020	T14	6,40	6,63

Análises organolépticas para o Teste de Triagem:

Tabela 40- Avaliação do Aspecto do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1	1

04.03.2020	T2	1	1
06.03.2020	T4	1	1
09.03.2020	T6	1	1
11.03.2020	T8	1	1
13.03.2020	T10	1	1
16.03.2020	T12	1	1
18.03.2020	T14	1	1

Legenda: 1 – Sem Alteração; 2 – Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo(para o analista); 3 – Modificado separado, precipitado ou turvo (claramente visível); 4 - Irreconhecível.

Tabela 41 - Avaliação da Cor do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1	1
04.03.2020	T2	1	1
06.03.2020	T4	1	1
09.03.2020	T6	1	1
11.03.2020	T8	1	1
13.03.2020	T10	1	1
16.03.2020	T12	1	1
18.03.2020	T14	1	1

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado (para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível.

Tabela 42 - Avaliação do Odor do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1A	1A
04.03.2020	T2	1A	1A
06.03.2020	T4	1A	1A
09.03.2020	T6	1A	1A
11.03.2020	T8	1A	1A
13.03.2020	T10	1A	1A
16.03.2020	T12	1A	1A
18.03.2020	T14	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado(para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível. Intensidade da fragrância: A- Normal, sem alteração, B – perda de intensidade, C – perda de intensidade moderada, D – perda de intensidade notável, E-Irreconhecível.

Tabela 43- Avaliação de Incompatibilidade Química

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1A	1A
04.03.2020	T2	1A	1A
06.03.2020	T4	1A	1A
09.03.2020	T6	1A	1A
11.03.2020	T8	1A	1A

13.03.2020	T10	1A	1A
16.03.2020	T12	1A	1A
18.03.2020	T14	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem alteração; 2 – levemente alterado(para o analista); 3 – Alterado(claramente visível); 4 – Intensamente alterado; 5-irreconhecível.Intensidade da alteração: A- Normal, sem alteração, B – interação e migração, C – porosidade ao vapor de água, D – transmissão da luz, E-deformação

Análises Físico-químicas do Teste Acelerado:

Tabela 44 – Determinação do pH do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	7,11	7,11	7,11	7,11
03.03.2020	T1	6,98	6,96	6,88	7,01
09.03.2020	T7	6,91	6,91	6,62	6,87
17.03.2020	T15	6,48	6,40	6,49	6,70
01.04.2020	T30	6,61	6,80	6,67	7,01
01.05.2020	T60	6,59	6,71	6,73	7,00
01.06.2020	T90	6,40	6,46	6,57	6,69

Tabela 45 - Determinação da Viscosidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	8910	8910	8910	8910
01.06.2020	T90	8900	7029	8003	8853

Tabela 46 – Determinação da Densidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	0,99	0,99	0,99	0,99
01.06.2020	T90	0,99	0,99	0,97	0,99

Análises organolépticas do Teste Acelerado:

Tabela 47- Avaliação do Aspecto do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1	1	1	1
03.03.2020	T1	1	1	1	1
09.03.2020	T7	1	1	1	1
17.03.2020	T15	1	1	1	1

01.04.2020	T30	1	1	1	1
01.05.2020	T60	1	1	1	1
01.06.2020	T90	1	1	1	1

Legenda: 1 – Sem Alteração; 2 – Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo(para o analista); 3 – Modificado separado, precipitado ou turvo (claramente visível); 4 -Irreconhecível.

Tabela 48 - Avaliação da Cor do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1	1	1	1
03.03.2020	T1	1	1	1	1
09.03.2020	T7	1	1	1	1
17.03.2020	T15	1	1	1	1
01.04.2020	T30	1	1	1	1
01.05.2020	T60	1	1	1	1
01.06.2020	T90	1	1	1	1

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado (para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível.

Tabela 49 - Avaliação do Odor do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1A	1A	1A	1A
03.03.2020	T1	1A	1A	1A	1A
09.03.2020	T7	1A	1A	1A	1A
17.03.2020	T15	1A	1A	1A	1A
01.04.2020	T30	1A	1A	1A	1A
01.05.2020	T60	1A	2B	2B	1A
01.06.2020	T90	1A	2C	2B	1A

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado(para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível. Intensidade da fragrância: A- Normal, sem alteração, B – perda de intensidade, C – perda de intensidade moderada, D – perda de intensidade notável, E-Irreconhecível.

