

Capítulo 3

AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE COMPOSIÇÕES AROMÁTICAS – REVISÃO E APLICAÇÃO PRÁTICA

Resumo

O desenvolvimento de produtos cosméticos tem aumentado nos últimos anos. O crescimento deste setor fez com que houvesse a necessidade de rigoroso controle da qualidade dos produtos cosméticos, que elevou sua excelência. A valorização de um produto é destacada, inicialmente, em relação à sua aparência, mas tem sua aprovação no mercado, principalmente, em função da segurança e eficácia quando do seu uso. Portanto, o estudo de estabilidade dentro do contexto de avaliação da qualidade do produto, torna-se primordial para garantir a integridade das propriedades físicas, químicas e olfativas, dentre outras, durante seu prazo de validade. Nesta pesquisa, amostras de composições aromáticas foram submetidas ao Teste Estabilidade Normal, nas condições de geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C), ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C) e estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C), com avaliações no períodos de 15, 30, 60 e 90 dias. As análises foram comparadas com uma amostra da composição aromática fresca macerada por 48h, na qual foram avaliados: características organolépticas, valor de pH e o sensorial olfativo da fragrância/composição aromática. Os resultados demonstraram que na condição de temperatura elevada ($45,0 \pm 2,0$ °C), na qual ocorre a aceleração dos processos oxidativos dos componentes da fragrância, a preparação cosmética Ciclo 1910[®] foi a escolhida por apresentar resultados satisfatórios e olfativamente mais aceitáveis comercialmente, nos quesitos de avaliação sensorial olfativa de característica e intensidade de perfume.

Palavras-Chave: teste de estabilidade, composição aromática, perfume, avaliação olfativa

1. Introdução

A ciência cosmética, movida pela exigência dos consumidores cada vez mais preocupados com a aparência, têm se desenvolvido em larga escala nos últimos anos. O crescimento deste setor fez com que houvesse a necessidade de rigoroso controle da qualidade dos produtos cosméticos, que estão disponibilizados no mercado. A valorização de um produto é destacada, inicialmente, em relação à aparência, mas tem sua aprovação no mercado, principalmente, em função da segurança e de sua eficácia quanto ao uso.

No desenvolvimento de produto cosmético, a realização do estudo da estabilidade é de suma importância, pois avalia o período de tempo em que o produto mantém suas propriedades físicas, químicas, microbiológicas e toxicológicas, dentro de limites previamente estabelecidos. Neste tipo de estudo, amostras das formulações são avaliadas após serem submetidas sob determinadas condições de temperatura, umidade e luminosidade, que podem acelerar a velocidade de degradação química de princípios ativos e de alterações físicas e físico-químicas da forma cosmética e, conseqüentemente, interferir na qualidade microbiológica e toxicológica (MAIA, 2002; ANVISA, 2004).

O estudo de estabilidade fornece indicações sobre o comportamento da formulação em determinado intervalo de tempo, frente a diferentes condições ambientais a que possa ser submetido, desde a fabricação até o término da validade (ANVISA, 2004).

Segundo monografia da *International Federation of Societies of Cosmetic Chemists* – IFSCC, o teste de estabilidade é considerado um procedimento preditivo, baseado em dados obtidos de formulações armazenadas em condições que visam acelerar alterações passíveis de ocorrer nas condições reais de mercado. Como em todo procedimento preditivo os resultados não são absolutos, mas têm probabilidade de sucesso (ANVISA, 2004).

No processo de avaliação da estabilidade de composições aromáticas em preparações cosméticas deve-se ter o conhecimento das propriedades físicas dos ingredientes da fragrância, bem como, das propriedades físicas e físico-químicas importantes dos componentes utilizados na formulação, escolhendo as matérias-

primas com propriedades compatíveis entre si, e com a forma cosmética e material de acondicionamento para o produto. Deve ser considerada que a característica do odor, avaliação olfativa normalmente avaliada como um atributo simples no caso de composições aromáticas torna-se o principal parâmetro a ser analisado, considerando-se, separadamente, a avaliação dos atributos *característica* e *intensidade de perfume*, que determinarão a integridade da composição durante a estabilidade (BUCCELLATO & BUCCELLATO, 2003).

1.1 Composição aromática

A história da perfumaria se confunde com a própria história do mundo. As fragrâncias sempre representaram refinamento e requinte em várias culturas e sociedades. Os perfumes foram muito usados pelos povos antigos. Da China ao Egito e da Pérsia a Roma, as pessoas se perfumam em exagero, usando fragrâncias nos cabelos, roupas, banhos, escravos favoritos e cavalos. O perfume fez parte também da ciência médica, sendo usado por monges, doutores e homens esclarecidos, como indica o Livro Assírio das Ervas, datado do segundo milênio antes de Cristo. Os avanços na área de higiene também “andaram de mãos dadas” com o desenvolvimento das fragrâncias (GIVAUDAN, 2002; SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005).

Em perfumaria, podemos utilizar inúmeras matérias-primas, em média 2000 a 3000 matérias-primas diferentes, classificadas como naturais (provenientes da natureza: elementos vegetais ou animais) ou sintéticas (produzidas artificialmente). Para melhor compreensão, o universo de matérias-primas pode ser dividido em 13 grupos olfativos: herbal, aldeídico, verde, frutal, floral, especiaria, madeira, couro, animal, musk, âmbar e vanila (PINOTTI, 2000).

Um perfume pode ser definido como sendo uma dispersão hidroalcoólica contendo de 12 a 30% de óleos essenciais ou fragrâncias, dispersos homogeneamente. A fragrância é o resultado da mistura de diversas matérias-primas, elaborada por meio do conhecimento dos grupos químicos e de suas reações ou interações, juntamente com a habilidade do perfumista em fazer seu

balanceamento na composição com intuito de criar um produto cosmético que agrade ao usuário e atenda suas expectativas (GIVAUDAN, 2002).

A estrutura de uma fragrância é formada por 3 partes: *notas de cabeça*, *de corpo* e *de fundo*, fundamentadas nas características de volatilidade das matérias-primas, do valor odoríferos dessas, que compõem a fragrância e podem ser definidas segundo PINOTTI, 2000:

Notas de Cabeça: é a primeira impressão do odor que se tem da fragrância (quando se abre o frasco do produto ou se aplica o perfume na pele), caracterizada pelos componentes mais voláteis. Na pele, as *notas de cabeça* permanecem até 15 minutos após a aplicação do perfume. Exemplo: matérias-primas cítricas, verdes, florais, frutais.

Notas de Corpo: representa o “coração” da fragrância. Constitui o tema principal e determina o caráter da fragrância. É formada por componentes de volatilidade intermediária. Tem duração de 15 minutos até 4h e será, essencialmente, responsável pelo “reconhecimento” do perfume, como se fosse sua “assinatura”, pois são as notas de maior percepção pelo usuário da fragrância, e por quem se aproxima dela. Exemplo: matérias-primas florais, especiarias, aldeídos.

Notas de Fundo: representa a etapa final da fragrância. Envolve as porções residuais do perfume, sendo formada por componentes de baixa volatilidade e alta massa molar, considerados popularmente e erroneamente de “fixadores”. As notas de fundo aparecem depois que as notas de cabeça se evaporaram e as notas de corpo não estão quase presentes. Possui duração entre 4 e 8h. Exemplo: matérias-primas como madeiras, âmbar, musk.

No ramo da perfumaria, para que um fabricante tenha garantia de sucesso ao lançar um produto no mercado de qualidade elevada, e com grandes chances de aceitação pelo consumidor, é fundamental a análise e o monitoramento das seguintes características sensoriais do perfume:

- agradabilidade do odor da fragrância, que é uma das formas de medir o grau de aceitabilidade do produto pelo consumidor;
- intensidade, grau de percepção do odor pelo usuário, ou seja, se ele é “fraco”, “moderado”, “forte”, etc.;

- substantividade, permanência residual da fragrância em um material (pele ou fita olfativa – tira de papel tipo vergê para avaliação da fragrância), no qual foi aplicada, ou seja, tempo que a fragrância permanece neste material;

Segundo Schudel & Quellet, 2004, a substantividade está relacionada com a percepção da fragrância e a interação com o local de aplicação. Três fatores importantes interferem nesta variável:

- valor odorífero dos componentes da fragrância (pressão de vapor dividido pelo *threshold*); entende-se *threshold* como concentração mínima perceptível
- composição do substrato onde foi aplicado;
- pressão de vapor da composição da fragrância;
- *threshold* dos componentes da fragrância
- efeito de partição da fragrância (interação perfume-substrato).

