



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE CIÊNCIAS MÉDICAS

EDNA FERNANDES

ANÁLISE SENSORIAL DE FORMULAÇÕES COSMÉTICAS E DERMATOLÓGICAS:
DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA

*SENSORY ANALYSIS OF COSMETICAL AND DERMATOLOGICAL
FORMULATIONS: METHODOLOGY DEVELOPMENT AND VALIDATION*

CAMPINAS

2019

EDNA FERNANDES

ANÁLISE SENSORIAL DE FORMULAÇÕES COSMÉTICAS E DERMATOLÓGICAS:
DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA

*SENSORY ANALYSIS OF COSMETICAL AND DERMATOLOGICAL
FORMULATIONS: METHODOLOGY DEVELOPMENT AND VALIDATION*

Dissertação apresentada à Faculdade de Ciências Médicas da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de mestra em Ciências na área de concentração de Clínica Médica.

Dissertation presented to the Faculty of Medical Sciences of the State University of Campinas as part of the requisites required to obtain a master's degree in Sciences in the area of Clinical Medical Concentration.

ORIENTADOR: GISLAINE RICCI LEONARDI

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO
FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELA
ALUNA EDNA FERNANDES E ORIENTADA PELA
PROF. DR. GISLAINE RICCI LEONARDI.

CAMPINAS

2019

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Ciências Médicas
Maristella Soares dos Santos - CRB 8/8402

F391a Fernandes, Edna, 1968-
Análise sensorial de formulações cosméticas e dermatológicas :
desenvolvimento e validação de metodologia / Edna Fernandes. – Campinas,
SP : [s.n.], 2019.

Orientador: Gislaine Ricci Leonardi.
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade
de Ciências Médicas.

1. Tretinoína. 2. Fármacos dermatológicos. 3. Sensação. I. Leonardi,
Gislaine Ricci, 1970-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Ciências Médicas. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Sensory analysis of cosmetical and dermatological formulations
:methodology development and validation

Palavras-chave em inglês:

Tretinoin

Dermatologic agents

Sensation

Área de concentração: Clínica Médica

Titulação: Mestra em Ciências

Banca examinadora:

Gislaine Ricci Leonardi [Orientador]

Jorge Herman Behrens

Anna Cecília Venturini

Data de defesa: 10-07-2019

Programa de Pós-Graduação: Clínica Médica

Identificação e informações acadêmicas do(a) aluno(a)

- ORCID do autor: <https://orcid.org/0000-0001-6912-0527>

- Currículo Lattes do autor: <http://lattes.cnpq.br/2092652716408769>

BANCA EXAMINADORA DA DEFESA DE MESTRADO

EDNA FERNANDES

ORIENTADOR: GISLAINE RICCI LEONARDI

MEMBROS:

1. PROF. DR. GISLAINE RICCI LEONARDI

2. PROF. DR. JORGE HERMAN BEHRENS

3. PROF. DR. ANNA CECÍLIA VENTURINI

Programa de Pós-Graduação em Clínica Médica da Faculdade de Ciências Médicas da Universidade Estadual de Campinas.

A ata de defesa com as respectivas assinaturas dos membros da banca examinadora encontra-se no processo de vida acadêmica do aluno.

Data da defesa: 10/07/2019

*Este trabalho é dedicado ao meu marido e meu filho.
Companheiros de tantas empreitadas!*

AGRADECIMENTOS

À **Pró-Reitoria de Pesquisa da UNICAMP, FAEPEX** pelo apoio financeiro que possibilitou a elaboração deste trabalho,

À **FAPESP (2015/02129-6)** pelo apoio financeiro fundamental para a realização dos estudos com ácido retinóico.

À minha orientadora **Profa Dra Gislaine Ricci Leonardi**, pela oportunidade dada para que o Mestrado fosse uma realidade. Agradeço seu apoio, pelas aulas, pelo PED, por tudo que vivenciamos,

À **Faculdade de Ciências Médicas** por abraçar os Farmacêuticos que buscam progresso e que acreditam no ensino e pesquisa como o único caminho para tal,

Ao iCosmetologia, e pessoalmente ao Lucas Portilho por todo apoio com voluntários e laboratório de testes.

Aos voluntários que com paciência e dedicação testaram, responderam, analisaram, pontuaram, tantas e tantas vezes,

Aos amigos que fiz ao longo deste trabalho e em especial à Turma de Ciências Farmacêuticas (2015-2018) que esteve sempre presente nos inúmeros testes, ao Matheus Borghi e Arthur Kael Rodrigues da Pia por toda ajuda no laboratório da FCF UNICAMP e Silas Arandas Monteiro e Silva pela grande ajuda com as fórmulas com Ácido Retinóico.

À Paula Scanavez Ferreira que me recebeu na UNESP Araraquara e trabalhou comigo nas análises de reologia e textura,

À Jessica Rosa que me ajudou tanto com as análises de condutimetria,

À Celêdia Rocha Londim da Silva por toda a imensa ajuda com os voluntários, laboratório, testes, sempre com um sorriso iluminando seu rosto,

À Amália Bernardes Borssato por pensar comigo, rever dados, rodar SAS, vibrar com cada dado tabulado,

Às meninas da estatística da FCM, Cleide e Juliana que com paciência me explicaram, ajudaram com os grupos, são tantas as dúvidas neste mundo de números sem fim...

À Cristina Saiani, Renata Marques, Guilherme Jerônimo por tanta paciência, apoio e compreensão.

À Barbarah Helena Nabarretti que riu, chorou, sofreu comigo, que foi ombro e apoio desde o primeiro dia. Verdadeira mão amiga de todas as horas.

Ao meu marido que tem sido um porto seguro em todos os momentos e nos que mais precisei nestes últimos 23 anos,

Ao meu filho, por existir e ser luz em minha vida!

RESUMO

O Brasil é um mercado cosmético importante no mundo e cada país tem suas características de população, clima e hábitos de consumo que fazem com que um produto de sucesso em outro país não seja sucesso aqui. A Análise Sensorial dos produtos cosméticos e dermatológicos vêm ganhando cada vez mais espaço nos estudos científicos, assim como o paralelo entre testes sensoriais e instrumentais, visando ter respostas mais rápidas e mais acessíveis. **Objetivos:** avaliar como os métodos instrumentais podem substituir a análise sensorial e realizar análise descritiva de formulações comerciais e desenvolvidas contendo ácido retinóico veiculado ou não por microcápsulas de k-carragena. **Métodos:** foram realizados dois trabalhos: primeiro a avaliação de formulações utilizando-se a reologia, condutimetria, texturometria, testes triangulares e teste de ordenação. O segundo traçou perfil sensorial utilizando-se do Perfil Descritivo Quantitativo. **Resultados:** do primeiro estudo: os testes triangulares mostraram que todas as amostras são diferentes. A condutividade indicou quatro emulsões O/A e uma emulsão A/O. O teste de ordenação de espalhabilidade não detectou diferença entre as emulsões O/A testadas, mas foi encontrada diferença significativa quando as emulsões O/A foram comparadas com a emulsão A/O. As medidas oscilatórias indicaram a A/O como a emulsão mais elástica testada e a análise sensorial classificou-a como a mais difícil de espalhar na pele, porém os resultados de texturômetria mostraram resultados opostos.– Do segundo estudo temos que a análise sensorial descritiva detectou diferenças significativas entre as formulações em desenvolvimento, pois ao adicionarmos o AR na base ficou mais seco e diminuiu-se a pegajosidade. A incorporação das microcápsulas na base facilitou o espalhar, diminuiu a sensação de hidratação e deixou-a mais seca. Esta diferença não foi percebida por um painel não-treinado, logo será difícil a percepção pelo consumidor final. A incorporação do AR em microcápsulas propiciou a diminuição do brilho e da pegajosidade da formulação quando comparada com a mesma fórmula onde o AR foi veiculado diretamente. As amostras de mercado são diferentes das amostras em desenvolvimento, pois as primeiras têm menor oleosidade, menos brilho na pele e menor pegajosidade. As amostras de mercado são diferentes entre si nos atributos: refrescância, toque seco e absorção. **Conclusões:** do primeiro estudo podemos

concluir que diferentes tipos de emulsão conferem diferenças em aspectos sensoriais como a espalhabilidade. Os resultados da análise oscilatória foram similares aos da análise sensorial, porém foram divergentes da texturometria. Do segundo estudo podemos concluir que a veiculação do ácido retinóico usando-se microcápsulas modificou aspectos sensoriais importantes, diferenciando e/ou aproximando o produto final das formulações de mercado. Como conclusão geral é preciso cuidado no uso de métodos instrumentais para correlacionar com análise sensorial. Há análises sensoriais simples que bem empregadas nos permitem bom direcionamento técnico. O perfil sensorial nos permite identificar as características sensoriais de cada produto analisado, características que podem ou não serem apreciadas pelo consumidor final.

Palavras-chave: Tretinoína; Agentes Dermatológicos; Sensação.