Tabela 50- Avaliação de Incompatibilidade Química

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1A	1A	1A	1A
03.03.2020	T1	1A	1A	1A	1A
09.03.2020	T7	1A	1A	1A	1A
17.03.2020	T15	1A	1A	1A	1A
01.04.2020	T30	1A	1A	1A	1A
01.05.2020	T60	1A	1A	1A	1A
01.06.2020	T90	1A	1A	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem alteração; 2 – levemente alterado(para o analista); 3 – Alterado(claramente visível); 4 – Intensamente alterado; 5-irreconhecível. Intensidade da alteração: A- Normal, sem

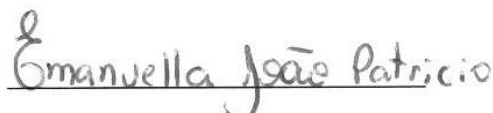
alteração, B – interação e migração, C – porosidade ao vapor de água, D – transmissão da luz, E-
deformação.

CONCLUSÃO

Pode-se concluir que, nas condições usadas no teste, o produto não apresentou variações significativas nos parâmetros avaliados ao longo do estudo, indicando que permanecerá estável por um período estimado de dois anos.

Sugere-se manter o produto em local fresco, arejado e ao abrigo da luz solar.

Gerente do Estudo: Emanuella João Patricio.



Assinatura do Gerente do Estudo

Referência: BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). Gerência-Geral de Cosméticos. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Brasília, 2004.

APÊNDICE D – Relatório de Conclusão de Estabilidade - Embalagem de Alumínio

IDENTIFICAÇÃO DO PRODUTO

Nome do Produto: Gel de Barba

Código da Formulação: 4710

CONDIÇÕES DO ESTUDO

Objetivo: Estudo realizado com o objetivo de determinar o prazo de validade do produto analisado.

Condição: Amostras do produto são armazenadas por um período de três meses em quatro condições ambientais de estresse.

Equipamentos: Estufa para aquecimento, refrigerador, medidor de pH e centrífuga.

Teste Microbiológico: Foi separada uma amostra do produto em frasco estéril antes do período do estudo de estabilidade acelerada, e submetida a análises microbiológicas específicas.

Teste de Centrifugação: Foi separado uma amostra e submetido a centrifuga por um período de 30 minutos a 3000 rotações por minuto.

Test de Triagem: Foram separadas duas amostras em embalagem de alumínio e divididas para avaliações organolépticas e físico-química, submetendo-as por 14 dias a ciclos de congelamento e aquecimento, realizando as análises no tempo de T0, T2, T4, T6, T8, T10, T12 e T14, armazenado sob refrigeração de $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e sob aquecimento de $45 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Teste Acelerado: Foram separadas quatro amostras em embalagem de alumínio sem verniz e divididas para avaliações organolépticas e físico-química, submetendo-as por um período de três meses distribuídas sob refrigeração de $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$, submetidas ao aquecimento $45 \pm 2^{\circ}\text{C}$., expostas a luz solar e armazenadas em ambiente escuro. Realizando as análises no tempo de T0, T1, T7, T15, T30, T60 e T90.

Avaliação Físico-química: As determinações de pH foram realizadas diretamente no produto utilizando um medidor de pH de bancada.

Avaliações Organolépticas: As avaliações de aspecto e cor foram realizadas através da análise visual das amostras. As avaliações de odor foram realizadas através de análise olfativa das amostras mantidas.

Avaliações de Incompatibilidade de Embalagem: Foram analisadas visualmente observando modificações em nível físico ou químico entre os componentes da formulação e o material de acondicionamento.

Resultados

Tabela 51 – Parâmetros Adotados após a Manipulação do produto.

Parâmetros avaliados no T0	
Aspecto	Gel de Alta Viscosidade
Cor	Verde Claro
Odor (Fragrância)	Característico da Fragrância Terre
pH	7,11
Densidade	0,99 g/mL
Viscosidade	8910 cP

Período de Avaliação:

Iniciado em 02 março de 2020 e com término em 01 junho de 2020.

Material de Acondicionamento:

Bisnaga de Alumínio prata sem verniz interno.