1.2 Estudo de estabilidade

A adição de composições aromáticas/fragrâncias em produtos de cuidado pessoal pode apresentar uma variedade de problemas, tais como: incompatibilidades entre os componentes e também com o material de acondicionamento de composição aromática/fragrância; alterações de cor, causando amarelamento da formulação; e diminuição da solubilidade dos componentes, ocasionando sua separação da solução. O estudo de estabilidade fornece indicações sobre o comportamento do produto, em determinado intervalo de tempo, frente às condições ambientais diferentes (temperatura baixa, ambiente e elevada) a que possa ser submetido, considerando o material de acondicionamento, desde a fabricação até o término do prazo de validade (RIBEIRO, 2001; RIBEIRO *et al.*, 1996; WITTERN *et al.*, 1985 in MAIA, 2002; ANVISA, 2004).

As composições aromáticas são formadas por matérias-primas contendo grupos funcionais como cetonas, aldeídos, ésteres, amidas e alquenos e a realização do teste de estabilidade, nestas preparações, é importante na determinação de sua

integridade na formulação e compatibilidade com os demais componentes e materiais de acondicionamento (SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005).

Tanto a formulação quanto a composição aromática/fragrância podem ser afetados durante os estudos de estabilidade e, um dos problemas enfrentados pelos formuladores, é a mudança de aparência do produto devido às fragrâncias utilizadas, fazendo com que o produto muitas vezes apresente alterações das características organolépticas (aspecto, cor e odor), valores de viscosidade e de pH. O teste deve considerar as condições de armazenamento sob condições de temperatura baixa ($4,0 \pm 2,0$ °C), ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C) e elevada ($45,0 \pm 2,0$ °C), verificando a influência da radiação ultravioleta na preparação. O aumento da temperatura no armazenamento da formulação pode desencadear reações químicas que poderão alterar, dentre as diversas características analisadas, o odor, pois o calor pode acelera a quantidade de fragrância perdida, devido à volatilidade dos componentes. A exposição à luz também pode exercer efeito negativo sobre a estabilidade da fragrância, fazendo com que a formulação fique amarelada ou apresente odor desagradável, muitas vezes caracterizado como “rancificado” (SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005).

Outro fator que interfere na estabilidade do perfume na formulação envolve o material de acondicionamento. Considerando que o plástico é comumente usado para o acondicionamento de produtos cosméticos, pode ocorrer a migração de alguns componentes da fragrância/composição aromática para este material, alterando o odor. Por isso, também é importante avaliar a estabilidade do produto incorporado da composição aromática na sua embalagem final e durante todo o prazo de validade (teste de prateleira) (SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005; ANVISA, 2004).

Existem muitos problemas de incompatibilidade das fragrâncias com a preparação cosmética, pois estas envolvem, principalmente, compostos oleosos e, a maioria das formulações possui água em sua composição, como os géis ou as emulsões. Felizmente, grande parte dos cosméticos contém tensoativos que solubilizam estes compostos, de modo que as fragrâncias, muitas vezes, podem ser

incorporadas diretamente na formulação, com a dispersão prévia em tensoativos, sem ocorrer problemas de instabilidade (SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005).

Igualmente, formulações simples, como fragrâncias em álcool etílico, no caso de colônias, podem produzir alterações assim que são misturadas. Aldeídos (exemplo: hidroxiacetal) transformam-se em acetatos (exemplo: dietil acetal) e sua presença pode ser identificada analiticamente. Um exemplo clássico é o hidroxicitronelal (**Figura 1**), quando incorporado em álcool denaturado usado em perfume, mantido sob radiação UV e no escuro, as duas formulações, ao serem analisadas por cromatografia gasosa, indicaram a formação da molécula do dietil-acetal, após 24h, e o processo continuou por até uma semana (BUCCELLATO & BUCCELLATO, 2003).

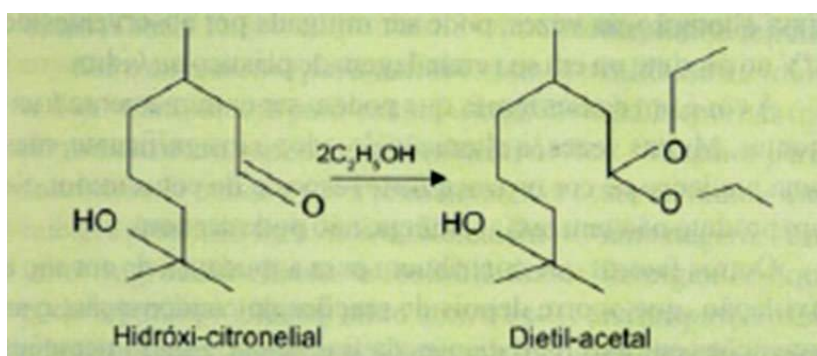


Figura 1. Transformação de aldeído em acetal (BUCCELLATO & BUCCELLATO, 2003).

Para as formulações com elevada proporção de água, deve-se considerar que os componentes da fragrância são lipossolúveis, e principalmente possuem ingredientes como terpenos e sesquiterpeno e outros aromáticos, cíclicos e policíclicos, que são insolúveis em qualquer tipo de sistema aquoso (BUCCELLATO & BUCCELLATO, 2003).

Os testes de estabilidade em preparações cosméticas são importantes para garantir sua qualidade, fornecendo informações confiáveis que auxiliam na determinação do prazo de validade do produto desenvolvido. São necessários, também, para orientar no desenvolvimento de fórmulas, selecionar matérias-primas e materiais para acondicionamento (RIBEIRO, 2001; RIBEIRO *et al.*, 1996; WITTERN *et al.*, 1985 in MAIA, 2002; ANVISA, 2004).

Dentre os fatores que influenciam a estabilidade do produto temos os *extrínsecos* ou externos à formulação, tais como: tempo, temperatura, luz, umidade, oxigênio e vibração e os *intrínsecos* ou relacionados à própria natureza das formulações, como interações entre os componentes da fórmula e até com o material de acondicionamento, que podem interferir na estabilidade do produto. As alterações podem ser de aspecto, cor e odor, valor de pH, densidade e de viscosidade, teor de componentes e de conservantes, dentre outros (RIBEIRO, 2001; VELASCO-DE-PAOLA, 2001; RIBEIRO *et al.*, 1996 in MAIA, 2002).

A alteração de cor pode vir da fragrância, mas não é a única fonte. Pode ser causada pela instabilidade do corante, pela interação de fragrância com este e alterações induzidas pela luz, além de interações do veículo e da fragrância com o material de acondicionamento. Outros fatores que contribuem para a mudança de cor envolvem processos de oxidação, que ocorrem depois de reações de condensação, e as interações entre os ingredientes da fragrância, que podem ser catalisadas por traços de ferro ou outros materiais, como partículas com cargas elétricas positivas ou negativas que vêm da água, ou dos tachos de mistura ou, até, nos próprios componentes (BUCCELLATO & BUCCELLATO, 2003).

O pH é um fator limitante e um marcador para as reações que possam ocorrer em formulações avaliadas durante o teste de estabilidade. O pH básico (maior que 8,0), para as fragrâncias pode causar hidrólise de ésteres, como exemplo, o desvio do equilíbrio, em meio básico, faz com que o éster acetato de benzila seja hidrolisado, formando o álcool benzílico (**Figura 2**).

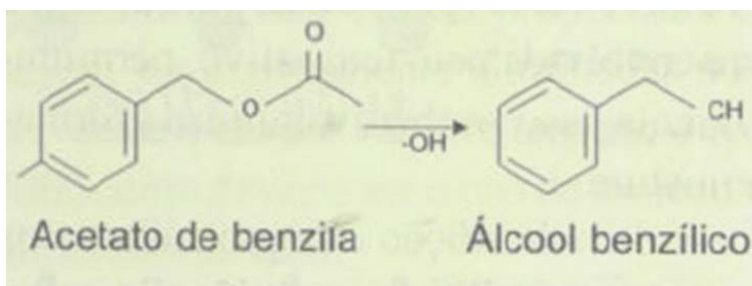


Figura 2. Desvio do equilíbrio e hidrólise de um éster (BUCCELLATO & BUCCELLATO, 2003).