ABSTRACT

Brazil is an important cosmetic market in the world and each country has its characteristics of population, climate and consumption habits that make a successful product in another country not be successful here. The Sensory Analysis of cosmetic and dermatological products has been gaining more space in scientific studies, as well as the parallel between sensorial and instrumental tests, aiming to have faster and more accessible answers. **Objectives:** To evaluate how instrumental methods can replace sensory analysis and to perform descriptive analysis of commercial and developed formulations containing retinoic acid (RA), whether or not carried by k-carrageenan microcapsules. **Methods:** two studies were carried out: first, the evaluation of formulations using rheology, conductimetry, texturometry, triangle and ranking tests. The second traced sensory profile using Descriptive Analysis, and Triangle Test. **Results:** from the first study: triangular tests showed that all samples were different. The conductivity indicated four O/W emulsions and a W/O emulsion. The ranking test on spreadability did not detect a difference between the O/W emulsions tested, but a significant difference was found when the O/W emulsions were compared with the W/O emulsion. The oscillatory measurements indicated W/O as the most elastic emulsion tested and the sensory analysis classified it as the most difficult to spread on the skin, but the results of texturometry showed opposite results. From the second study the sensorial descriptive analysis detected significant differences between the formulations in development, because when adding the RA in the base there was increase in the easiness of spreading, it became drier and the stickiness was reduced. The microcapsules addition into the base facilitated its spreading onto skin, decreased the moisture sensation and left it drier than the base. This difference was not noticed by an untrained panel. The incorporation of RA into microcapsules led to a decrease the skin gloss and tackiness of the formulation when compared to the same formula where RA was directly applied. Market samples are different from samples in development, as the former have less oiliness, less skin brightness and less stickiness. The market samples are different from each other in the following attributes: fresh, dry touch and absorption. **Conclusions:** from the first study it is possible to conclude that different emulsion types confer differences in sensorial aspects such as spreadability. The results of the oscillatory analysis were

similar to those of sensory analysis, but were divergent from texturometry. From the Second study the administration of retinoic acid using microcapsules modified important sensorial aspects. This modification contributed to differentiate it and or getting it closer to the market formulations. As a general conclusion care must be taken when using the instrumental methods to correlate with sensory analysis. There are simple sensory analyzes that well used allow us good technical direction. The sensorial profile allows us to identify the sensorial characteristics of each analyzed product, characteristics that may or may not be appreciated by the final consumer.

Keywords: Tretinoin; Dermatologic Agents; Sensation.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ADQ® – Análise Descritiva Quantitativa

AR – Ácido Retinóico

AS – Análise Sensorial

ASTM – *American Society of Testing Materials*

ABIHPEC – Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos.

ANOVA – Análise de Variância

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária

DMS – Diferença Mínima Significativa

Emulsão A/O – Emulsão Água em Óleo

Emulsão O/A – Emulsão Óleo em Água

MC – Microcápsulas

MSD – *Minimum Significant Difference*

QDA® – *Quantitative Descriptive Analysis*

RA - *Retinoic Acid*

SA – *Sensory Analysis*

TCLE – Termo de Consentimento Livre e Esclarecido

TPA – Texture Profile Analysis, texturometria.

SUMÁRIO

Introdução Geral.....	13
Objetivos.....	16
Metodologia	16
Resultados	18
Artigo 1	20
Artigo 2	55
Discussão Geral	104
Conclusão	107
Referências	108
Anexos	111

1. INTRODUÇÃO GERAL

O Brasil é o quarto mercado mundial de cosméticos (representa 6,9% do consumo mundial) perdendo apenas para os Estados Unidos da América, China e Japão (1). Porém as necessidades de cada país, assim como as características culturais, de clima e hábitos de consumo fazem com que um produto de sucesso em uma região não seja bem recebido, percebido, aceito, por outra região do mundo.

Formular produtos cosméticos que sejam aceitáveis pelo consumidor envolve cumprir uma série de demandas e as mais importantes são: a eficácia (ambas: real e percebida), a estética adequada (percepção visual) e as outras características sensoriais que precisam ser atingidas para uma boa experiência em uso. (2).

Segundo a ABIHPEC, os dados publicados em agosto de 2016 (3), mostravam que havia no Brasil 2613 empresas cosméticas regularizadas na ANVISA. O último relatório publicado em abril de 2018 mostra um salto para 2718 empresas regularizadas na ANVISA – ou seja, 105 empresas foram regularizadas no período de dois anos. Se apenas 20 empresas eram classificadas pela ABIHPEC como empresas de grande porte no final de 2015, esse número caiu para 15 empresas assim classificadas no final de 2017. Essas empresas de grande porte, ou possuem infraestrutura interna para a realização de seus testes sensoriais ou têm condições financeiras de realizar os testes em empresas terceirizadas. E como ficam as outras mais de 2700 empresas? Terão condições de utilizar desta poderosa ferramenta de desenvolvimento que pode garantir um melhor posicionamento de seus produtos? Ou estarão fadadas à avaliação final já no consumidor que pode reprovar um projeto de desenvolvimento longo e custoso?

Para alguns grupos químicos (óleos, emolientes e ésteres) a percepção sensorial do componente puro é próxima à análise sensorial dessas mesmas matérias-primas quando aplicadas em produtos finais, fato que é confirmado para certos grupos de emolientes (2).

Porém no caso dos emulsionantes, fundamentais nas formulações de cremes e loções, pequenas oscilações na composição do sistema

emulsionante de um creme geram grandes alterações na reologia e também em vários atributos sensoriais. (4).

O desenvolvimento de cosméticos e produtos dermatológicos não é guiado exclusivamente por noções de efetividade racional, mas também por noções de sensorialidade. (5). Ainda não existe nenhum instrumento analítico capaz de substituir os sentidos humanos (6), porém estudos recentes mostram que este é o futuro: a busca de instrumentos que ajudem a prever a resposta sensorial em qualquer etapa do desenvolvimento, de forma mais rápida e mais barata. Porém, de qualquer forma, quando este equipamento ou conjunto de equipamentos vierem a existir – eles precisarão ser validados por um painel sensorial: treinado, validado e monitorado. (7).

A análise Sensorial é uma ciência recente que se desenvolveu e evoluiu na indústria de alimentos a fim de se conhecer a preferência do consumidor. (8, 9) Foi somente a partir de 1970 que a análise sensorial teve papel de destaque na indústria alimentícia através de estudos multidisciplinares nas áreas de fisiologia, psicologia e sociologia. Com esses estudos se buscou compreender o comportamento do homem e sua influência nos testes sensoriais e com o avanço desses estudos surgiram os métodos sensoriais e instrumentais para avaliar a qualidade dos produtos alimentícios. (9).

A Análise Sensorial se utiliza da habilidade natural que o ser humano tem para comparar, diferenciar, e quantificar os atributos sensoriais, empregando a metodologia e o tratamento estatístico apropriado aos objetivos do estudo (10). Como coloca Palermo (9), quando pessoas são usadas como instrumento de medida, é importante o emprego de método adequado e controle das condições de aplicação dos testes para evitar erros causados pelos fatores psicológicos e agentes externos possam influir nos resultados.

Os métodos utilizados em Análise Sensorial são divididos em três grandes blocos: Discriminativos, Descritivos e Afetivos. (8)

Testes Discriminativos são aqueles empregados para verificar se há ou não diferença entre amostras. Essas diferenças podem estar na amostra como um todo ou especificamente em um atributo. São

exemplos de testes discriminativos: Comparação pareada, Teste Duo-Trio, Teste de Ordenação e Teste Triangular. (11).

Testes Descritivos são os métodos para determinar as semelhanças e diferenças entre amostras de forma qualitativa e ou quantitativa. São métodos que caracterizam as propriedades sensoriais. São exemplos de testes descritivos: Perfil de textura, Análise Descritiva Qualitativa®, Perfil Livre, Tempo-Intensidade. (11). Segundo Stone e Sidel (2004, p.201, tradução nossa), *“a análise descritiva é a mais sofisticada das metodologias disponíveis ao profissional de Análise Sensorial quando comparada com os métodos discriminativos e afetivos.”*

Testes Afetivos ou Subjetivos são as ferramentas utilizadas para medir o quanto uma população gostou de um produto, para avaliar sua preferência ou aceitabilidade. Há muitas técnicas a serem empregadas como, por exemplo: Grupos focais, Técnicas etnográficas, Entrevistas em profundidade e Técnicas projetivas. (11).

Para se utilizar dessa habilidade natural das pessoas de forma científica, com resultados válidos estatisticamente e reprodutíveis é preciso escolher o método mais adequado para a avaliação que se deseja. O sucesso do emprego da análise sensorial está em se compreender que são muitos os métodos disponíveis; cada método possui vantagens e desvantagens, além de uma análise estatística própria. Dependendo do método selecionado, precisaremos treinar pessoas que através da aplicação de produtos de referência de forma padronizada conseguirão avaliar os atributos importantes; pois definem cada produto.

Este trabalho foi dividido em 2 capítulos, onde o primeiro analisa 3 diferentes formulações comerciais com texturas diferentes e duas formulações desenvolvidas. Neste estudo foi feito análise sensorial das formulações e análise instrumental das mesmas a fim de se verificar a correlação entre esses estudos.

“Descriptive analysis is the most sophisticated of the methodologies available to the sensory professional (when compared with discrimination and acceptance methods).”

de k-carragena veiculadas em emulsões dermatológicas, desenvolvidas em nosso laboratório.

2. OBJETIVOS

Os objetivos deste estudo foram:

- 1) Objetivos do Capítulo 1: Avaliar produtos de mercado e formulações desenvolvidas quanto aos seus aspectos instrumentais (texturometria, condutimetria e reologia) e avaliá-las sensorialmente utilizando métodos discriminativos - o Teste Triangular e o Teste de Ordenação.
- 2) Objetivos do Capítulo 2: Avaliar produtos de mercado com ácido retinóico e formulações desenvolvidas com sistema de liberação de ácido retinóico utilizando-se da análise sensorial tátil através da Análise Perfil Descritivo Quantitativo.

3. METODOLOGIA

a. Metodologia Geral

Este estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da UNICAMP sob número do CAAE: 61532916.2.0000.5404. (Anexo 1) Para todas as avaliações sensoriais os voluntários foram questionados quanto sua condição de saúde e foram excluídos candidatos com eczemas, alergias, hipersensibilidade cutânea, que estivessem em período gestacional e ou lactantes. A idade também foi um fator de exclusão, foram habilitados voluntários de 20 até 60 anos. Todos assinaram o TCLE (Anexo 2) e autorização de fotografia (Anexo 3).

b. Metodologia do artigo 1

Foram realizadas análises instrumentais de texturometria (TPA), condutimetria e reologia (análise de fluxo e oscilatória) de três produtos de mercado e de duas formulações desenvolvidas em duas temperaturas (25°C e 32°C).

As amostras de mercado foram analisadas sensorialmente através do Teste Triangular segundo ASTM E1885-04 (12) de impressão global e também através do Teste de Ordenação com foco no atributo espalhabilidade.

As duas amostras desenvolvidas foram analisadas sensorialmente utilizando-se o Teste Triangular de impressão global.