Análises Físico-químicas do Teste de Triagem:

Tabela 52 – Determinação do pH do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	7,11	7,11
04.03.2020	T2	7,06	7,00
06.03.2020	T4	7,05	7,08
09.03.2020	T6	7,00	7,03
11.03.2020	T8	6,90	6,90
13.03.2020	T10	6,93	6,95
16.03.2020	T12	6,95	6,99
18.03.2020	T14	6,56	6,65

Análises organolépticas do Teste de Triagem:

Tabela 53- Avaliação do Aspecto do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1	1

04.03.2020	T2	1	1
06.03.2020	T4	1	1
09.03.2020	T6	1	1
11.03.2020	T8	1	1
13.03.2020	T10	1	1
16.03.2020	T12	1	1
18.03.2020	T14	1	1

Legenda: 1 – Sem Alteração; 2 – Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo(para o analista); 3 – Modificado separado, precipitado ou turvo (claramente visível); 4 – Irreconhecível.

Tabela 54 - Avaliação da Cor do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1	1
04.03.2020	T2	1	1
06.03.2020	T4	1	1
09.03.2020	T6	1	1
11.03.2020	T8	1	1
13.03.2020	T10	1	1
16.03.2020	T12	1	1
18.03.2020	T14	1	1

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado (para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível.

Tabela 55 - Avaliação do Odor do Produto

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1A	1A
04.03.2020	T2	1A	1A
06.03.2020	T4	1A	1A
09.03.2020	T6	1A	1A
11.03.2020	T8	1A	1A
13.03.2020	T10	1A	1A
16.03.2020	T12	1A	1A
18.03.2020	T14	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado(para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível. Intensidade da fragrância: A- Normal, sem alteração, B – perda de intensidade, C – perda de intensidade moderada, D – perda de intensidade notável, E-Irreconhecível.

Tabela 56- Avaliação de Incompatibilidade Química

Data	Tempo	Amostra Ciclo	Amostra Padrão
02.03.2020	T0	1A	1A
04.03.2020	T2	1A	1A
06.03.2020	T4	1A	1A
09.03.2020	T6	1A	1A
11.03.2020	T8	1A	1A
13.03.2020	T10	1A	1A

16.03.2020	T12	1A	1A
18.03.2020	T14	1A	1A

Legenda: 1 – Normal, sem alteração; 2 – levemente alterado(para o analista); 3 – Alterado(claramente visível); 4 – Intensamente alterado; 5-irreconhecível.Intensidade da alteração: A- Normal, sem alteração, B – interação e migração, C – porosidade ao vapor de água, D – transmissão da luz, E-deformação

Análises Físico-químicas do Teste Acelerado:

Tabela 57 – Determinação do pH do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	7,11	7,11	7,11	7,11
03.03.2020	T1	6,98	7,24	6,99	6,99
09.03.2020	T7	6,81	7,23	6,93	6,97
17.03.2020	T15	6,39	6,65	6,71	6,61
01.04.2020	T30	6,74	7,27	7,25	7,54
01.05.2020	T60	6,62	6,85	7,26	7,33
01.06.2020	T90	6,70	7,00	7,30	7,34

Tabela 58 - Determinação da Viscosidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	8910	8910	8910	8910
01.06.2020	T90	8239	6155	6927	7524

Tabela 59 – Determinação da Densidade do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	0,99	0,99	0,99	0,99
01.06.2020	T90	0,99	0,97	0,98	0,99

Análises organolépticas do Teste Acelerado:

Tabela 60- Avaliação do Aspecto do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1	1	1	1
03.03.2020	T1	1	1	1	1
09.03.2020	T7	1	1	1	1
17.03.2020	T15	1	1	1	1
01.04.2020	T30	1	1	1	1

01.05.2020	T60	1	1	1	1
01.06.2020	T90	1	1	1	1

Legenda: 1 – Sem Alteração; 2 – Levemente modificado, separado, precipitado ou turvo(para o analista); 3 – Modificado separado, precipitado ou turvo (claramente visível); 4 -Irreconhecível.

Tabela 61 - Avaliação da Cor do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1	1	1	1
03.03.2020	T1	1	1	1	1
09.03.2020	T7	1	2	2	1
17.03.2020	T15	1	3	2	1
01.04.2020	T30	1	3	3	3
01.05.2020	T60	3	4	3	3
01.06.2020	T90	4	4	4	4

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado (para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível.

Tabela 62 - Avaliação do Odor do Produto

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1A	1A	1A	1A
03.03.2020	T1	1A	1A	1A	1A
09.03.2020	T7	1A	1A	1A	1A
17.03.2020	T15	1A	1A	1A	1A
01.04.2020	T30	1A	2B	2B	1A
01.05.2020	T60	2B	2B	2B	1A
01.06.2020	T90	3C	3C	4D	2B

Legenda: 1 – Normal, sem modificação; 2 – levemente modificado(para o analista); 3 – Modificado(claramente visível); 4 – Intensamente modificado; 5-irreconhecível. Intensidade da fragrância: A- Normal, sem alteração, B – perda de intensidade, C – perda de intensidade moderada, D – perda de intensidade notável, E-Irreconhecível.