As fragrâncias possuem inúmeras moléculas com estrutura de terpenos insaturados, propensos a passar por processos de oxidação em meio alcalino. Outra classe de produtos químicos instáveis são as lactonas, que tendem a abrir o anel hidróxiácido do qual foram geradas originalmente (**Figura 3**). Esta alteração química gera um odor desagradável ao produto, com a formação do ácido 6-hidróxi-hexônico (BUCCELLATO & BUCCELLATO, 2003).

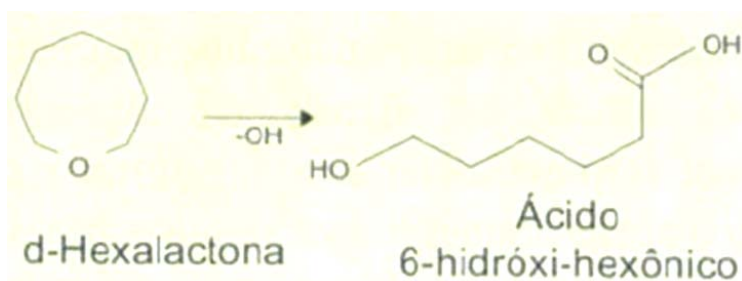


Figura 3. Hidrólise de uma lactona (BUCCELLATO & BUCCELLATO, 2003).

Outro fato a ser considerado é a formação da base de *Schiff*, muito utilizada no ramo da perfumaria para formação de alguns compostos, por exemplo, *aurantiol*. É formada pela combinação de um aldeído, por exemplo, *hidroxicitronelal*, *lilial*, *hedional* e o *cantoxal*, e uma amina (-NH₂) com *metil antranilato*. Desta reação de condensação se produz água. No caso do *aurantiol*, ocorre a condensação do *hidroxicitronelal* e *metil antranilato*, conforme ilustrado na **Figura 4** (CALKIN & JELLINEK, 1994).

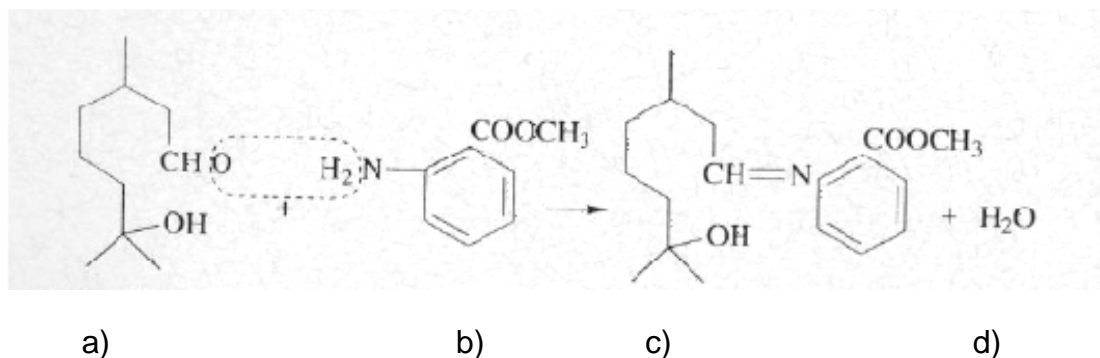


Figura 4. Formação da base *Schiff* *aurantiol* pela reação de condensação de *hidroxicitronelal* e *metil antranilato* (CALKIN & JELLINEK, 1994).

Legenda: a) *Hidroxicitronelal*; b) *metil antranilato*; c) base *Schiff* *aurantiol*; d) água.

Um dos problemas no desenvolvimento da base de *Schiff*, durante o estudo de estabilidade da fragrância, é a produção de coloração amarelada ou alaranjada na formulação, que se intensifica com o tempo de armazenamento, interferindo nas suas características físico-químicas de qualidade. A diluição dos reagentes em dipropilenoglicol minimiza o problema da formação da base de *Schiff* (CALKIN & JELLINEK, 1994).

O teste de estabilidade pode ser dividido em etapas: *Teste de Estabilidade Preliminar, Acelerada e Normal e Estudo de Longa Duração*.

Os *Testes de Estabilidade Preliminar e Acelerada* são realizados na fase de desenvolvimento do produto, auxiliando a escolha das matérias-primas apropriadas para a formulação e aquelas de melhor desempenho nas condições avaliadas, apresentando duração aproximada de 1 a 2 semanas, respectivamente. É considerado como teste de curta duração e orientativo, na seleção das formulações que mais resistem às condições utilizadas no teste. Emprega condições extremas de temperaturas, como 40 a 50 °C ou *freezer* (-5 a -10 °C), com o objetivo de acelerar possíveis reações entre seus componentes e o surgimento de sinais, que devem ser observados e analisados conforme as características de cada tipo de formulação. Utiliza-se vidro inerte, como material de acondicionamento (ANVISA, 2004).

O *Teste de Estabilidade Normal* também é realizado na fase de desenvolvimento do produto sendo o vidro o material de acondicionamento utilizado, e tem duração de 90 a 180 dias, e, geralmente, apresenta condições menos extremas (45,0 ± 2,0 °C e 22 ± 2,0 °C) do que aquelas aplicadas nas demais etapas do teste e serve como orientativo para estipular o prazo de validade (preditivo). O *Teste de Longa Duração (Prateleira)* é utilizado para avaliar o comportamento do produto, durante o seu armazenamento, no material de acondicionamento definitivo, sendo complementar ao *Teste de Estabilidade Normal*, e pode ser realizado em paralelo a este, tem duração média do prazo de validade estimado confirmando ou não este tempo, previamente estabelecido no *Teste de Estabilidade Normal* (RIBEIRO, 2001).

Os ensaios mais comumente utilizados para avaliar a estabilidade de um produto envolvem: características organolépticas (aspecto, cor e odor); valor de pH e de

viscosidade; teor de água, princípios ativos; e contagem microbiana com pesquisa de patogênicos (CLARO JR., 2001).

As condições de armazenamento das amostras, de acordo com a necessidade, disponibilidade e tipos de produtos a serem analisados, envolvem: temperatura ambiente (23,0 a 25,0 °C); elevada (40,0 a 50,0 °C); baixa temperatura (5,0 °C – geladeira); exposição à luz; temperaturas alternadas (estufa: 40,0 a 50,0 °C, freezer: -5 a -10 °C e gradiente de temperatura) (RIBEIRO, 2001; D'LEON, 2001; RIBEIRO *et al.*, 1996; WITTERN, 1985 in MAIA, 2002; ANVISA, 2004).

No *Teste de Estabilidade* praticado na avaliação da composição aromática na área de perfumaria, os produtos são armazenados nas seguintes condições: 0 a 4,0 °C; 20,0 ou 25,0; e 37,0 °C ou 40,0 °C por 12 semanas (90 dias ou 3 meses), como o mínimo de condições avaliadas. O armazenamento das amostras a 45,0 ou 50,0 °C também pode ser empregado, exceto para aerossóis, pelo risco de explosão. Caso seja necessária a obtenção de resultados em curto período de tempo, pode ser realizado por quatro semanas a 50,0 °C, mas os sinais de instabilidades devem ser considerados como precaução, particularmente se as amostras ainda estiverem em condições satisfatórias às temperaturas de 37,0 ou 40,0 °C, pois as reações químicas que podem ocorrer a 50,0 °C, não necessariamente não ocorreriam a 37,0 °C ou à temperatura ambiente (BEERLING, 2006).

Os testes de estabilidade são procedimentos preditivos baseados em dados obtidos para produtos armazenados sob condições, nas quais se acredita que acelerem mudanças que possam vir a ocorrer em condições de mercado. Como todo procedimento preditivo, os resultados não são absolutos, mas têm probabilidade de sucesso. Essa probabilidade aumenta quando as condições do teste se aproximam daquela de mercado e quando a duração do teste é mais longa (RIBEIRO, 2001; D'LEON, 2001; KHURY, 2001 in MAIA, 2002, ANVISA, 2004).

2. Objetivo

Determinar a formulação mais estável para o estudo clínico em relação ao aspecto, avaliação olfativa, cor e valor de pH

3. Material e métodos

3.1 Material

3.1.1 Solvente

- Álcool etílico desodorizado e neutro 80°GL, grau de pureza analítico, produto comercializado pela Usina Ester.

3.1.2 Matérias-primas

- Composição aromática: componente aromático, produto comercializado pela Givaudan[®]
- Irgasan[®] DP 300 (Triclosan): conservante da formulação, grau de pureza farmacêutico, produto comercializado pela Ciba[®]

3.1.3 Formulações

As formulações foram preparadas seguindo a sequência a seguir e a única diferença entre elas foi a composição aromática utilizada (**Tabela 1**).