Os resultados das análises instrumentais foram comparados com os resultados de avaliações sensoriais.

No total 78 voluntários participaram dos Testes Triangulares e 55 voluntários participaram do Teste de Ordenação. Nenhum voluntário relatou qualquer problema dermatológico após contato com as amostras.

c. Metodologia do artigo 2

Duas amostras de mercado e quatro formulações desenvolvidas foram analisadas sensorialmente através da determinação do perfil sensorial utilizando-se da norma ASTM E1490-11 (13) que usa o Método de Análise Descritiva. Este estudo foi elaborado em quatro etapas como mostra o Esquema 1.

As amostras desenvolvidas contêm Ácido Retinóico (AR) veiculado ou não por microcápsulas de k-carragena. As amostras comerciais contêm Ácido Retinóico (AR) na forma de Tretinoína.

No total 75 voluntários participaram da etapa seleção, 17 deles participaram de 12 testes triangulares de diferença e foram selecionados para o treinamento. Ao final 10 avaliadores realizaram a análise sensorial das amostras em estudo em triplicata. Nenhum voluntário relatou qualquer problema após contato com as amostras.

4. RESULTADOS

Os resultados desta dissertação são apresentados em dois artigos:

Artigo 1: *How is instrumental analysis linked to basic sensorial analysis on claims substantiation?*

Artigo submetido ao *International Journal of Cosmetic Sciences* (fator de impacto: 1,777)


Artigo 2: Análise sensorial descritiva de sistemas de liberação de ácido retinóico constituídos por microcápsulas de k-carragena veiculadas em emulsões dermatológicas.

Artigo será submetido à publicação.


ARTIGO 1:


4/3/2019

ScholarOne Manuscripts




International Journal of Cosmetic Science

 Home

 Author

Submission Confirmation

 Print

Thank you for your submission

Submitted to
International Journal of Cosmetic Science

Manuscript ID
ICS-2019-2646

Title
How is instrumental analysis linked to basic sensorial analysis on claims substantiation?

Authors
Fernandes, Edna
Ferreira, Paula
Chorilli, Marlus
Leonardi, Gislaine

Date Submitted
03-Apr-2019

Author Dashboard

<https://mc.manuscriptcentral.com/ics>

1/2

Figura 1: Cópia da Confirmação de Submissão do Artigo 1 ao
International Journal of Cosmetic Science.

Artigo 1:**How is instrumental analysis of topical creams linked to basic sensorial analysis on claim substantiation?**

Edna Fernandes, Paula Scanavez Ferreira, Marlus Chorilli, Gislaine Ricci Leonardi

Key words: skin, texture, rheology, emulsion, perception, tribology

Abstract

OBJECTIVE: Three different types of commercial products which indicate textural differences were investigated. Sensorial Analysis (SA) tests were run to determine whether a difference existed and to correlate these data with instrumental analysis. Another two formulations developed were also evaluated in order to check the relation on components, the sensorial perception and the instrumental profiles.

METHODS: Triangle tests based on ASTM E1885-04 were done for all formulations and the ranking test on spreadability was done for the commercial ones both with non-trained volunteers. Conductivity measurements classified the emulsions studied. Rotational, oscillatory and texture profile (TPA) were done at 25°C and 32°C.

RESULTS: Triangle tests showed that all formulations are different among them with alpha 0.001. Conductivity indicates four O/W emulsions and one W/O emulsion. The ranking test on spreadability showed no difference between the O/W emulsions tested but there are significant differences when O/W emulsions are compared with W/O emulsion (both at 95% of confidence). The oscillatory measurements indicated the W/O as the most elastic emulsion tested and it was the most difficult to spread on the skin based on the sensorial analysis. The texture results showed opposite results. The rotational analysis graphs of

the three commercial products are very similar to detect the spreadability difference found. The viscosity versus shear rate graph of the developed formulations showed the presence or absence of thixotropy.

CONCLUSION: Sensorial differences were detected after running the SA triangle test with the commercial products. Using the ranking test the comparison between the same type emulsions (O/W) had no significant difference on spreadability. But when these O/W emulsions were compared with the W/O emulsion there were found significantly difference on spreadability. It was not easy to apply the W/O emulsion onto skin and the oscillatory data could detect the same results but TPA results showed totally opposite scenario. Small addition of a thickening agent was perceived by SA indicating the emulsions as significantly different by a simple triangle test.

Introduction

The success of a cosmetic product depends not only on the parameters as efficacy and stability, but also on the sensorial experience by using the cosmetic product [1,2].

Sensory profiling of cosmetic products is an important tool for the cosmetic industry as it provides relevant information of the development and marketing of new products, the reformulation of existing products and new manufacturing process [3].

Several authors agree that methods as Quantitative Descriptive Analysis (QDA) and Spectrum® Descriptive Analysis were successfully proved to be valid and reliable tools for descriptive studies of skin feel properties [4,5,6,7]. However widely used these methods need trained panel which is time-consuming and consequently expensive [1,3,4,5,6,9,10]. On the other hand there are others claiming that there is no equipment which could replace human perception due to a person is a huge data bank of experiences [7,8]. This big data bank can immediately evaluate a new sensorial never analyzed and an

equipment does not [7]. There is no such perfect substitute to a human fingertip. Sensory panel testing delivers valuable and reliable data that are accurate and reproducible [8].

There are products available in the Brazilian and worldwide markets that already have indication of sensorial aspects on the label in order to indicate to the consumer what will be the main aspects during the experience when using them. Knowing that the sensory analysis carried out by a trained panel is an expensive analysis that requires training and monitoring time [9], since it transforms the human instrument into measurement equipment, it is important to look for parameters which can be evaluated through instruments that help researchers in choosing the most appropriate formulation through the correlation between the sensorial parameters indicated by the manufacturers and the quantitative parameters measured with equipment.

Sensory analysis is critical to the development of cosmetics in order to assess whether the experience in using the product is adequate with its purpose and target consumer. And certainly it would be very good to correlate and create quantitative measures by equipments could allow the construction of faster and more accessible protocols, during the process of developing cosmetic formulations with successful acceptance by consumers [10,11].

Thus the objectives of this study were to verify if the sensorial differences reported on the labels of three commercial products of the same manufacturer are detected by running the Sensorial Analysis tests. The triangular test shows if there are sensorial differences on these formulations and ranking test shows if it is possible to rank a difference. Both testes were selected due to they are fast, simple in application, simple in statistics and do not need training people to assess them. Other objective is to correlate these data with the rheological (rotational and oscillatory) and texture analysis in order to check if the sensorial classification placed on their labels are also detected by the instruments. Another two formulations developed were also evaluated in order to discuss on how small additions in certain components (emulsifier, thickening and emollient) can affect the sensorial perception and the rheological and textural profiles.

Materials and methods

Materials:

Evaluated Formulations

Three commercial products were used in the study. There are different sensorial claims in the product packaging Light texture named F1, Medium texture named F2 and Dense texture named F3. Their packaging information is described in Table I.

In this study it was also included two developed formulations named Lotion (D1) and Cream (D2). Although these formulations are not similar to the commercial ones (F1, F2 and F3), they were selected because they are very simple; the components are the same and the difference is in the amount of emollients and emulsifiers used which allow a better understanding on the influence of each component in the results. The formulations of D1 and D2 are described in Table II.

In order to verify if a group of Brazilian consumers of body moisturizers can perceive that there are differences between the three commercial products studied, as well as the product labels indicate, three triangular tests were performed according to the ASTM Sensory Analysis - Triangle Test E1885-04 [12]. The same methodology was used in the triangular test of the two developed samples Lotion (D1) and Cream (D2). In order to verify if they can rank the attribute spreadability a Sensory Analysis – Ranking Test was performed on the formulations F1, F2 and F3 [13].

Table I The three commercial formulations under study with their respective sensory claims and chemical composition, according to the manufacturer.

Samples	Sensorial claim on packaging	Chemical composition declared
F1	Light texture	Aqua, Paraffinum Liquidum, Isopropyl Palmitate, Glycerin, CetearylAlcohol, Glyceryl Stearate Citrate, Dimethicone, Glyceryl Glucoside, Maris Sal, Ethylhexylglycerin, Sodium Hydroxide, Carbomer, Phenoxyethanol, Linalool, d-Limonene, Parfum.
F2	Medium texture	Aqua, Paraffinum Liquidum, Glycerin, Cetearyl Alcohol, Glyceryl Stearate Citrate, C15-19 Alkane, Butyrospermum Parkii Butter, Glyceryl Glucoside, Ethylhexylglycerin, Dimethicone, Sodium Hydroxide, Carbomer, Phenoxyethanol, Linalool, d-Limonene, Hydroxyisohexyl 3-Cyclohexene Carboxaldehyde, Alcohol, Alpha-Isomethylionone, Citral, Geraniol, Parfum.
F3	Dense texture	Aqua, Paraffinum Liquidum, Isohexadecane, Glycerin, Isopropyl Palmitate, Microcristalline Wax, PEG-40 Sorbitan Perisostearate, Polyglyceryl-3 Diisostearate, Prunus Amygdalus Dulcis Oil, Glyceryl Glucoside, Maris Sal, Magnesium Sulfate, Sodium Citrate, Citric Acid, Potassium Sorbate, Ethylhexylglycerin, Linalool, d-Limonene, Benzyl Alcohol, Geraniol, Citronellol, Butylphenyl Methylpropional, Alpha-Isomethylionone, Parfum.

Table II Developed formulations Lotion (D1) and Cream (D2) used in the study.

INCI Name	Lotion (D1)	Cream (D2)
Aqua	87.00	83.00
Carbomer	0.20	0.20
Disodium EDTA	0.10	0.10
Caprylhydroxamic acid (and) Phenoxyethanol (and) Methylpropanediol	0.70	0.70
Glycerin	3.00	3.00
Cetearyl Alcohol and Ceteareth-20	4.00	6.50
Caprylic/Capric Triglyceride	3.00	4.00
Neopentyl Glycol Diheptanoate	2.00	2.50
Sodium Hydroxide	To pH 5.5-6.0	

Methods

Sensorial analysis

The test was approved by the ethics committee of the Campinas University UNICAMP under number CAAE 61532916.2.0000.5404. All volunteers received written and spoken explanations about the products applied and safety aspects. Volunteers with allergies, eczemas and skin hypersensitivity were excluded. Volunteers with fingers with excessive callosity were excluded also as the tests involved tactile evaluation. Gestational volunteers or infants were also excluded.