Tabela 63- Avaliação de Incompatibilidade Química

Data	Tempo (Dias)	Condições do teste			
		Geladeira	45°C	Luz solar	Ambiente Escuro
02.03.2020	T0	1A	1A	1A	1A
03.03.2020	T1	1A	1A	1A	1A
09.03.2020	T7	1A	1A	2B	1A
17.03.2020	T15	1A	2B	2B	1A
01.04.2020	T30	1A	2B	2B	1A
01.05.2020	T60	2B	3B	3B	1A
01.06.2020	T90	3B	5B	4B	2B

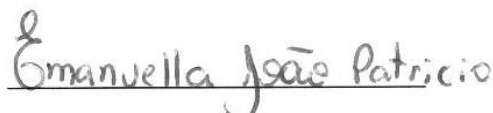
Legenda: 1 – Normal, sem alteração; 2 – levemente alterado(para o analista); 3 – Alterado(claramente visível); 4 – Intensamente alterado; 5-irreconhecível. Intensidade da alteração: A- Normal, sem alteração, B – interação e migração, C – porosidade ao vapor de água, D – transmissão da luz, E-

deformação.

CONCLUSÃO

Pode-se concluir que, nas condições usadas no teste, o produto apresentou variações significativas nos parâmetros avaliados ao longo do estudo, indicando que não permanecerá estável por um período estimado de dois anos.

Gerente do Estudo: Emanuella João Patricio.



Assinatura do Gerente do Estudo

Referência: BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). Gerência-Geral de Cosméticos. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. Brasília, 2004.

APÊNDICE E – Imagens dos Equipamentos Utilizados

Figura 8 – Medidor de pH Kasvi



Figura 9 – Spindorf



Figura 10 – Medidor de pH



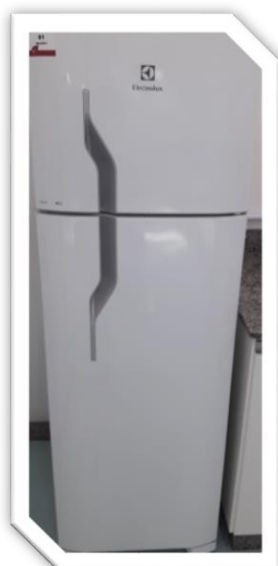
Figura 11 – Balança Analítica Bel



Figura 12 – Balança de Precisão Pizzolo



Figura 13 – Refrigerador Eletrolux Figura 14 – Estufa de Aquecimento Quimis Figura 15 – Viscosímetro Lamy



ANEXOS

ANEXO A – Fatores Extrínsecos e Suas Ocorrências

Tabela 64 – Fatores Extrínsecos e suas Ocorrências.

Fatores	Ocorrência
Tempo	O envelhecimento do produto causa alterações nas características do produto.
Temperatura	Quando elevada é capaz de acelerar as reações ocasionando alterações na viscosidade, aspecto, cor, odor. Quando baixa é capaz de ocasionar turvação, precipitação e cristalização.
Luz e Oxigênio	Na presença desses fatores ocorre a formação de radicais livres desencadeando reações de óxido-redução.
Umidade	Ocasiona um amolecimento, modificando peso ou volume, como também a possibilidade de contaminação microbiológica.
Material de Acondicionamento	O tipo de material pode influenciar na estabilidade.
Microorganismos	Formulações suscetíveis a contaminações apresentando água em sua formulação.
Vibração	Durante o transporte, ocasionando separação de fases, de viscosidade entre outros.

Fonte: BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). Gerência - Geral de Cosméticos. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. 1. Ed. Brasília: ANVISA, 2004. 52p.

ANEXO B – Fatores Intrínsecos e Suas Ocorrências

Tabela 65 – Fatores Intrínsecos e suas ocorrências.

Fatores	Ocorrência	
Incompatibilidade Física	Alterações no aspecto físico da formulação, observando precipitação, separação de fase, cristalização, entre outras.	
Incompatibilidade Química	Potencial Hidrogeniônico	Devem-se compatibilizar três diferentes aspectos: estabilidade dos ingredientes, eficácia e segurança do produto.
	Reações de Óxido Redução	Alterações das atividades das substâncias ativas e das características organolépticas e físicas do produto.
	Reações de Hidrólise	Ocorrem com a presença de água na formulação.
	Interação entre Ingredientes	Reações químicas indesejáveis capazes de alterar ou anular as atividades da formulação.
	Interação entre os Ingredientes e Material de Acondicionamento	Ocasionam modificações a nível físico ou químico entre os componentes do produto e o material de armazenagem.
	Durante o transporte, ocasionando separação de fases, de viscosidade entre outros.	