Tabela 1. Formulações preparadas para o estudo de estabilidade

Componentes	Formulação (%p/p)		
	A	B	C
Característica olfativa	Floral verde amadeirado	Floral frutado amadeirado	Floral frutado ambarado
Composição aromática	12,0	12,0	12,0
Irgasan DP 300 [®] (INCI: triclosan)	0,1	0,1	0,1
Álcool etílico desodorizado q.s.p.	100,0	100,0	100,0

3.1.4 Material de acondicionamento

Todas as formulações que foram desenvolvidas e avaliadas no Teste de Estabilidade Normal utilizaram como material de acondicionamento, frascos de vidro inerte com capacidade de 20 mL.

3.1.5 Equipamentos

- Refrigerador - Metalfrio Frost Free - Modelo VB 50R;
- Peagômetro para bases alcoólicas - Micronal - Modelo B474;
- Estufa com graduação de temperatura até $45,0 \pm 2$ °C - Nova Ética modelo 411-DE;
- Agitador Mecânico - Ika Labortechnik - Modelo Rw -20

3.2 Métodos

3.2.1 Estudo Crítico dos Componentes

- Composição aromática – fragrância Ciclo 1910[®], 1911[®], 1912[®], Givaudan
- Conservante da formulação – Irgasan[®] DP 300, CIBA
- Solvente e veículo – Álcool etílico desodorizado e neutro

3.2.2 Preparo das formulações

Aproximadamente 200,0 g de produto foram preparados de cada formulação descrita. Inicialmente, num béquer de vidro de 650 mL pesou-se a composição e, em seguida, o Irgasan[®] DP 300 que foi adicionado à preparação aromática e homogeneizou-se, por meio do agitador mecânico IKA. Esta pré-mistura foi adicionada ao álcool e completou-se a massa da formulação até 200,0 g com o mesmo solvente.

Foram acondicionados 15 mL (aproximadamente 3/4 da capacidade do frasco) de todas as formulações em frasco de vidro inerte de capacidade de 20 mL e com tampa de rosca plástica. No total, em duplicata para cada tempo de avaliação (inicial, 15, 30, 60 e 90 dias), foram necessários 10 frascos de vidro, para cada formulação, para o Teste de Estabilidade Normal diretamente..

3.2.2.1. Amostras avaliadas

As amostras avaliadas foram as citadas na **Tabela 1**, e permaneceram por 48 horas em maceração (período em repouso para permitir uma reorganização das moléculas no produto) antes da realização da avaliação inicial (t_0) no Teste de Estabilidade Normal (BEERLING, 2006).

3.2.2.2. Variáveis analisadas

a) *Características organolépticas*

As características organolépticas das amostras foram observadas, seguindo como referência a amostra recém-preparada e macerada a 48 horas. Aquelas mantidas na condição de geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C) também serviram como parâmetro de comparação, pois as amostras apresentam o mínimo de alteração. As variáveis avaliadas envolveram o aspecto e a cor. O odor foi avaliado na avaliação sensorial olfativa.

b) *Valor de pH*

Como são amostras em base alcoólica, foram submetidas tal qual à leitura em peagômetro para bases alcoólicas à temperatura de $22,0 \pm 2,0$ °C.

c) *Avaliação sensorial olfativa*

Um grupo de 5 pessoas avaliou o perfume nas amostras segundo a escala numérica categorizada de 5 pontos citados nos itens c1 e c2, conforme protocolos de estabilidade e sensorial citados na literatura (IACONA, 2000; MEEILGAARD *et al.*, 1999). Cada formulação foi avaliada em cada condição de temperatura, em relação à amostra armazenada em geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C) e aos resultados obtidos da avaliação inicial, após as 48 horas de maceração.

Segue abaixo a escala para avaliação sensorial olfativa para característica e intensidade de perfume:

c 1) Característica de perfume

1,0 = Sem alteração

1,5 a 2,0 = leve alteração

2,5 a 3,0 = moderada alteração

*3,5 = alteração considerável, porém aceitável, pois se reconhece a fragrância

**4,0 = alteração considerável, reprovada a fragrância

**4,5 a 5,0 = não reconhece a fragrância, reprovada

c 2) Intensidade de perfume

1,0 = Sem alteração

1,5 a 2,0 = leve perda

2,5 a 3,0 = moderada perda

*3,5 = perda considerável, porém aceitável, pois se reconhece a fragrância

**4,0 = perda considerável, reprovada a fragrância

**4,5 a 5,0 = somente odor de base (produto sem perfume), reprovada

* É considerado valor de atenção (3,5), “borderline”, no qual a amostra está próxima da linha de reprovação: houve uma alteração e perda de intensidade consideráveis de odor, porém ainda aceitável.

** amostra reprovada: não se reconhece mais a fragrância e predomínio do odor de base sem perfume ou descaracterização da fragrância.

3.2.2.3 Avaliação inicial

Após 48 horas de preparo das formulações, cada uma foi avaliada inicialmente, conforme as variáveis descritas no item 3.2.2.2.

3.2.2.4 Condições de armazenamento e avaliação

Exposição das amostras às seguintes condições e períodos de avaliação, de acordo com adaptações da literatura (; ANVISA, 2004; BEERLING, 2006).

- Geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C)
- Temperatura ambiente com luz solar indireta (sem incidência do sol, mas com luminosidade – sob ação de radiação UV), a $22,0 \pm 2,0$ °C (sala climatizada)
- Estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C)

Nos tempos de 15, 30, 60 e 90 dias, as amostras foram retiradas das condições e foi esperado tempo suficiente para todas alcançarem a temperatura de $22,0 \pm 2,0$ °C, tomando como referência a formulação avaliada inicialmente e também a armazenada a $4,0 \pm 2,0$ °C (geladeira).

4. Resultados e discussão

O estudo de estabilidade em formulações cosméticas tem sido muito discutido por pesquisadores e profissionais da área.

Atualmente no Brasil, quando existe a solicitação do registro de produto cosmético, os órgãos de regulamentação exigem que as empresas apresentem os estudos de estabilidade indicativos do prazo de validade estimado, que se confirmará, posteriormente, com a continuação do estudo ((ANVISA, 2004).

Existem variabilidade e discordância quanto às condições e valores de tempo aos quais as amostras devem ser submetidas para o teste de estabilidade. Normalmente, utilizam-se temperaturas elevadas (40 a 50 °C), ambiente (22 a 25 °C) e geladeira (3 a $5 \pm 2,0$ °C); sendo no mínimo 3 condições as quais o cosmético deve ser submetido para ser avaliado. Quanto ao período de tempo, o mínimo é de três meses de estudo e prolonga-se durante todo o prazo de validade do produto, com acompanhamento periódico (RIBEIRO, 2001; BEERLING, 2006). A avaliação da estabilidade sob temperatura ambiente tenta simular a condição de mercado que o produto é submetido. Se após o período de vencimento o produto estiver em condições adequadas ou não de uso, será reavaliado novo prazo com aumento ou diminuição do mesmo, respectivamente. Desta forma define-se o

histórico do produto que é fundamental para a sua manutenção no mercado. A vida de prateleira é que define o prazo de validade real.

A seguir estão apresentados os resultados (**Tabelas 2, 3 e 4**) para as composições aromáticas ciclo 1910[®], 1911[®], 1912[®], respectivamente, em relação às características físicas e físico-químicas (aspecto e cor) e valores de pH das formulações avaliadas, inicialmente, e, após exposição às condições de teste temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C), estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C) e geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C). As variações de pH em função do tempo de armazenamento estão representadas nas **Figuras 5, 6 e 7**. Os resultados do sensorial olfativo para a composição aromática Ciclo 1910[®] em *característica e intensidade de perfume* estão apresentados nas **Tabela 5 e Figura 8**; para a Ciclo 1911[®] nas **Tabela 6 e Figura 9**; para a Ciclo 1912[®] nas **Tabela 7 e Figura 10**.