In the triangle test it was added 2 drops (0.05g) of Mane® BodyCare Essence 102.591 in 30 grams of each commercial product in order to be harder to recognize the one which is different by its fragrance, since it is desired that the evaluation be made by touch. The formulations Lotion (D1) and Cream (D2) were prepared without fragrance, so they did not need any olfactory modification. In the ranking test and in the instrumental evaluation this fragrance addition was not done.

Three circular marks with 51 mm diameter each were made in the forearm of each volunteer. Using a 1.0 ml syringe without needle, a 0.03 ml sample was added in each circle (0.03 ml corresponds to 0.06 g – average of 10 weights of each sample). The recommended amount for most lotions and creams is 0.63 ml in a 51 mm diameter circle ASTM E1490-11 [14]. This applied amount $3\text{mg}/\text{cm}^2$ is slightly higher than the clinical efficacy testing dose $2\text{mg}/\text{cm}^2$. The volume applied was set not to tire the volunteer and it was adjusted to be absorbed after 10 to 15 rotate movements after each application. This amount was kept during all the sensorial tests. Doses varying from $2.4\text{mg}/\text{cm}^2$ to $15\text{mg}/\text{cm}^2$ are reported in the sensorial test literatures. [3, 27, 28] The volunteer was asked to perform circular movements with one finger of the other hand until the product was absorbed. The first sample to be tested was standardized as the one closest to the

forearm fold, after the middle sample and the last one to be tested was the one closest to the hand, as shown in Fig.1. Samples were identified using three randomly generated digits selected from the random number table generated by the Excel® program (Microsoft USA). The temperature and relative humidity of the environment at the time of testing were measured and controlled. Humidity maintained at oscillations less than 8% and the temperature maintained at oscillations less than 2.8°C as described in ASTM E1490-11 [14]. The order of presentation of the samples was balanced and randomized for each evaluator [13].

In the triangle tests the emulsions were tested two by two - F1 versus F2; F2 versus F3; F1 versus F3; D1 versus D2. For each test three samples are applied, two equals and one different. According to the triangular test method the volunteer was warned of the existence of a different sample in the set of three applied. A record was created stating the identification of each sample and asked the volunteer to identify the number of the sample that judged different from the others regarding to the overall impression. In the record there was an open space to write some impressions if they wanted to do it. The test plan was assembled in order to have the total randomization of the samples and the sequence of application: volunteer #1: AAB, volunteer #2: ABA, volunteer #3: BAA, volunteer #4: BBA, volunteer #5: BAB, volunteer #6: ABB, etc [13]. The result was obtained by checking the table of ASTM E1885-04 [12] for the number of evaluators and what is the minimum number of correct answers to consider there is a significant difference between the samples.

Test 1: Light (F1) versus Medium (F2) - A total of 59 volunteers attended the test: 43 women (ages 19-54) and 16 men (ages 20-37).

Test 2: Medium (F2) versus Dense (F3) - A total of 66 volunteers answered the test including 46 women (ages from 19 to 54 years) and 20 men (ages from 20 and 37 years).

Test 3: Light (F1) versus Dense (F3) - In this test 62 volunteers attended: 45 women (aged between 20 and 54 years) and 17 men (aged between 21 and 37 years).

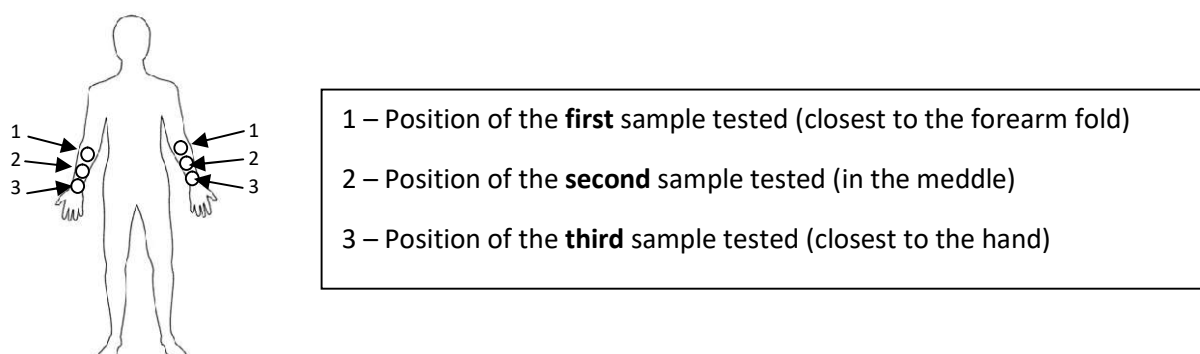


Figure 1 Illustrative diagram of the forearm region where the application of the samples and the application sequence used in the Sensorial tests occurred.

Ranking Test is a method for sensory evaluation with the aim of placing a series of test samples in rank order. The Ranking Test allows for assessing differences among several samples based on the intensity of a single attribute, in this study how easy it was to spread the commercial emulsions onto the skin.

For each test, the three samples are balanced and randomized. According to ranking method the volunteer was instructed to evaluate the samples and to classify them in difficult to spread, easy to spread and very easy to spread. The test plan was assembled in order to have the total sample randomization and the application sequence: volunteer #1: ABC, volunteer #2: BCA, volunteer #3: CAB, volunteer #4: BAC, volunteer #5: ACB, volunteer #6: CBA, etc [13]. For samples classified as difficult to spread was given grade 1, easy to spread received grade 2 and very easy to spread grade 3. The result was obtained through scores awarded for their results adding up the notes of each sample. There will be a significant difference among the samples if the Friedman test indicates Ftest value bigger than the Ftest critical. Ftest value is calculated as follows: [13]

$$F \text{ test} = \frac{12}{A t (t + 1)} (S_1^2 + \dots + S_p^2) - 3 A (t + 1)$$

Where S1 is the sum of scores of sample 1, A is the number of assessors and t is the number of samples tested.

If this scenario occurs, the minimum significant difference (MSD) is found in the Christensen table. If the sum of the scores is greater than the MSD for the number of volunteers there is a significant difference in the samples with 95% confidence [13].

Conductivity Measurements of the Samples

Conductivity measurements were performed by direct immersion of the probe (Conductivity meter, US China) in the emulsions at 25°C. The results were reported in $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. The tests are expressed as mean values of three independent measurements. The equipment error is declared as 2%. The final error-value expressed the biggest value among the equipment error or the standard deviation of the three measurements [15].

Texture profile

The labels of the commercial products use the word texture as an important characteristic of these products. The products are classified by the producer into three different levels (Light, Medium and Dense) of texture. In order to verify if instrumental analyzes can also rank them it was made texture profile to evaluate if the sensorial differences found are clearly expressed in the equipment. The Lotion and Cream developed samples were also analyzed in the same way: 10g of sample was added in Falcon tube (50ml with 27mm diameter). The samples were centrifuged at 4000rpm (Universal Centrifuge 320R) for 3 minutes to remove air bubbles that could affect the reading. [22, 24] Accelerated stability test uses to perform centrifugation at 4000rpm, 25°C and 15 minutes. [29] In order to check if this procedure has negatively affected the samples, creating a phase separation, after the centrifugation the tubes were observed against light. No phase separation was detected in all tubes.

The equipment used was TA.XTplus (Stable Micro Systems, UK) texturometer equipped with radiused cylinder probe P/0.5R (4mm in diameter), the insertion velocity

was 1mm/s until reaching the sample. Samples were compressed once (0.5mm/s; 10mm depth). Data was treated using the Exponent Lite software version 6.1.15.0. (Stable Micro Systems, UK). The test was performed in triplicate at room temperature.

Rheological behavior

The rheological measurements carried out on a Rheometer TA Instruments model AR2000. Data were read in Advantage/Universal Analysis software from TA Instruments version 5.5.24.

Continuous flow tests performed with plate-plate geometry of 40 mm diameter. The analyzes were done in triplicate and at two temperatures 25°C and 32°C that simulates skin temperature [15]. During continuous measurements the shear rate increase was 0-100 s⁻¹ (in the upward curve) and 100-0 s⁻¹ (in the downward curve).

The oscillatory measurements performed at 25°C and 32°C using a 40 mm diameter plate/plate. The frequency sweep test was done from 0.1 to 10 Hz in 1% constant strain. The emulsions tested were characterized by the determination of the Storage Modulus (G') and Loss Modulus (G'') and the ratio G''/ G' reported as tan δ - damping factor [15]. Approximate sample volume used in the test is 0.25ml because the distance between the metal plates needs to be 200 micrometers. The volume applied (40 mg/cm²) is higher than the efficacy dose (2 mg/cm²).

Results and discussion

Sensorial analysis

Triangle Tests

The triangle tests are simple to apply, to get the results and do not need trained people. According to ASTM E1885-04 [12] the minimum number of volunteers recommended to

determine if there is a significant difference is 18 volunteers. The results of the triangle tests are described below and summarized in Table III. There was an open space on the record given to the volunteer where they could write it down. Although triangular tests do not reveal what the difference is, since more than half of the volunteers who hit the different sample wrote what is the main characteristic that indicates the different sample, this information was taken into account.

Test 1: Light Texture (F1) versus Medium Texture (F2)

The test was performed in a room with a temperature of 24.1-25.1°C and 54-56% of relative humidity. 31 people correctly indicated the different sample. Although 31 into 59 is almost 50:50 split when this number of correct answers is evaluated regarding ASTM E1885-04 [12] table, 31 correct answers is the minimum to consider the samples different with alpha of 0.001 which corresponds to a 99.9% confidence.