Fonte: BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa). Gerência - Geral de Cosméticos. **Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos**. 1. Ed. Brasília: ANVISA, 2004. 52p.

ANEXO C – Certificado de Análise Microbiológico do Início de Estabilidade



Página 1 de 1

CERTIFICADO DE ANÁLISE MICROBIOLÓGICO N° 152/20

DADOS DA AMOSTRA			
Identificação da Amostra: Gel para Barba		Data de Coleta: 02/03/2020	
Data de Fabricação: 03/2020		Responsável pela Coleta: Ana Caroline Paes	
Data de Validade: 03/2022		Coleta Conforme POP: POP.LMI.023	
Código da Formulação: 4710			
Início da Análise: 02/03/2020			
Término da Análise: 09/03/2020			
CARACTERÍSTICAS MICROBIOLÓGICAS			
ENSAIO	ESPECIFICAÇÕES	RESULTADOS	MÉTODO
Pesquisa de <i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Ausência em 1 ml	Ausente	FB 5 - 5.5.3.1
Pesquisa de <i>Staphylococcus aureus</i>	Ausência em 1 ml	Ausente	FB 5 - 5.5.3.1
Pesquisa de Coliformes Fecais	Ausência em 1 ml	Ausente	FB 5 - 5.5.3.1
Pesquisa de Coliformes Totais	Ausência em 1 ml	Ausente	FB 5 - 5.5.3.1
Contagem Total de Mesófilos	Máximo 5x10 ³ UFC/ml	<10 UFC/mL	FB 5 - 5.5.3.1
a) Contagem total de Bactérias Aeróbias	Informativo	<10 UFC/mL	FB 5 - 5.5.3.1
b) Contagem total de Fungos e Leveduras	Informativo	<10 UFC/mL	FB 5 - 5.5.3.1
(x) APROVADO () REPROVADO			
Observações:			

FB 5 - Farmacopeia Brasileira 5ª Edição.

Parecer:

A amostra, para o(s) parâmetro(s) analisado(s), está em acordo com os parâmetros microbiológicos estabelecidos pela Resolução ANVISA nº 481, de 23 de setembro de 1999.

Obs: Os resultados constantes neste laudo têm significado restrito à(s) amostra(s) analisada(s). Este Certificado de Ensaio somente poderá ser reproduzido na íntegra e mediante prévia autorização por escrito do emitente.

Morro da Fumaça, 09 de março de 2020.

Maria Júlia Recco Sartor
 Maria Júlia Recco Sartor
 Responsável Técnica
 CRQ 13302749

Agapé Indústria e Comércio de Cosméticos Ltda. - CNPJ: 08.540.561/0001-95 IE: 255.328.559
 Rodovia Genézio Mazzon, nº4,525 - km 4,525 - CEP: 88830-000 - Palladini - Morro da Fumaça/SC
 (48) 3434-5869 / 3443-8471

Fonte: AGAPÉ. Certifica de Análise Microbiológico nº152/20. Laboratório de Microbiologia, 2020.

ANEXO D – Certificado de Análise Microbiológico do Fim de Estabilidade



Página 1 de 1

CERTIFICADO DE ANÁLISE MICROBIOLÓGICO N° 422/20

DADOS DA AMOSTRA			
Identificação da Amostra: Gel para Barba		Data de Coleta: 01/06/2020	
Data de Fabricação: 03/2020		Responsável pela Coleta: Ana Caroline Paes	
Data de Validade: 03/2022		Coleta Conforme POP: POP.LMI.023	
N° da Formulação: 4710			
Início da Análise: 01/06/2020			
Término da Análise: 08/06/2020			
CARACTERÍSTICAS MICROBIOLÓGICAS			
ENSAIO	ESPECIFICAÇÕES	RESULTADOS	MÉTODO
Pesquisa de <i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Ausência em 1 ml	Ausente	FB 5 - 5.5.3.1
Pesquisa de <i>Staphylococcus aureus</i>	Ausência em 1 ml	Ausente	FB 5 - 5.5.3.1
Pesquisa de Coliformes Fecais	Ausência em 1 ml	Ausente	FB 5 - 5.5.3.1
Pesquisa de Coliformes Totais	Ausência em 1 ml	Ausente	FB 5 - 5.5.3.1
Contagem Total de Mesófilos	Máximo 5x10 ³ UFC/ml	1x10 ² UFC/mL	FB 5 - 5.5.3.1
a) Contagem total de Bactérias Aeróbias	Informativo	<10 UFC/mL	FB 5 - 5.5.3.1
b) Contagem total de Fungos e Leveduras	Informativo	1x10 ² UFC/mL	FB 5 - 5.5.3.1
(x) APROVADO		() REPROVADO	
Observações:			