Tabela 2. Avaliação física e físico-química da composição aromática **Ciclo 1910[®]**, durante o Teste de Estabilidade Normal

CONDIÇÕES DE ARMAZENAMENTO													
		Gel				T.A.				E			
t arm (dias)	t ₀	15	30	60	90	15	30	60	90	15	30	60	90
Variáveis													
Aspecto	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N
Cor	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA
pH	5,2	5,3	5,2	5,3	5,0	5,0	5,3	5,2	4,8	4,9	4,8	4,6	4,2
% de variação de pH	0,0	1,9	0,0	1,9	3,8	3,8	1,9	0,0	7,7	5,8	7,7	11,5	19,2

Legenda:

t arm (dias): tempo de armazenamento (dias); **t₀:** 48h após o preparo da formulação; **Gel:** geladeira (4,0 ± 2,0 °C);

T.A.: temperatura ambiente (22,0 ± 2,0 °C); **E:** Estufa (45,0 ± 2,0 °C)

aspecto: **N** - normal, sem alteração; **LM** – Levemente alterado; **IM** – Intensamente modificado

cor: **N**- Normal, sem alteração; **LA** – Levemente alterado; **A** – Amarelo; **IA** – Intensamente amarelado

Tabela 3. Avaliação física e físico-química da composição aromática **Ciclo 1911[®]**, durante o Teste de Estabilidade Normal

CONDIÇÕES DE ARMAZENAMENTO													
		Gel				T.A.				E			
t arm (dias)	t ₀	15	30	60	90	15	30	60	90	15	30	60	90
Variáveis													
Aspecto	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N
Cor	N	N	N	N	N	N	N	N	LA	N	LA	A	A
pH	5,7	5,8	5,6	5,8	5,3	5,6	5,4	5,3	5,2	5,1	4,8	4,6	4,3
% de variação de pH	0,0	1,8	1,8	1,8	7,0	1,8	5,3	7,0	8,8	10,5	15,8	19,3	24,6

Legenda:

t arm (dias): tempo de armazenamento (dias); **t₀:** 48h após o preparo da formulação; **Gel:** geladeira (4,0 ± 2,0 °C);

T.A.: temperatura ambiente (22,0 ± 2,0 °C); **E:** Estufa (45,0 ± 2,0 °C)

aspecto: **N** - normal, sem alteração; **LM** – Levemente alterado; **IM** – Intensamente modificado

cor: **N**- Normal, sem alteração; **LA** – Levemente alterado; **A** – Amarelo; **IA** – Intensamente amarelado

Tabela 4. Avaliação física e físico-química da composição aromática **Ciclo 1912®**, durante o Teste de Estabilidade Normal

CONDIÇÕES DE ARMAZENAMENTO													
		Gel				T.A.				E			
t arm (dias)	t ₀	15	30	60	90	15	30	60	90	15	30	60	90
Variáveis													
Aspecto	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N
Cor	LA	LA	LA	LA	LA	LA	A	A	IA	LA	IA	IA	IA
pH	5,6	5,4	5,0	5,3	5,0	5,3	5,1	5,3	4,4	4,9	4,6	4,6	4,2
% de variação de pH	0,0	3,6	10,7	5,4	10,7	5,4	8,9	5,4	21,4	12,5	17,9	17,9	25,0

Legenda:

t arm (dias): tempo de armazenamento (dias); **t₀:** 48h após o preparo da formulação; **Gel:** geladeira (4,0 ± 2,0 °C);

T.A.: temperatura ambiente (22,0 ± 2,0 °C); **E:** Estufa (45,0 ± 2,0 °C)

aspecto: **N** - normal, sem alteração; **LM** – Levemente alterado; **IM** – Intensamente modificado

cor: **N**- Normal, sem alteração; **LA** – Levemente alterado; **A** – Amarelo; **IA** – Intensamente amarelado

Antes de se justificar as alterações ocorridas por meio das variáveis analisadas no item 3.2.2.2, deve-se levar em conta que as três fragrâncias (Ciclo® 1910, Ciclo® 1911 e Ciclo® 1912) apresentam rotas olfativas diferentes e esta distinção entre elas, devido às características intrínsecas de cada formulação, favorece alguns processos oxidativos durante a avaliação da estabilidade.

Pode-se evidenciar, entre as formulações representadas nas **Tabelas 2, 3 e 4**, que a fragrância Ciclo® 1912, com característica olfativa floral frutado ambarado, se traduz em uma fragrância fresca, porém com aspecto doce no fundo. As fragrâncias com fundo doce, devido à presença de vanila na formulação, têm uma propensão maior aos processos oxidativos e, conseqüentemente, agregam cor ao produto final. Esta constatação foi verificada pelo amarelamento gradativo, chegando ao intenso amarelamento, a partir de 30 dias na estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C), e, portanto, na variável cor esta formulação foi considerada reprovada. Este processo de amarelamento é justificado com a elevação da temperatura que acelera as reações de decomposição como os processos oxidativos, ou até mesmo a formação da base de *Schiff* como citado em literatura (SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005).

As formulações Ciclo® 1910 (floral verde amadeirado) e 1911 (floral frutado amadeirado) que são fragrâncias com rota olfativa mais fresca e um fundo com menor intensidade, porém menos propenso a ter reações ou processos oxidativos, por conseguinte, foram consideradas aprovadas nas variáveis aspecto e cor, por apresentarem alterações consideradas aceitáveis. Observou-se a ocorrência de amarelamento entre conceito “leve” e “amarelo” apenas na condição de estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C), esperado pela aceleração de processos de degradação. A formulação Ciclo® 1911 apresentou o conceito “amarelo” a partir de 60 dias em estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C), devido ao aspecto frutado, pois alguns ésteres agregam o aspecto sensorial “frutal” à composição aromática e estão mais propensos a apresentar processos de hidrólise, propiciando alterações no valor de pH do produto, enquanto que na Ciclo® 1910 foi observado “leve amarelamento” apenas após 60 dias em estufa, portanto foi a formulação considerada mais estável nessas variáveis. Esta formulação, tendo uma característica mais “verde”, tende a ter processos oxidativos com menor intensidade, porém com redução mais acentuada de intensidade.

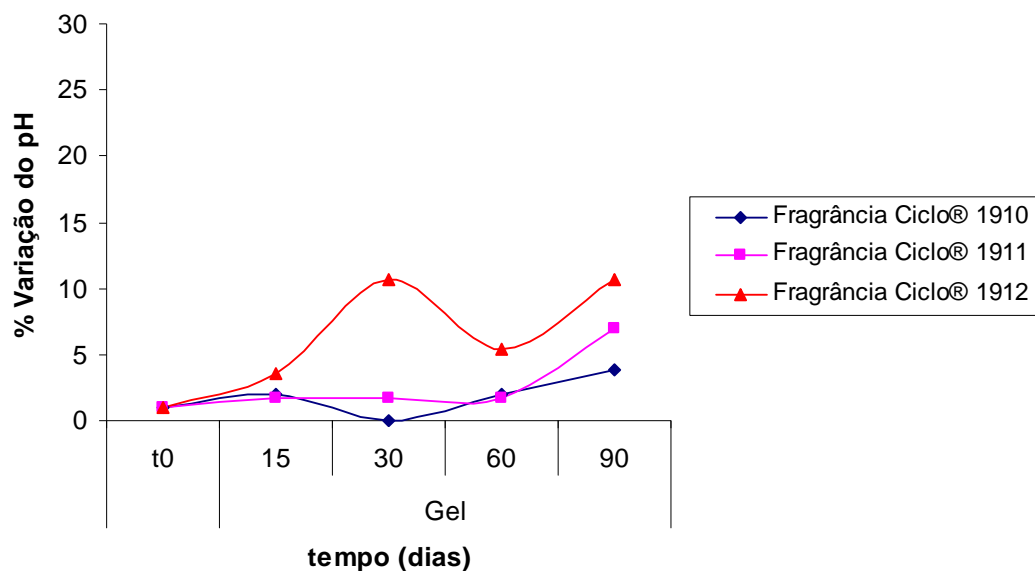


Figura 5. Variação do pH (%) em função do tempo armazenamento em geladeira (**Gel**) das composições aromáticas **Ciclo 1910®**, **1911®**, **1912®** durante o estudo de estabilidade normal

Legenda:

Gel: geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C)