The Light texture was described as lighter and aqueous (4), less viscous (2), easier to spread onto skin (2), lighter (1), faster absorption (1) and the Medium Texture was described as difficult to spread onto skin (5), more viscous (3), faster/easier to spread onto skin (2), oily (1), milky (1), sticky (1), lighter (1). These descriptions were done by 18 volunteers from the 31 who has correctly indicated the different one and the number in the parenthesis was the number of similar comments. The viscosity of the Light Texture (F1) is 27.2 Pa.s and the viscosity of the Medium Texture is 32.0 Pa.s. Although the difference between the viscosities is very small it is noted by the volunteers.

Test 2: Medium Texture (F2) versus Dense Texture (F3)

The test was performed in a room with a temperature of 24.1-25.1°C and 54-56% of relative humidity. In this test, 54 people hit the one which was different in the set. Using 66 volunteers the minimum of correct answers to consider different is 35 with alpha 0.001 [12]. As 54 hit the correct sample, the medium texture and dense texture samples are considered different with 99.9% of confidence. The Medium Texture was identified as

easier to spread onto skin (6), less viscous (6), faster absorption (6), lighter (2), more viscous (1), oily (1), less oily (1), less shiny (1), milder (1), difficult absorption (1). The Dense Texture was identified as more viscous (7), difficult/slower to spread onto skin (7), oily (4), difficult absorption (3), dense (1), shine (1), heavier (1), fluid (1), sticky (1), milky (1). 35 volunteers from the 54 which have hit the correct answer have written these comments regarding the samples tested. The viscosity of the Medium Texture (F2) is 32.0 Pa.s and the viscosity of the Dense Texture is 16.3 Pa.s which were not captured by the volunteers.

Test 3: Light Texture (F1) versus Dense Texture (F3)

The test was performed in a room with a temperature of 22.3-22.6°C and 50-52% of relative humidity. 50 people correctly pointed the different sample, as this number is higher than 34 which is the minimum of correct answers to consider different with alpha 0.001; the light texture and dense texture samples are considered different with 99.9% of confidence. Although this test was run in a temperature lower than the other tests it is valid because the temperature oscillation was less than 2.8°C as it is recommended in ASTM E1490-11 [14]. The Light Texture was named as easier to spread onto skin (9), less viscous (9), similar to water/gel (3), lighter (2), easier/faster absorption (1), fresh (1), smoothness to the skin (1) and the Dense Texture was named as more viscous (8), difficult to spread onto skin (5), difficult absorption (5), dense (3), creamy (2), less viscous (2), less emollient (1), sticky (1), more moisture (1), oily(1). All these notes were done by 32 volunteers from the 50 ones which correctly pointed the different sample. The viscosity of the Light texture (F1) is 27.2 Pa.s and the viscosity of the Dense Texture (F3) is 16.3 Pa.s and the volunteers indicated the opposite.

Test 4: Developed Formulas Lotion (D1) versus Cream (D2)

At this time 78 volunteers collaborated in the test: 60 women (aged between 20 and 54 years) and 18 men (aged between 21 and 37 years). The test was performed in a room

with a temperature of 25.3-25.6°C and 50-52% relative humidity. ASTM E1885-04 indicates the minimum of correct answers with alpha 0.001 is 40 when the test has 78 volunteers. As 48 people pointed as different the different one the lotion and cream samples are considered different with 99.9% confidence. [12]

The Lotion was recognized as less viscous (5), faster absorption (4), aqueous (4), easier to spread onto skin (2), lighter (1), less sticky (1), more emollient (1). The Cream was recognized as more viscous (8), oily (5), difficult do spread onto skin (4), dense (2), heavier (1), creamy (1), easier to spread onto skin (1), milder (1), difficult absorption (1), less viscous (1). This recognition was done by 30 volunteers from the 48 which correctly pointed the different one. The rheological analysis has indicated the viscosity of the lotion is 6.5 Pa.s and the viscosity of the cream is 32.5 Pa.s and this difference was noted by the volunteers.

The type of emulsion is evaluated through conductivity test. In most cases, the aqueous phase contains some electrolyte whereas the oil phase does not, and hence, the electrolyte conductivity is the property that is measured to detect the emulsion type. High conductivity values (higher than 50 $\mu\text{S.cm}^{-1}$) indicate O/W emulsions, whereas low conductivity values ($<1\mu\text{S.cm}^{-1}$) indicate W/O emulsions [15]. The conductivity test showed that F3 Dense texture is a W/O emulsion and all others are O/W emulsions. The results found on the conductivity analysis are shown in Table IV.

The results of triangular sensory analysis show that all samples are different from each other. But the balance between the correct answers and the incorrect answers is quite different. The amount of correct answers is much higher when comparing emulsions of different type. When an O/W (F3 Dense) emulsion is compared with a W/O (Light texture F1 or with Medium texture F2) the number of correct answers is much larger than the number of errors. The number of correct answers is closer than the number of errors when two emulsions of the same type are compared - F1 versus F2, or D1 versus D2, both cases W/O emulsions.

Table III Triangular Sensory Analysis results on the overall impression of F1, F2 and F3 commercial products and D1 and D2 formulations.

Test	Sample	Sample	Number of assessors	Number of correct responses	Errors	Significance ^a	Final Result
1	F1 (Light)	F2 (Medium)	59	31	28	Yes*	Samples are different
2	F2 (Medium)	F3 (Dense)	66	54	12	Yes*	Samples are different
3	F1 (Light)	F3 (Dense)	62	50	12	Yes*	Samples are different
4	D1 (Lotion)	D2 (Cream)	78	48	30	Yes*	Samples are different

^a According to ASTM E1885-04 the α –risk is stated for the trials with significant differentiation (* α = 0.001).

It is also interesting to see that on similar emulsions (O/W) the volunteers indicated the correct viscosity grade even when the viscosity difference is small (Triangle Test 1), but when different emulsions (O/W versus W/O) are tested the volunteers named the opposite (Triangle Tests 2 and 3).

Comparing the D1 and D2 formulations there are small changes into the percentages of emulsifier system (2.5% difference between them), and emollients (1.5% difference) and these small changes was perceivable by the volunteers and are enough to classify them as different by the sensorial analysis using triangle test for global perception in a non-trained panel.

Table IV Conductivity of the emulsions F1, F2, F3, D1 and D2 and its type of emulsion. The results are expressed as mean values of three independent measurements (with the biggest value between 2% and the standard deviation of the three measurements).

Conductivity ($\mu\text{S.cm}^{-1}$) at 25°C	F1 (Light)	F2 (Medium)	F3 (Dense)	D1 (Lotion)	D2 (Cream)
Mean values of three measurements.	328 \pm 7	202 \pm 4	0 \pm 0	437 \pm 11	388 \pm 14
Type of Emulsion	O/W	O/W	W/O	O/W	O/W

Higher Conductivity values $>50 \mu\text{S.cm}^{-1}$ indicate O/W emulsions and lower values $< 1 \mu\text{S.cm}^{-1}$ indicate W/O emulsions.

Ranking Test

The ranking test was run asking the assessors to classify the samples regarding the increase the easiness of spreading onto skin. The total of 55 non-trained people attended the test, among them 47 women (aged 23 to 59 years) and 8 men (aged 20 to 37 years). The test was performed in a room with a controlled temperature of 21.8-22.5°C and 48-50% relative humidity. The easiness of spreading onto skin sensation was explained to the volunteers using their memory of some common products which are difficult to spread onto skin (as diaper creams and tooth paste) and easy to spread (as body lotions) and very easy to spread on skin (as water and baby oil). The three commercial products were randomly presented to the assessors asking them to run 15 circles per sample. At the end of each sample evaluate them how easy it was to spread them onto skin, comparing them. The scores attributed: 1 for difficult to spread onto skin, 2 for easily spreading onto skin and 3 for very easy to spread onto skin. The sum of the scores of the Formulation F1 was 144, the sum of the scores of the F2 was 125 and for F3 it was 65. The Fvalue was calculated and the result is $F_{\text{test}} = 77.9$. As $F_{\text{test}} (77.9)$ is bigger than the Fvalue critical

(5.99 with α 0.05) the conclusion is that at least 2 samples are different. After consulting the table of Christensen for 55 assessors the minimum significant difference (MSD) is 21 with 95% confidence [13].

The calculation of the differences was made as follows:

| Sum of the scores of F1 - Sum of the scores of F2 | = |144-125| = 19

| Sum of the scores of F1 – Sum of the scores of F3 | = |144-65| = 79

| Sum of the scores of F2 – Sum of the scores of F3 | = |125-65| = 60

Samples F1 compared with F2: since the difference between the sums of the scores was (19) smaller than the MSD (21) there is no significant difference on the spreadability of the F1 and F2 samples, 95% confidence. These emulsions are the same type (O/W) and they have the same group of components regarding the quality composition (Table I).

Samples F1 compared with F3: as the difference of the sum of the scores is (79) greater than 21 there is significant difference between the spreadability of these formulas, 95% confidence.

Sample F2 compared with F3: as the difference of the sum of the scores is (60) greater than 21 there is significant difference between the spreadability of these formulas, 95% confidence.

Therefore in the ranking test the samples classified as easier to spread on the skin were F1 Light and F2 Medium and there is no significant difference between them with 95% confidence. The most difficult sample to spread onto skin was the F3 W/O emulsion and the difference is significant with both the F1 sample and with the F2 sample, both with 95%

confidence. This result represents the evaluation when the three samples are presented together. It is interesting to see that the easiness or difficulty of spreading onto skin was frequently cited by the volunteers as the sensation felt on the different sample in the triangle test.

Pure emollients were already tested on easiness of spreading using sensorial analysis using professional panel [16] and emulsions with different emollients were also evaluated by sensorial analysis on easiness of spreading using trained panel [17]. As most of authors agreed that sensorial analysis (Quantitative Descriptive Analysis – QDA[®]) is widely used but expensive and time consuming [1, 3-6, 9, 10,18] the results using the triangle and the ranking tests are good options to have faster, cheaper and useful results on research and development of emulsions and other skin care products.