FB 5 - Farmacopeia Brasileira 5ª Edição.

Especificações conforme Resolução ANVISA nº 481, de 23 de setembro de 1999.

Parecer:

A amostra, para o(s) parâmetro(s) analisado(s), está em acordo com os parâmetros microbiológicos estabelecidos pela Resolução ANVISA nº 481, de 23 de setembro de 1999.

Obs: Os resultados constantes neste laudo têm significado restrito à(s) amostra(s) analisada(s). Este Certificado de Ensaio somente poderá ser reproduzido na íntegra e mediante prévia autorização por escrito do emitente.

Morro da Fumaça, 08 de junho de 2020.

Maria Júlia Recco Sartor
 Maria Júlia Recco Sartor
 Responsável Técnica
 CRQ 13302749

Agapé Indústria e Comércio de Cosméticos Ltda. - CNPJ: 08.540.561/0001-95 I.E.: 255.328.559
 Rodovia Genézio Mazzon, nº4.525 - km 4,525 - CEP: 88830-000 - Palladini - Morro da Fumaça/SC
 (48) 3434-5869 / 3443-8471

Fonte: AGAPÉ. Certifica de Análise Microbiológico nº152/20. Laboratório de Microbiologia, 2020.

ANEXO E – Literatura do Polímero Utilizado



CARBÔMERO ET 2020

INCI Name: Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer

No CAS: 176429-87-1

Fórmula: S.D

Peso Molecular: S.D

PROPRIEDADES

O carbômero ET 2020 é um copolímero ácido poliacrílico com *crosslink* "fácil de dispersar" processado num sistema de co-solvente.

Ele possui uma eficiência de espessamento e uma capacidade de suspensão excelente, fluxo viscoso longo e claridade brilhante nos sistemas de géis, embora tenha propriedades parecidas ao carbômero 1342 e o 1382, ele foi feito especificamente para promover dispersões em água que são menos suscetíveis à formação de grumos e mais fáceis manusear no processamento por ter uma viscosidade de dispersão mais baixa anterior à neutralização.

Ao entrar em contato com a água, o pó se molha rapidamente. Ao neutralizar a solução aquosa do polímero, as partículas se espessam imediatamente, formando um gel viscoso e transparente; em alguns casos, a aparência de mucilagem se modifica gradualmente durante um período de aproximadamente 1 a 2 horas, até que ocorra a completa hidratação do polímero e o gel atinja o máximo de eficiência espessante e de transparência. Pode ser usado em produtos para os cuidados com a pele e cabelos, como agente suspensor, estabilizante de emulsões ou gelificante.

Seu grande diferencial é a capacidade de espessar sistemas surfactantes iônicos e de manter partículas em suspensão nesses sistemas. Ao contrário do que ocorre com a maioria dos carbômeros, esse produto é compatível nesses sistemas e permite a obtenção de shampoos e sabonetes em gel de alta viscosidade e capazes de manter em suspensão permanente diversos tipos de princípios ativos, inclusive agentes anti caspa insolúveis,

INDICAÇÃO

Concentração de Uso: 0,5 a 2%, dispersível em água, e o pH da formulação deverá ficar próximo à neutralidade.

Géis fixadores capilares; Géis com esfoliantes físicos; Cremes e loções corporais; Shampoos anti caspa e para todos os tipos de cabelos; Sabonetes em gel/esfoliantes

ARMAZENAMENTO

Acondicionar em recipiente hermético, ao abrigo da umidade, do calor e da luz solar direta.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Informe técnico do fabricante (Lubrizol).

Av. Dr Gentil de Moura, 194 CEP 04278 080 Ipiranga São Paulo SP Tel/Fax 55 (11) 5061.5282
mapric@mapric.com.br www.mapric.com.br

Fonte: MAPRIC. CARBOMERO ET 2020. Disponível em: <mapric.com.br/pdf/Boletim990_17032016-10h01.pdf>. Acesso em: 01 abr. de 2020.