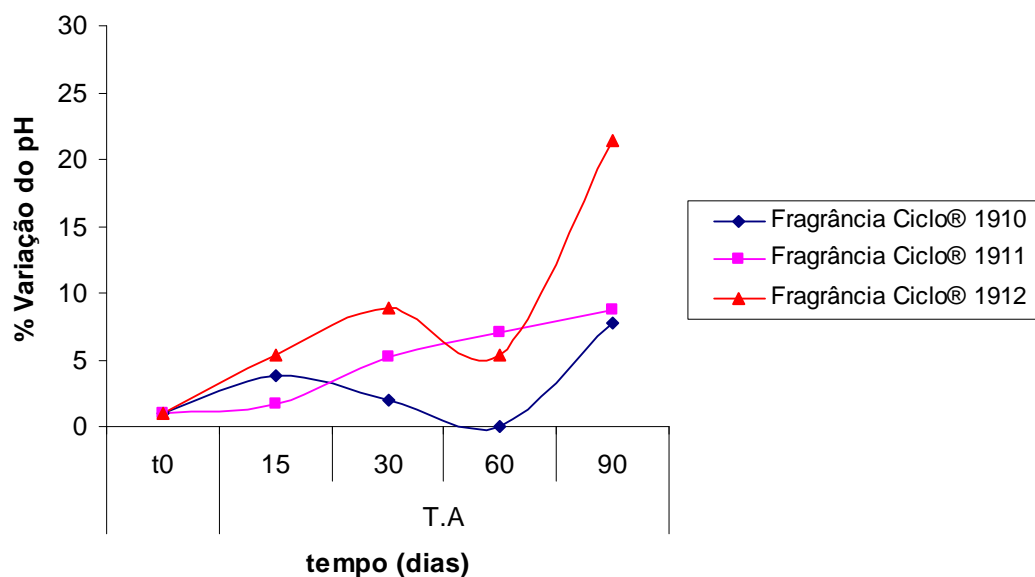


Figura 6. Variação do pH (%) em função do tempo armazenamento em temperatura ambiente (**T.A**) das composições aromáticas **Ciclo 1910®**, **1911®**, **1912®** durante o estudo de estabilidade normal

Legenda:

T.A.: temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C)

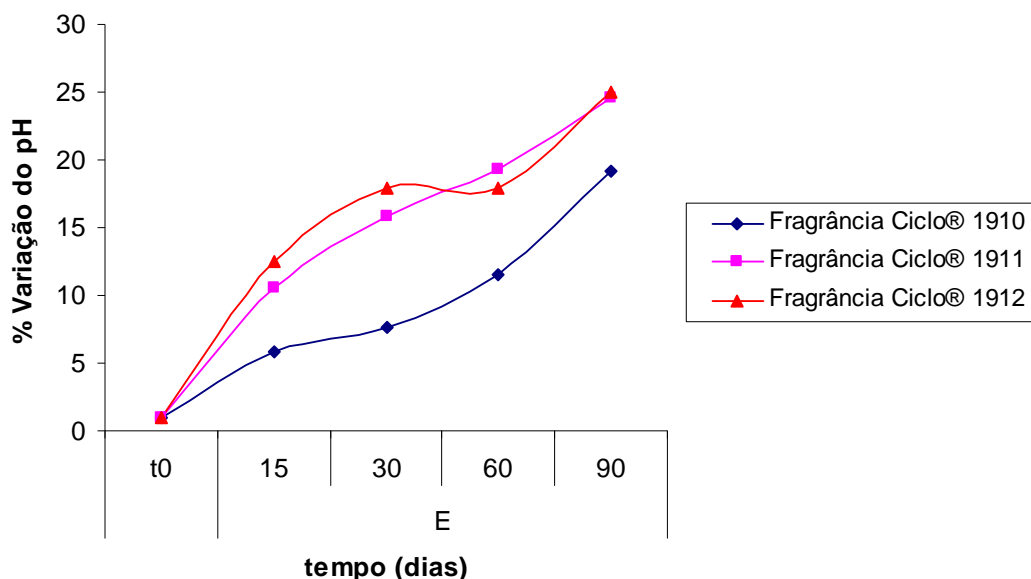


Figura 7. Variação do pH (%) em função do tempo armazenamento em estufa (E) das composições aromáticas **Ciclo 1910®**, **1911®**, **1912®** durante o estudo de estabilidade normal

Legenda:

E: Estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C)

As **Figuras 5, 6 e 7**, que representaram a variação do valor de pH em função do tempo nas condições de armazenamento indicadas, demonstraram que a variação de pH pode indicar reações de degradação ou processos oxidativos, ocasionando um aumento ou diminuição da variável (BRASIL, 2001; ANVISA, 2004). Para as formulações **Ciclo® 1911** e **1912**, após 60 dias de armazenamento, foram afetadas as temperaturas ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C) e, principalmente, estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C).

Segundo, IACONA, 2000, considera-se aprovada uma fragrância em estabilidade quando ocorrer variação de pH em relação ao t_0 , de no máximo 25%, principalmente, em temperatura elevada (45 a $50,0 \pm 2,0$ °C), pois provavelmente acima deste valor, verificou-se algum tipo de alteração olfativa na fragrância, que a reprova quanto à sua aceitação. A formulação **Ciclo® 1910** foi a mais estável nesta variável por apresentar variações de pH entre 5 e 20% em relação ao t_0 apenas em temperatura elevadas, sendo que a variação de 20% ocorreu após 90 dias em estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C). Entretanto, a formulação **Ciclo®1911** apresentou variações do pH entre 5 e 25% em relação ao t_0 , que se tornou gradativa a partir dos 30 dias em temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C) e

estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C), o que se justifica pela característica frutada da formulação, pela hidrólise dos ésteres que provoca o aumento da variação de pH.

Considerando-se a característica da formulação Ciclo® 1912 apresentada na **Figura 7**, a presença de ésteres que conferem o aspecto frutado, que podem alterar o valor do pH e o fundo ambarado, que confere característica adocidada, propiciam aumento de reações de decomposição, como os processos oxidativos. Portanto, foi a composição que teve maior variação de pH, mesmo em geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C), variando entre 5 e 10% em relação ao t_0 e, após 90 dias em estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C), evidenciou-se variação de 30%. Entre as 3 formulações, a Ciclo® 1912 foi a que demonstrou a maior variação do pH e, conseqüentemente, a de menor estabilidade nesta variável. A partir das avaliações características físicas e físico-químicas, a escolhida foi a formulação Ciclo 1910®, por apresentar menor alteração de cor, levemente amarelada na estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C) durante o período de 90 dias e a menor variação de pH como discutido anteriormente, segundo as condições citadas no **item 3.2.2.2**.

Tabela 5. Avaliação sensorial olfativo de *característica e intensidade de perfume* da composição aromática **Ciclo 1910®** durante o estudo de estabilidade normal

condições de armazenamento						
t arm (dias)	Gel		T.A.		E	
	C	I	C	I	C	I
15	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
30	1,0	1,0	1,5	1,5	2,0	2,5
60	1,0	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0
90	1,0	1,0	1,5	2,5	3,0	3,0

$t_0 = 1,0$

Legenda: t arm (dias): tempo de armazenamento em dias; t_0 : 48h após o preparo da formulação; **Gel**: geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C); **T.A.**: temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C) ; **E**: Estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C). **C**: Característica do perfume; **I**: Intensidade do perfume

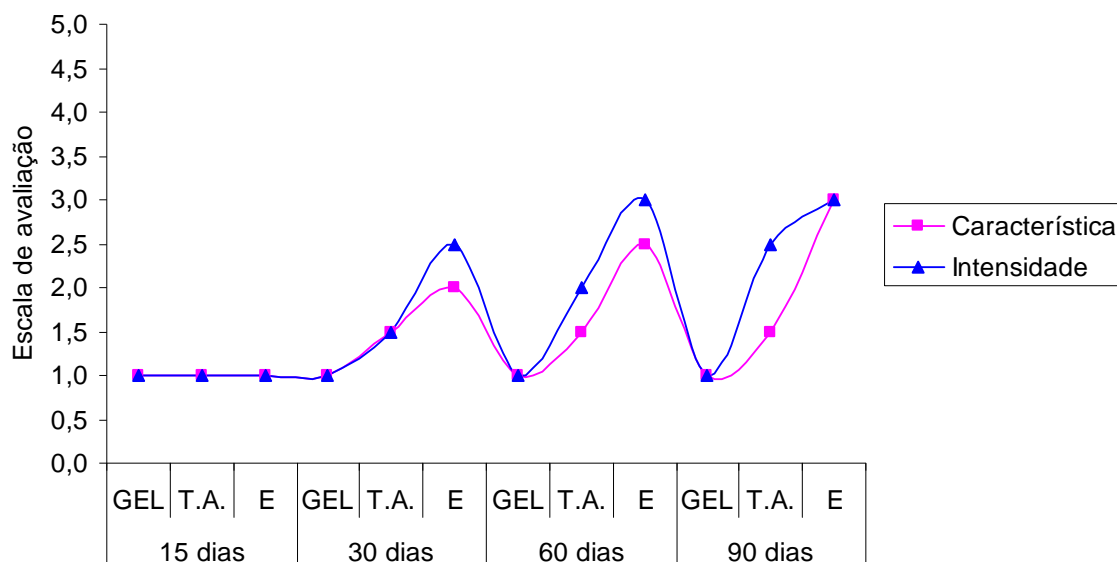


Figura 8. Avaliação sensorial olfativo de *característica e Intensidade de perfume* da composição aromática **Ciclo 1910®** durante o estudo de estabilidade normal