Texture Analysis

Texture analysis is a multidisciplinary approach with applicability in many different fields and it has been studied in characterization of cosmetic formulations. [3, 4, 19-26] The texture profile analysis (TPA) is done by a probe insertion into a sample and its trajectory to coming back the surface. The measurement of the force done during the insertion and the resistance of the product to detach the probe are expressed in parameters: firmness, consistency, cohesiveness and work of cohesion. The summary of the TPA results are shown in Table V.

The firmness of materials expresses their resistance to deformation, i.e. the maximum force required to get into a sample. The probe mimics the finger putting pressure under the skin surface. [26] The total work done to achieve this maximum is the consistency. Firmness and consistency have been reported as the easiness of application and the

spreadability onto the skin, respectively [3, 22]. The firmness results and the consistency results are shown in Fig.2.

When the probe is coming back to the surface it suffers the resistance of the product and this negative force is named cohesiveness. The total work done to detach the probe from the product is the work of cohesion. Work of cohesion is the work required to overcome the attractive forces between the surface of the sample and the surface of the probe. High cohesiveness and work of cohesion of the formulations ensure prolonged adhesion of the formulation to the biological surfaces [24] and relates to the stickiness of the sample [26]. The cohesiveness and the work of cohesion are expressed in Fig.2.

The values of texture analysis presented in Table V indicate the formulation F3 as the lowest values in all parameters: resistance to deform, consistency, cohesiveness and work of cohesion. Which means the F3 is the easiest to be applied on the skin, to spread on the skin and the lowest adhesion on the skin. These results are totally the opposite achieved by the sensorial analysis (ranking test) which indicates F3 as the more difficult to be applied on the skin when compared with F1 and F2.

The results from texture profile on firmness using only the standard deviation to point the significant difference the result could be generally expressed by: $F3 < F2 < F1 < D1 < D2$. In the same way the results from consistency, could be generally expressed by $F3 < F2 = F1 < D1 < D2$. When these measurements are compared with the easiness of application and spreadability [3,22] it is expected to have the same on the sensorial analysis. But, the results from easiness to apply on the skin achieved by the sensorial analysis – ranking test can be expressed by: $F1 = F2 < F3$ with 95% significance.

In order to better understand this unexpected result, several points were checked as follow.

Number of replicates: Several authors measured the texture of cosmetics using three replicates as it is recommended by the equipment manufacturer. [1, 3, 4, 17, 19, 22-26]

Error of the measurements: The standard deviation of the three replicates is shown in the Table V. The standard deviation found was compared with the literature and the values are similar or even lower. [1, 19, 22-24] The equipment manufacturer indicates standard deviation lower than 10% of the mean as good value. Most of the measurements are much lower than 10%. The only one which is higher than 10% is the lowest one.

The probe: regarding the equipment manufacturer and the viscosities of these samples the probe used is the most appropriated to evaluate them.

The ratio of the jar size diameter and the probe: A texture study done by Gilbert et al demonstrates that using wide different experimental conditions strongly impacts textural but as it was kept the same probe speed and container's diameter in all evaluations the textural measurements should be correlated to the rheological ones. [25]

Further investigation can be done on trying a different method as it is described by Gilbert et al [25]. For example, to use a wide probe and completely displace a cream sample (rather than entering into the sample surface), and to use a spreadability rig. Those actions might be more imitative of the action occurring when the formulas are spread onto skin.

Table V Results of the texture analysis profile of the studied samples expressed in mean values of the results of the triplicate analysis and the standard deviation. The standard deviation is expressed in percentage of the mean allocated into the parenthesis.

Samples	Firmness (N)	Consistency (N.s)	Cohesiveness (N)	Work of Cohesion (N.s)
F1 (Light)	0.037±0.001 (2.7%)	0.496±0.013 (2.6%)	-0.014±0.001 (7.1%)	-0.332±0.017 (5.1%)
F2 (Medium)	0.029±0.001 (3.4%)	0.400±0.003 (0.8%)	-0.013±0.001 (7.7%)	-0.242±0.007 (2.9%)
F3 (Dense)	0.019±0.001 (5.4%)	0.239±0.005 (2.1%)	-0.006±0.001 (16.7%)	-0.088±0.003 (3.4%)
D1 (Lotion)	0.062±0.001 (0.0%)	0.890±0.012 (1.3%)	-0.030±0.001 (3.3%)	-0.437±0.036 (8.2%)
D2 (Cream)	0.116±0.002 (1.7%)	1.766±0.054 (3.1%)	-0.072±0.001 (1.4%)	-0.927±0.061 (6.6%)

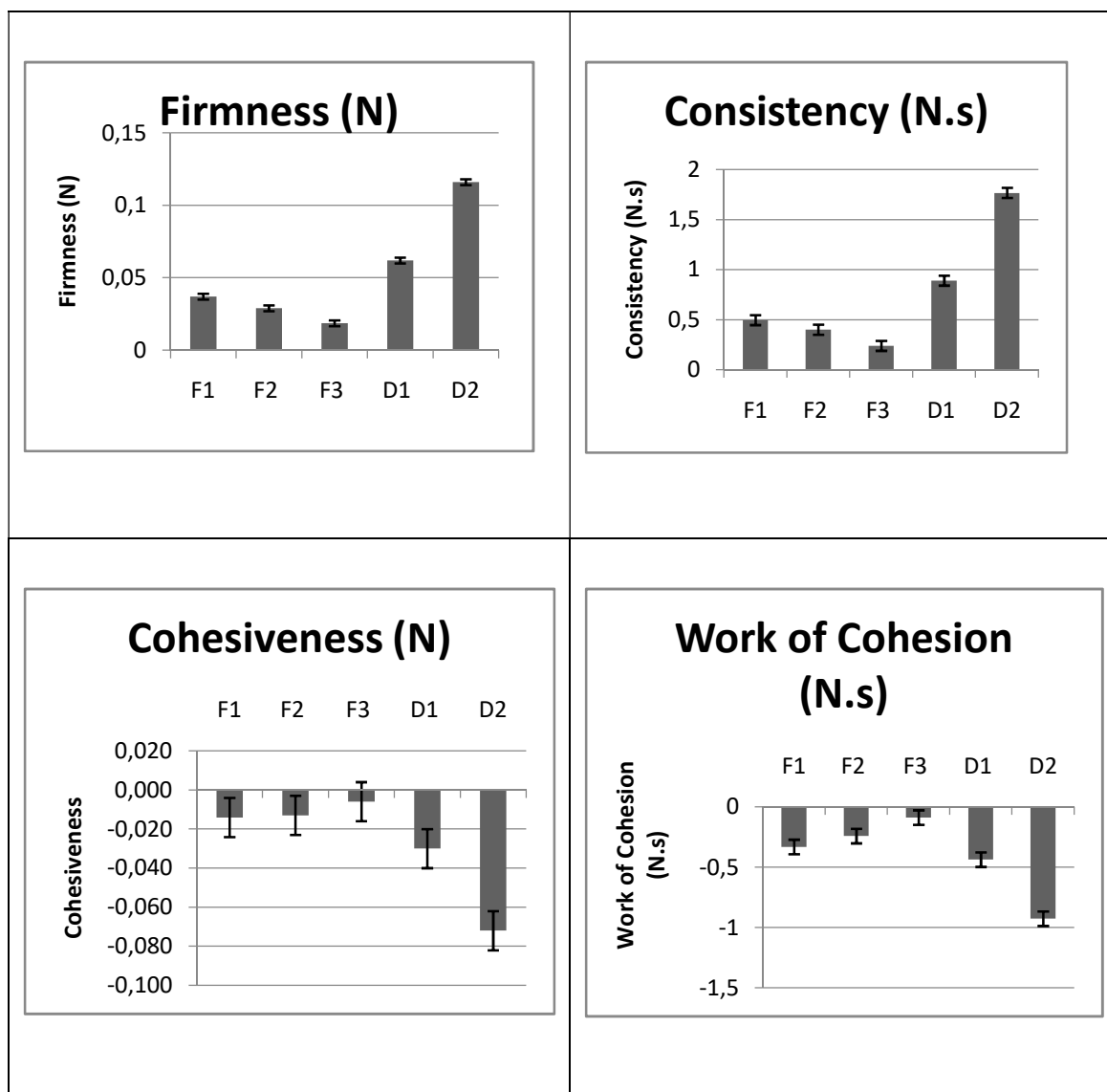


Figure 2: Texture Analysis Profile of the emulsions studied at 25°C. Firmness (N) and Consistency (N.s) are shown in upper line and Cohesiveness (N) and Work of Cohesion (N.s) are shown in lower line.

Rheology

Rotation Analysis

The results of flow analysis performed at room temperature (25°C) and in a temperature similar as the human skin (32°C) are given below. All the emulsions tested have non-Newtonian behavior. In Fig.3 are plotted the Shear Stress versus Shear Rate of samples

F1, F2 and F3. Fig.4 shows the Shear Stress versus Shear Rate plot for samples D1 and D2. In Fig.5 are the Shear Rate versus viscosity graphs of samples F1, F2 and F3. In Fig.6 are the Shear Rate versus viscosity graphs of samples D1 and D2.

The curves of the formulations F1, F2, F3, D1 and D2 are different from each other at the same temperature. There were no major changes in the F1, F2, F3, D1 and D2 curves with the temperature oscillation, so the samples have the same behavior in the jar and onto skin.

The outward and backward curves are not overlapped in the formulations F1, F2 and D2 denoting thixotropy. This thixotropy is more pronounced in F1 than in F2 or D2 and it is present in both temperatures.

F1 and F2 emulsions have the same emulsifier and thickening systems; respectively Glyceryl Stearate Citrate/Glyceryl Glucoside and Cetearyl Alcohol/Carbomer. These differences found on the thixotropies in F1 and F2 could be related to the concentration of these thickening agents Cetearyl Alcohol and Carbomer.

In F3 and D1 the outward and backward curves are overlapped, so there is no significant thixotropy.

Comparing the formulations of D1 and D2, both have the same emulsifier and thickening systems (Table II). But D1 has no thixotropy and D2 has it. Thus as the quantity of Carbomer in both formulations are the same (0.2%), the thixotropy found in D2 is related to the increase of the emulsifier system which contents Cetearyl Alcohol.