ANEXO F – Especificação Técnica da Embalagem de Vidro

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	ET-MAE-7355 VERSÃO Nº 01	DATA: 20/04/2018
		Homologação: 15/11/2017	
		TIPO: Especificação	
		Pág: 1/1	
ELABORADO POR: Barbara Cardoso Fermiano		APROVADO POR: Maria Júlia Recco Sartor	
		ATUALIZADO POR: Barbara Cardoso Fermiano	

RB - FRASCO DE VIDRO PARA TESTE 100ML C/ TAMPA

REQUISITOS	PROCEDIMENTO	ESPECIFICAÇÃO
Cor	POP-CQA-017	Incolor, translúcido
Rosca do gargalo	POP-CQA-017	Sem rebarbas e sem trincados
Fissura/ rasgo/ lascado	POP-CQA-017	Ausentes
Sujidades e deformações	POP-CQA-017	Ausentes
Rebarba cortante	POP-CQA-017	Ausentes
Bolhas	POP-CQA-017	Ausentes
Altura total	POP-CQA-017	99,40 – 101,00 mm
Diâmetro da boca	POP-CQA-017	55,40 – 55,90 mm
Diâmetro da rosca	POP-CQA-017	58,70 – 59,20 mm
Peso	POP-CQA-017	137,00 – 143,00 g

OUTRAS INFORMAÇÕES

Amostragem	Conforme POP-CQA-018			
Classificação de Defeitos (NQA)	Crítico 0,04	Grave 0,65	Tolerável 1,5	Aparência 4,0 6,5
Material/ Cor	Vidro transparente			
Acondicionamento	Embalagem: Caixa de papelão com divisórias.			
	Identificação: etiqueta com nome do fornecedor, nome e código do insumo, número da nota fiscal, quantidade, data de fabricação e validade.			
Laudo de Análise	Todas as entregas devem vir acompanhadas de laudos de análise do respectivo lote.			
Armazenamento	Em pallets, em ambiente fechado, ao abrigo de luz, calor e umidade			

HISTÓRICO

Emissão	Versão	Descrição das principais alterações
08/08/2018	00	Liberação inicial do documento

Fonte: AGAPÉ. Especificação Técnica: ET-MAE-7355. Laboratório de Controle de Qualidade, 2020.

ANEXO G – Especificação Técnica da Embalagem de Alumínio Envernizada

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	ET-MAE-7289
		VERSÃO Nº 01 DATA: 20/04/2018
		Homologação: 15/11/2017
TIPO: Especificação		Pág: 1/1
ELABORADO POR: Barbara Cardoso Fermiano	APROVADO POR: Maria Júlia Recco Sartor	ATUALIZADO POR: Barbara Cardoso Fermiano

KLEY COD. 30011 - BISNAGA

REQUISITOS	PROCEDIMENTO	ESPECIFICAÇÃO
Texto	POP-CQA-017	Conforme fotolito vigente anexo à especificação
Impressão e Cor	POP-CQA-017	Conforme arte da versão correspondente
Versão do fotolito	POP-CQA-017	010218
Verniz Interno	POP-CQA-017	Presente na bisnaga, coloração marrom
Vedante	POP-CQA-017	Presente na bisnaga, coloração branca
Lacre do Bico	POP-CQA-017	Presente no bico da bisnaga
Sujidades e deformações	POP-CQA-017	Ausentes
Cor da tampa	POP-CQA-017	Branca
Diâmetro do corpo	POP-CQA-017	27,80 – 28,10 mm
Altura do corpo	POP-CQA-017	144,50 – 145,50 mm

Amostragem	Conforme POP-CQA-018			
Classificação de Defeitos (NQA)	Crítico 1,0	Grave 2,5	Tolerável 4,0	Aparência 6,5
Material/ Cor	Alumínio 99,5% - em três cores			
Acondicionamento	Embalagem: Pallets strechados a fim de manter o “pack” de plástico, intacto, limpo.			
	Identificação: etiqueta com nome do fornecedor, nome e código do insumo, lote, número da nota fiscal, quantidade, data de fabricação e validade e nome do cliente.			
Laudo de Análise	Todas as entregas devem vir acompanhadas de laudos de análise do respectivo lote.			
Armazenamento	Em pallets, em ambiente fechado, ao abrigo de luz, calor e umidade			

HISTÓRICO

Emissão	Versão	Descrição das principais alterações
14/03/2019	00	Liberação inicial do documento

Fonte: AGAPÉ. Especificação Técnica: ET-MAE-7289. Laboratório de Controle de Qualidade, 2020.