Legenda:

Gel: geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C); **T.A.:** temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C); **E:** Estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C)

Tabela 6. Avaliação sensorial olfativo de *característica e intensidade de perfume* da composição aromática **Ciclo 1911®** durante o estudo de estabilidade normal

condições de armazenamento						
t arm (dias)	Gel		T.A.		E	
	C	I	C	I	C	I
15	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
30	1,0	1,0	1,5	1,5	2,0	2,5
60	1,0	1,0	2,0	2,0	3,0	3,5
90	1,0	1,0	2,0	2,5	3,5	3,5

$t_0 = 1,0$

Legenda: **t arm (dias):** tempo de armazenamento em dias; **t₀:** 48h após o preparo da formulação; **Gel:** geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C); **T.A.:** temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C); **E:** Estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C). **C:** Característica do perfume; **I:** Intensidade do perfume

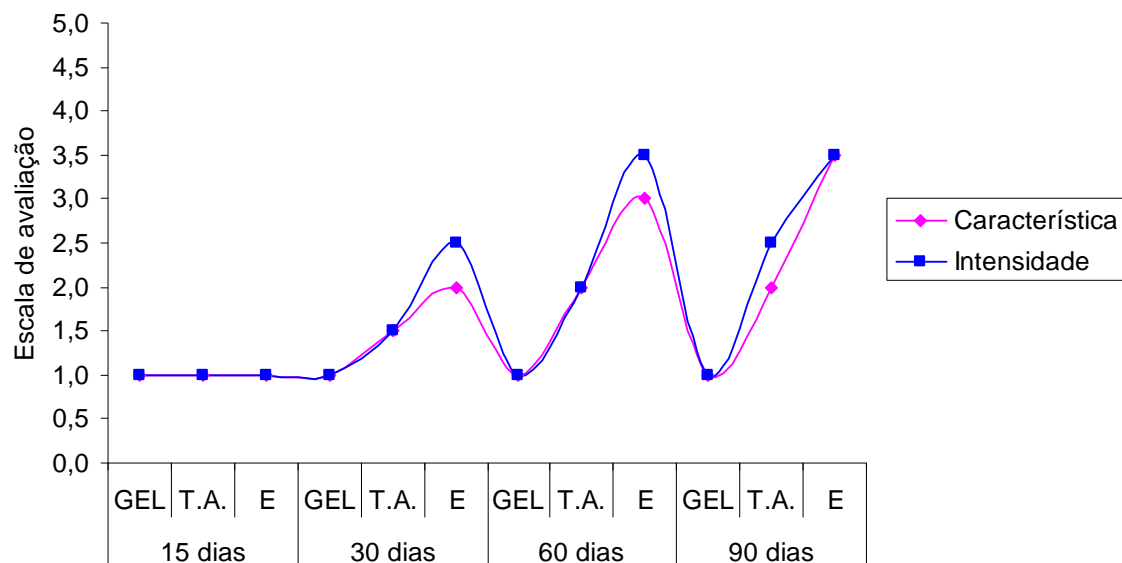


Figura 9. Avaliação sensorial olfativo de *característica e intensidade de perfume* da composição aromática Ciclo 1911[®] durante o estudo de estabilidade normal

Legenda:

Gel: geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C); **T.A.:** temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C); **E:** Estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C)

Tabela 7. Avaliação sensorial olfativo de *característica e intensidade de perfume* da composição aromática **Ciclo 1912[®]** durante o estudo de estabilidade normal

condições de armazenamento						
t arm (dias)	Gel		T.A.		E	
	C	I	C	I	C	I
15	1,0	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5
30	1,0	1,0	2,0	2,5	2,5	3,0
60	1,0	1,0	2,5	2,5	3,5	3,5
90	1,0	1,0	3,0	3,5	4,0	4,5

$t_0 = 1,0$

Legenda: t arm (dias): tempo de armazenamento em dias; t_0 : 48h após o preparo da formulação; **Gel:** geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C); **T.A.:** temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C); **E:** Estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C). **C:** Característica do perfume; **I:** Intensidade do perfume

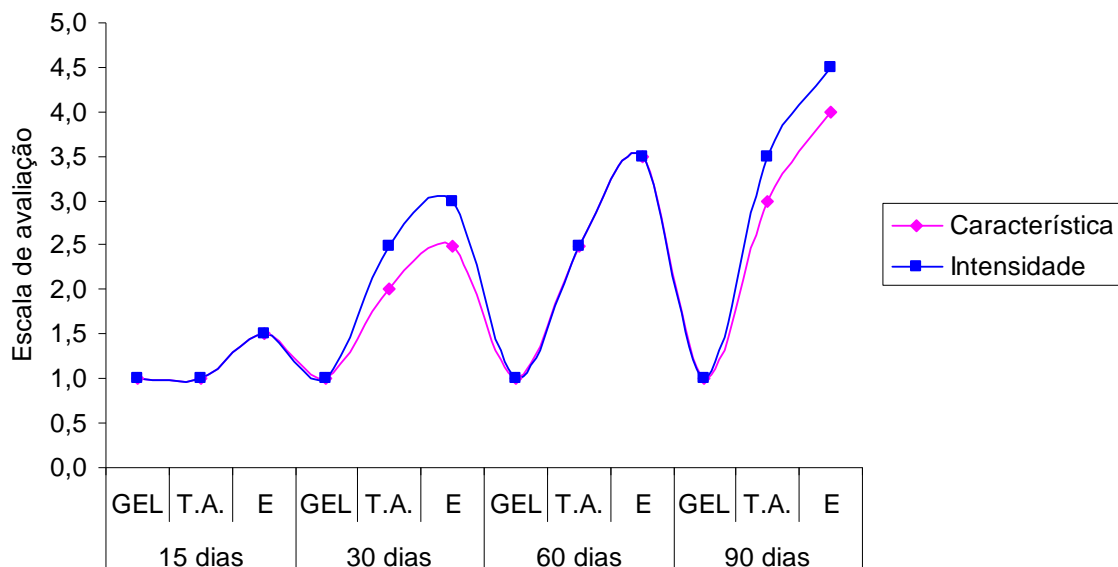


Figura 10. Avaliação sensorial olfativo de *característica* e *intensidade de perfume* da composição aromática Ciclo 1912[®] durante o estudo de estabilidade normal

Legenda:

Gel: geladeira ($4,0 \pm 2,0$ °C); **T.A.:** temperatura ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C); **E:** Estufa ($45,0 \pm 2,0$ °C)

As fragrâncias ou composições aromáticas podem ser afetadas durante os estudos de estabilidade e um dos problemas enfrentados pelos formuladores é a alteração na aparência do cosmético devido às fragrâncias utilizadas, fazendo com que o produto muitas vezes fique com cor, viscosidade e transparência alteradas (SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005).

Considerando as análises das **Figuras de 8, 9 e 10**, que considera a interpretação que quanto maior o valor na escala descrita **no item 3.2.2.2**, mais instável é a formulação, justificando que as *notas de cabeça* são as primeiras a serem percebidas, durante o ato da compra de um produto cosmético com a incorporação da composição aromática, mas que após alguns minutos não são mais percebidas quando aplicadas na pele, mesmo na condição de temperatura ambiente. As *notas de corpo*, componentes de volatilidade média, foram afetados ligeiramente, em temperaturas elevadas, em relação a outras matérias-primas da fragrância. Portanto, em relação à *intensidade de perfume*, era natural que ocorresse a redução deste parâmetro principalmente a $45,0 \pm 2,0$ °C, após 90

dias, pois favorecem a perda dos componentes mais voláteis, que são denominados “notas de cabeça” do perfume. Os valores para *intensidade de perfume* permaneceram maior ou igual em nota que a *característica do perfume*, segundo a escala descrita no **item 3.2.2.2** (SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005).