Newtonian fluids have viscosity constant when shear rate varies, thus a straight line appears in the graphic shown in Fig.5. As all the curves are not a straight line, the formulations F1, F2, F3, D1 and D2 are Non-Newtonian fluids.

As the viscosity decrease with the increase of shear rate, these formulations (F1, F2, F3, D1 and D2) are pseudoplastic. Is it interesting to note that there are no significant differences among these curves (Fig.5) which could explain the results found on the spreadability results by the Sensorial Ranking Test where a significant difference was found in F3 compared with F1 and F2.

There are no significant changes in the curves when the temperature comes from 25°C to 32°C, thus no different rheological behavior is expected when these emulsions are into the jar and onto skin.

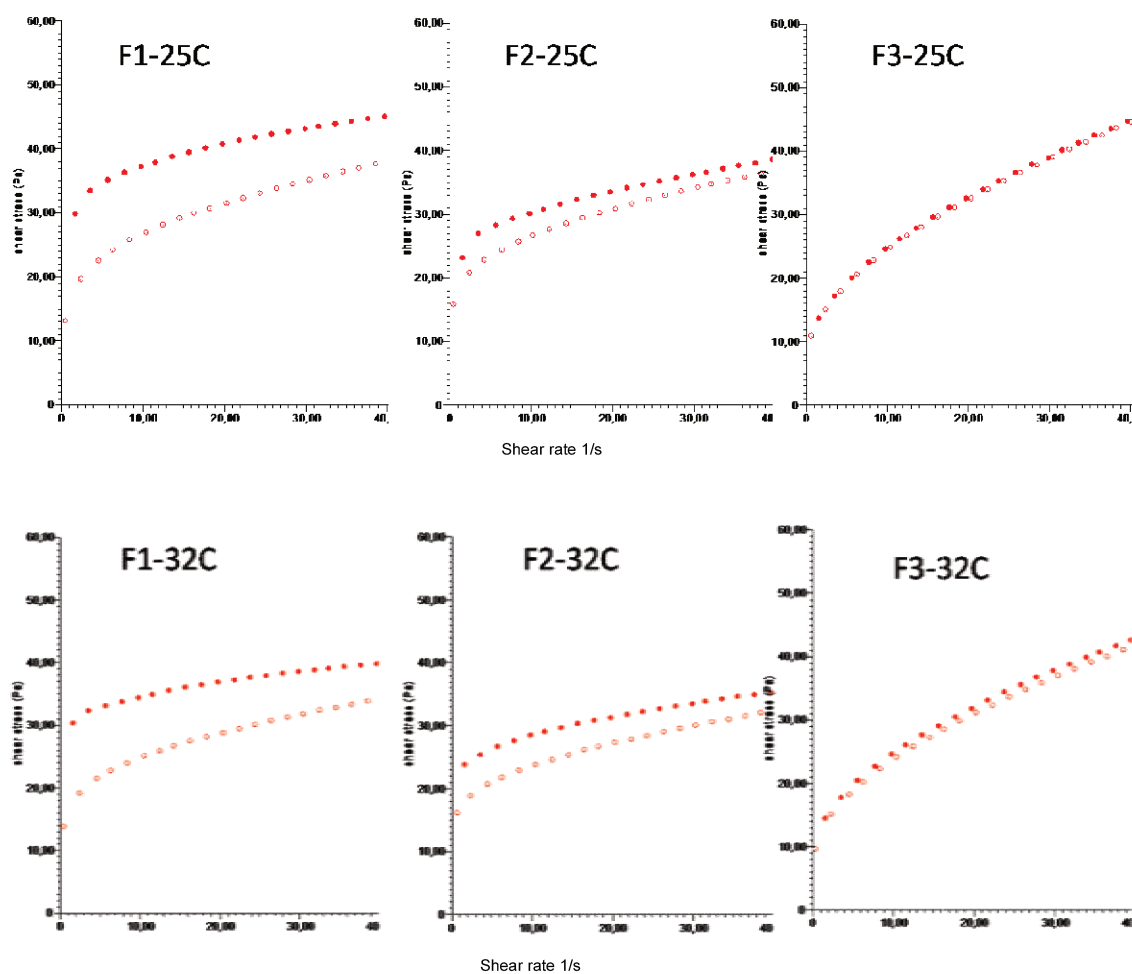


Figure 3: Shear rate x shear stress of the median of the triplicate values of the tested samples F1, F2 and F3, respectively, performed at 25°C (upper line) and 32°C (lower line).

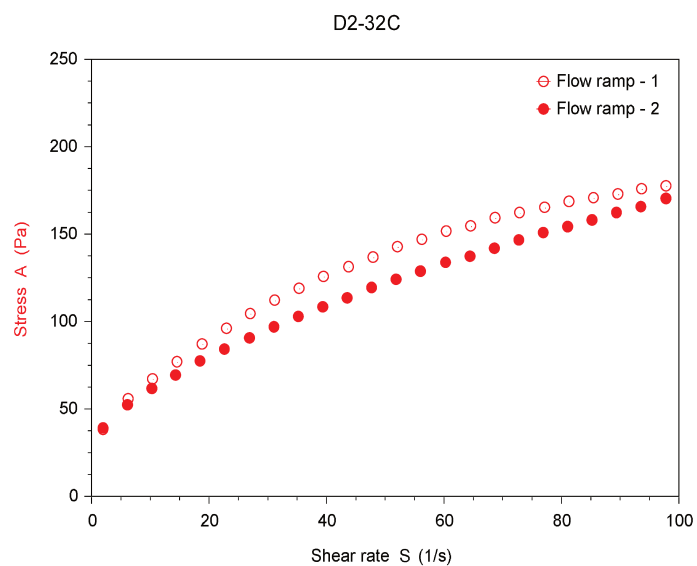
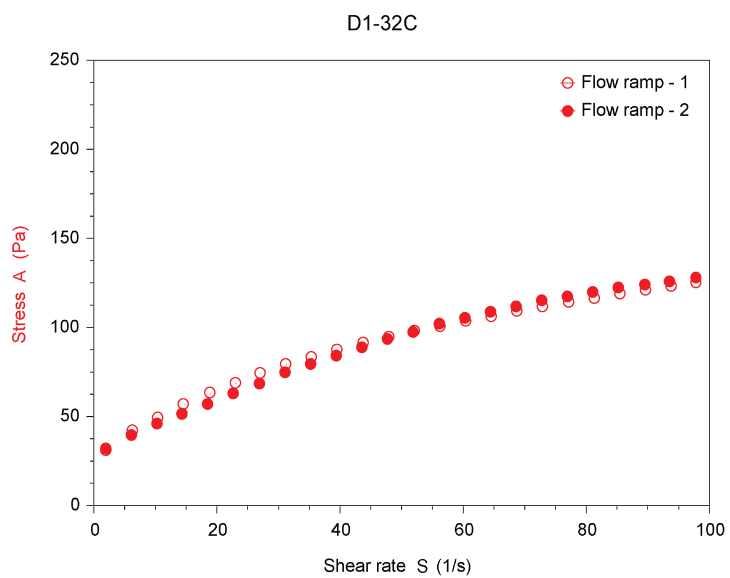
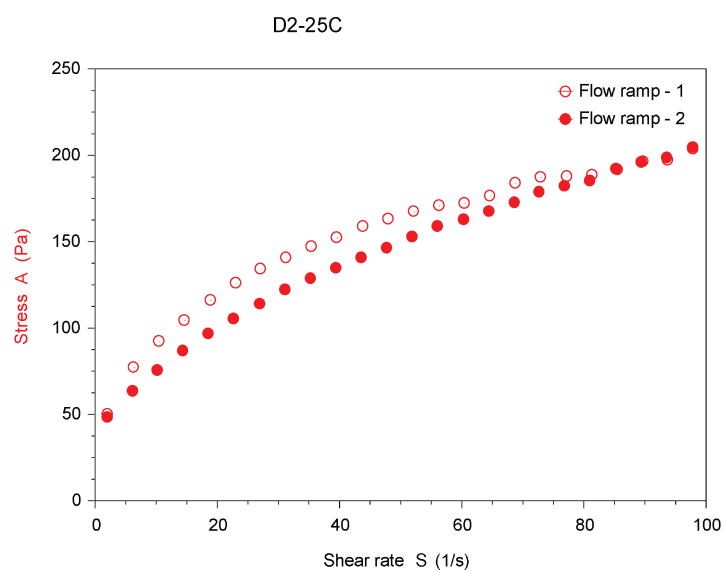
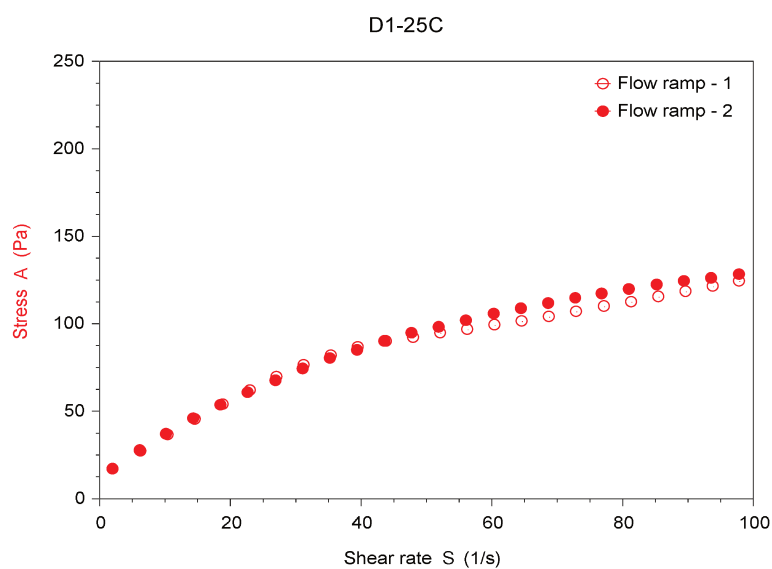


Figure 4: Shear rate x shear stress of the median of the triplicate values of the developed samples D1 and D2, respectively, performed at 25°C (upper line) and 32°C (lower line).