ANEXO H – Especificação Técnica da Embalagem de Alumínio Sem Verniz

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	ET-MAE-6778 VERSÃO Nº 01 DATA: 20/04/2018
		Homologação: 15/11/2017
TIPO: Especificação		Pág: 1/1
ELABORADO POR: Barbara Cardoso Fermiano	APROVADO POR: Maria Júlia Recco Sartor	ATUALIZADO POR: Barbara Cardoso Fermiano

BISNAGA DE ALUMINIO GEL DE BARBA

REQUISITOS	PROCEDIMENTO	ESPECIFICAÇÃO
Texto	POP-CQA-017	Conforme fotolito vigente
Impressão e Cor	POP-CQA-017	Conforme arte da versão correspondente
Verniz Interno	POP-CQA-017	Sem verniz
Sujidades e deformações	POP-CQA-017	Ausentes
Cor da tampa	POP-CQA-017	Preta
Vazamento	POP-CQA-017	Sem Vazamento
Diâmetro do corpo	POP-CQA-017	34,00 – 36,00 mm
Diâmetro da tampa	POP-CQA-017	19,80 – 20,80 mm
Altura do corpo	POP-CQA-017	176,00 – 178,00 mm
Peso da bisnaga + tampa	POP-CQA-017	13,00 – 15,00 g

Amostragem	Conforme POP-CQA-018			
Classificação de Defeitos (NQA)	Crítico 1,0	Grave 2,5	Tolerável 4,0	Aparência 6,5
Material	Bisnaga de alumínio prata			
Acondicionamento	Embalagem: Pallets			
	Identificação: etiqueta com nome do fornecedor, nome e código do insumo, lote, número da nota fiscal, quantidade, data de fabricação e validade e nome do cliente.			
Laudo de Análise	Todas as entregas devem vir acompanhadas de laudos de análise do respectivo lote.			
Armazenamento	Em pallets, em ambiente fechado, ao abrigo de luz, calor e umidade			

HISTÓRICO

Emissão	Versão	Descrição das principais alterações
26/11/2018	00	Liberação inicial do documento

Fonte: AGAPÉ. Especificação Técnica: ET-MAE-6778. Laboratório de Controle de Qualidade, 2020.

ANEXO I – Especificação Técnica da Embalagem Plástica

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	ET-MAE-1911 VERSÃO Nº 00 DATA:
		Homologação: 04/06/2018
TIPO: Especificação		Pág: 1/1
ELABORADO POR: Barbara Cardoso Fermiano	APROVADO POR: Maria Júlia Recco Sartor	ATUALIZADO POR:

POTE BRANCO C/ TAMPA PARA AMOSTRAS 50ML

REQUISITOS	PROCEDIMENTO	ESPECIFICAÇÃO
Cor	POP-CQA-017	Branco
Sujidades e deformações	POP-CQA-017	Ausentes
Rebarbas	POP-CQA-017	Ausente no orifício do gargalo
Diâmetro do corpo	POP-CQA-017	46,00 – 48,00 mm
Diâmetro da tampa	POP-CQA-017	43,00 – 45,00 mm
Altura do corpo	POP-CQA-017	46,00 – 48,00 mm
Altura da tampa	POP-CQA-017	8,00 – 10,00 mm
Peso frasco	POP-CQA-017	4,5 – 6,5 g
Peso tampa	POP-CQA-017	2,0 – 4,0 g

Amostragem	Conforme POP-CQA-018			
Classificação de Defeitos (NQA)	Crítico 1,0	Grave 2,5	Tolerável 4,0	Aparência 6,5
Material/ Cor	Frasco - Polipropileno homopolímero de sopro peso Tampa - Polipropileno randômico de injeção			
Acondicionamento	Embalagem: Sacos plásticos.			
	Identificação: etiqueta com nome do fornecedor, nome e código do insumo, número da nota fiscal, quantidade, data de fabricação e validade.			
Laudo de Análise	Todas as entregas devem vir acompanhadas de laudos de análise do respectivo lote.			
Armazenamento	Em pallets, em ambiente fechado, ao abrigo de luz, calor e umidade			

HISTÓRICO

Emissão	Versão	Descrição das principais alterações
05/06/2018	00	Liberação inicial do documento

Fonte: AGAPÉ. Especificação Técnica: ET-MAE-1911. Laboratório de Controle de Qualidade, 2020.