Durante o estudo ocorreu redução considerada moderada, segundo as escalas descritas no **item 3.2.2.2**, tanto em *intensidade perfume* quanto em relação à *característica do perfume*, apresentando um equilíbrio entre os dois atributos observados nas **Tabelas 5** e **Figura 8** (*característica e intensidade de perfume*) para formulação Ciclo 1910[®]. Neste trabalho, na condição mais extrema de temperatura estudada ($45,0 \pm 2,0$ °C), na qual se espera a aceleração dos processos oxidativos dos componentes da fragrância, a preparação cosmética Ciclo 1910[®] foi a escolhida por apresentar resultados mais satisfatórios e olfativamente mais aceitáveis comercialmente na avaliação sensorial olfativa de *característica e intensidade de perfume*. A colônia Ciclo 1910[®], em função do seu perfil olfativo (floral verde amadeirado), estava menos propensa a apresentar processos oxidativos. No entanto, apresentou redução acentuada na intensidade, porém mais aceitável pois não atingiu na escala olfativa o valor em média 4,0 demonstrados nas **Tabelas 5** e **Figura 8** (*característica e intensidade de perfume*), correspondente a nota de corte, conforme a metodologia empregada para avaliação sensorial olfativa descrita no **item 3.2.2.2**.

As formulações Ciclo 1911[®] e 1912[®], conforme justificado anteriormente, tiveram os valores na escala sensorial maiores, acentuadamente, principalmente, em *intensidade de perfume* observadas nas **Tabela 6** e **Figura 9**; **Tabela 7** e **Figura 10**, respectivamente. A formulação Ciclo 1912[®] foi reprovada por apresentar um valor em média 4,0 a $45,0 \pm 2,0$ °C após 60 dias, e a formulação Ciclo 1911[®] apresentou notas elevadas, valor em média 3,5; considerado limítrofe ou popularmente denominado “borderline” já ilustrado anteriormente, segundo as escalas citadas no **item 3.2.2.2**.

Portanto, pode-se considerar a fragrância Ciclo 1910[®] a mais estável frente às reações oxidativas ou à formação da base de *Schiff* e resistente à exposição à luz UV, e com alterações olfativas tanto em *característica* quanto em *intensidade de perfume* aceitáveis. O resultado é considerado aceitável e, que dentro do mercado da perfumaria ou em qualquer indústria de produto acabado, este

produto estaria dentro das especificações e aprovado para uso comercial (SCHUELLER & ROMANOWSKI, 2005).

5. Conclusões

- A fragrância Ciclo 1910[®] apresentou maior estabilidade durante a avaliação do Teste de Estabilidade Normal, mesmo em valores de temperaturas elevadas ($45,0 \pm 2,0$ °C) que favorecem os processos degradativos, em relação à cor (apenas leve amarelamento em temperaturas elevadas), menor variação de pH (menor que 25%) e olfativa; considerados aceitáveis tanto em característica quanto em intensidade de perfume, valores igual a 3,0 na escala em temperaturas elevadas, considerado queda de intensidade e alteração de característica aceitável.
- A fragrância Ciclo 1911[®] apresentou os resultados intermediários na avaliação da estabilidade. Nas variáveis analisadas, apresentou amarelamento leve em temperatura elevada ($45,0 \pm 2,0$ °C), variação de pH (próximo de 25%) e alterações olfativas consideráveis “borderline” (3,5) na escala tanto para intensidade quanto para característica olfativa no estudo de Estabilidade Normal.
- A fragrância Ciclo 1912[®] apresentou resultados de menor estabilidade durante o Teste de Estabilidade Normal. Nas variáveis analisadas, apresentou amarelamento leve a moderado, em temperatura baixa ($4,0 \pm 2,0$ °C) e ambiente ($22,0 \pm 2,0$ °C), maior variação de pH (30%) e alterações olfativas consideráveis, acima de 4,0 na escala tanto para intensidade quanto para característica olfativa no estudo de Estabilidade Normal.

Referências bibliográficas*

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Guia de estabilidade de produtos cosméticos**. Brasília: ANVISA, 2004. 52p. (Séries Temáticas, v.1). Disponível em: <http://www.anvisa.gov.br/divulga/public/series/cosmeticos.pdf>. Acesso em: 12 maio 2008.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. Área de Atuação: Cosméticos. Câmara Técnica - CATEC. Pareceres Técnicos de 2001. **Utilização de vitamina C em produtos cosméticos**: Parecer Técnico nº 3, de 29 de junho de 2001 (Atualizado em 28/06/2004). Disponível em: http://www.anvisa.gov.br/cosmeticos/informa/parecer_vitamina.htm. Acesso em: 12 maio 2008.

BEERLING, J. The application of fragrances. In: SELL, C., ed. **The chemistry of fragrances**: from perfumer to consumer. 2.ed. Cambridge: RSC Publishing, 2006. cap.9, p.168-183. (RSC popular science).

BUCCELLATO, F.; BUCCELLATO, C. O que os formuladores devem saber sobre fragrância. **Cosmetics & Toiletries**, v.15, n.2, p.64-68, 2003.

CALKIN, R.R.; JELLINEK, J.S. **Perfumery**: practice and principles. New York, Chichester: John Wiley, 1994. cap.18, p.223.

CLARO Jr., N.F. Avaliação da estabilidade em cosméticos: testes físico-químicos aplicados a produtos cosméticos em estudo de estabilidade. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE COSMETOLOGIA, São Paulo, 2001. **Anais**. São Paulo: Associação Brasileira de Cosmetologia, 2001. p.195-204.

D'LEON, L.F.P. Estudo de estabilidade de produtos cosméticos. **Cosmetics & Toiletries**, v.13, n.14, p.54-64, 2001.

GIVAUDAN DO BRASIL. **Curso de perfumaria**. São Paulo, 2002. 28p. [Apostila].

GUERRA, E.C. **Proposta e análise de uma metodologia para avaliação do desempenho técnico de perfumes**. Campinas, 2002. 81p. Dissertação de Mestrado - Faculdade de Engenharia Mecânica - Universidade Estadual de Campinas.

IACONA, P. **Procedimento para estudo de estabilidade de fragrâncias**. Givaudan, 2000. 22p. [Documento Interno].

* As referências bibliográficas estão de acordo com a norma NBR6023/2002, preconizada pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT).

MAIA, A.M. **Desenvolvimento e avaliação da estabilidade de formulações cosméticas contendo ácido ascórbico**. São Paulo, 2002. 117p. Dissertação de Mestrado – Faculdade de Ciências Farmacêuticas – Universidade de São Paulo.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G.V.; CARR, B.T. Descriptive analysis techniques. In: _____. **Sensory evaluation techniques**. 3.ed. Boca Raton: CRC Press, 1999. cap.10, p.161-172.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G.V.; CARR, B.T. The spectrum™ descriptive analysis method. In: _____. **Sensory evaluation techniques**. 3.ed. Boca Raton: CRC Press, 1999. cap.11, p.173-176.

PINOTTI, M. **Apostila de perfumaria**: manual de composição aromática, capacitação técnica para colaboradores do P&D da Natura Cosméticos S/A. São Paulo, Natura, 2000. p.33.

RIBEIRO, A.M. **Desenvolvimento de produtos cosméticos**: teste de estabilidade. São Paulo: ANVISA, 2001. n.p. [Apostila].

RIBEIRO, A.M.; KHURY, E.; GOTTARDI, D. Validação de testes de estabilidade para produtos cosméticos. In: CONGRESSO NACIONAL DE COSMETOLOGIA, São Paulo, 1996. **Anais**. São Paulo: Associação Brasileira de Cosmetologia, 1996. p.349-375.

SCHUDEL, M.; QUELLET, C. **Perfume substantivity**. Dubendorf: Givaudan R&D Memorandum, 2004. p. 3-4.

SCHUELLER, R.; ROMANOWSKI, P. A essência das composições aromáticas. **Cosmetics & Toiletries**, v.17, n.6, p.50-55, 2005.

VELASCO-DE-PAOLA, M.V.R. Fatores que influenciam na estabilidade dos produtos cosméticos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE COSMETOLOGIA, São Paulo, 2001. **Anais**. São Paulo: Associação Brasileira de Cosmetologia, 2001. p.205-206.

WITTERN, P.; ANSMANN, A.; HÜTTINGER, R.; BILLEK, D.; CHARLET, E.; HOENEN, L.; KUCZERA, K.; MOTITSCHKE, L.; QUACK, J.; SEIB, K.; UMBACH, I.; WOLFF, G. Stability testing of cosmetic emulsions. **Cosmetics & Toiletries**, v.100, n.10, p.33-39, 1985.