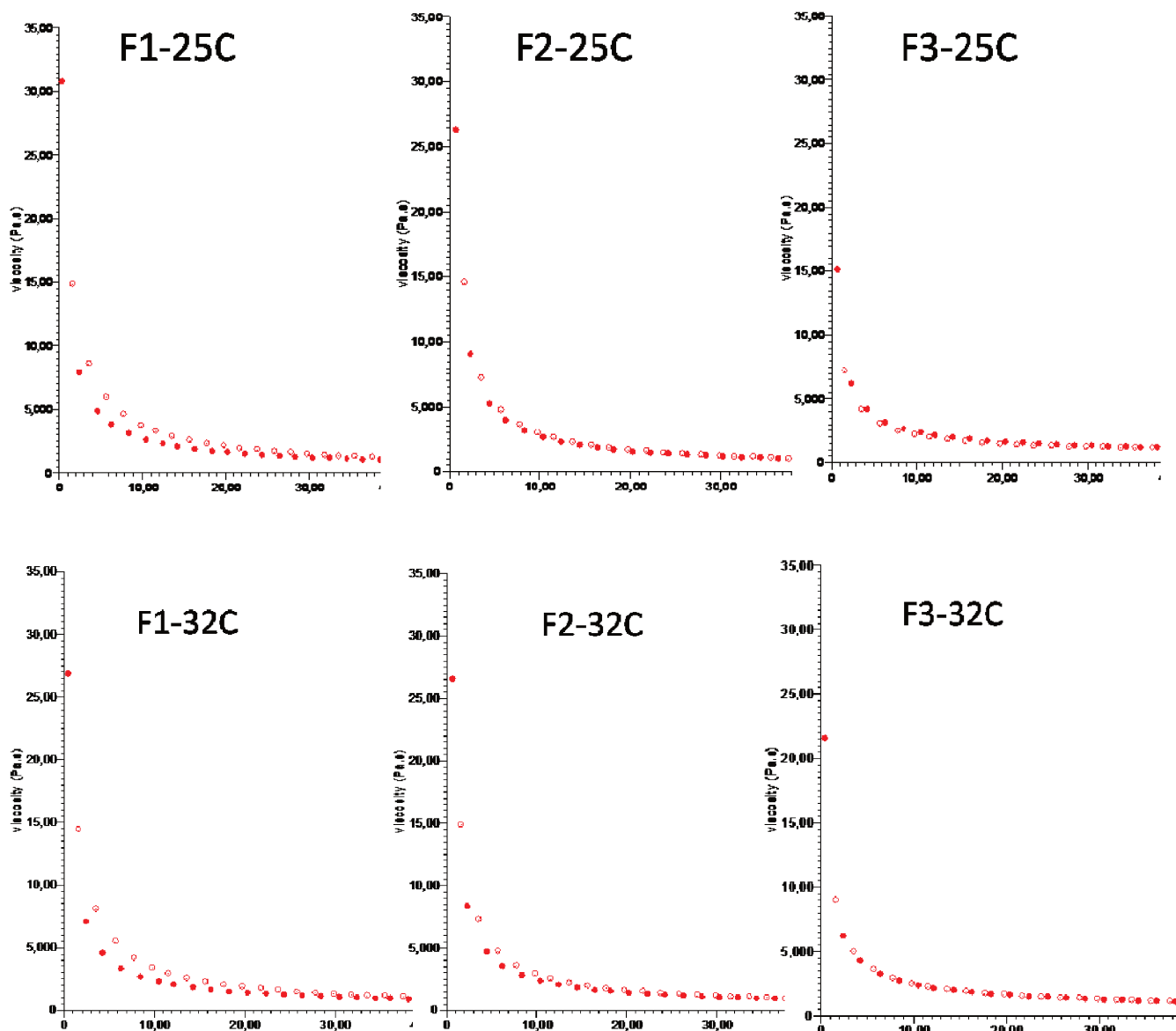
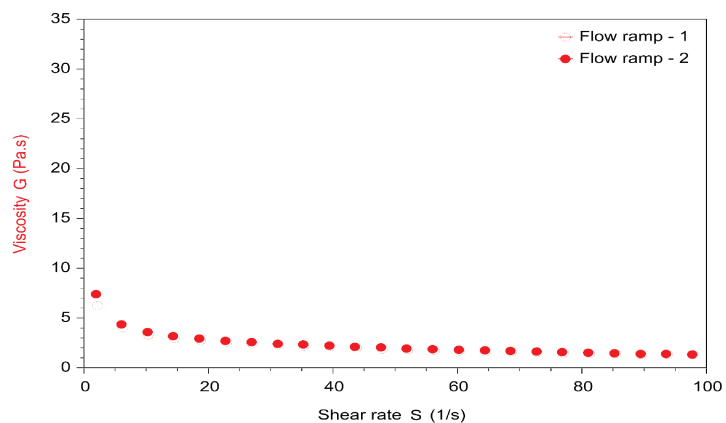


Figure 5: Flow rate (shear rate x viscosity) of the median of the triplicate values of the tested samples F1, F2 and F3 respectively performed at 25°C (upper line) and 32°C (lower line).

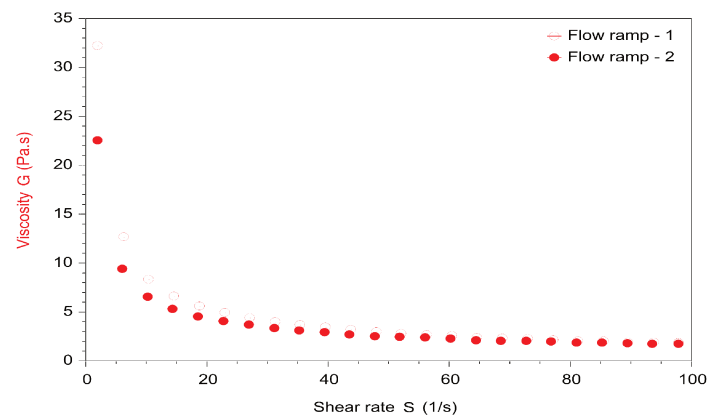
D1-25°C

D1-25C



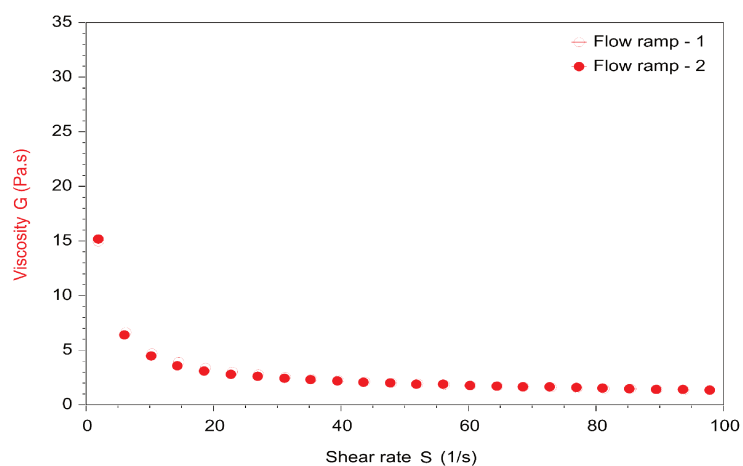
D2-25°C

D2-25C



D1-32°C

D1-32C



D2-32°C

D2-32C

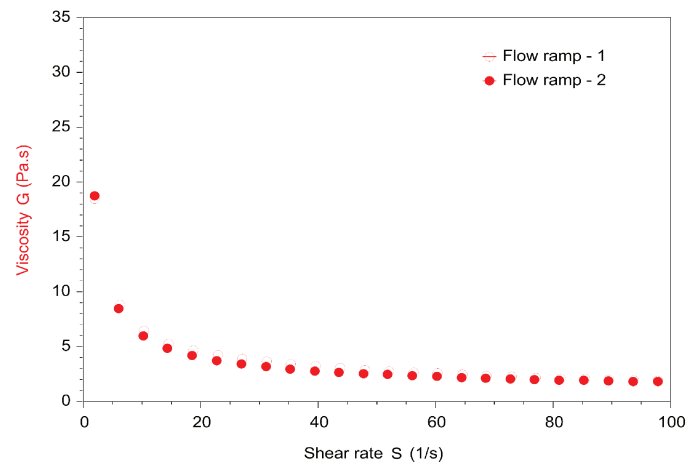


Figure 6: Flow rate (shear rate \times viscosity) of the median of the triplicate values of the developed samples D1 and D2 respectively performed at 25°C (upper line) and 32°C (lower line).

Oscillatory

In the frequency sweep curves of F1, F2, F3, D1 and D2 emulsions the Storage Modulus (G' elastic) is higher than the Loss Modulus (G'' viscous) in entire frequency range and in both temperatures. This is shown in Figure 7 and 8. This behavior shows that the elastic portion is dominant on the viscous portion in these five formulations studied, independently of the emulsion type. The storage modulus G' is a direct measurement of the particle-particle interactions, indicating the inner structure of the material. This also shows a good stability profile on shelf-life due to its internal net.

The lowest value of $\tan \delta$ (G''/G') was found for F3, which could be considered as the most elastic emulsion. F3 is a W/O emulsion and it contains wax (Microcrystalline wax) and polymeric emulsifiers (PEG-40 Sorbitan Perisostearate, Polyglyceryl-3 Diisostearate) which give rigidity to the inner structure comparing with the O/W emulsions (F1, F2, D1 and D2) where there are no wax and have lower amounts of oil than F3. It is important to mention that this behavior was captured in the sensorial analysis (ranking test) where F3 was the most difficult to spread onto skin when compared with F1 and with F2.

Comparing the G' , G'' and $\tan \delta$ it is interesting to see that there are a difference on the position grade (less elastic to more elastic) on the samples when measured at 25°C and 32°C shown in Table VI and VII, respectively. The behavior on the skin is different than in the jar. When the sample is more elastic (F3), it is more difficult to spread onto skin. This result from oscillatory was the same found in the sensorial analysis ranking on spreadability.

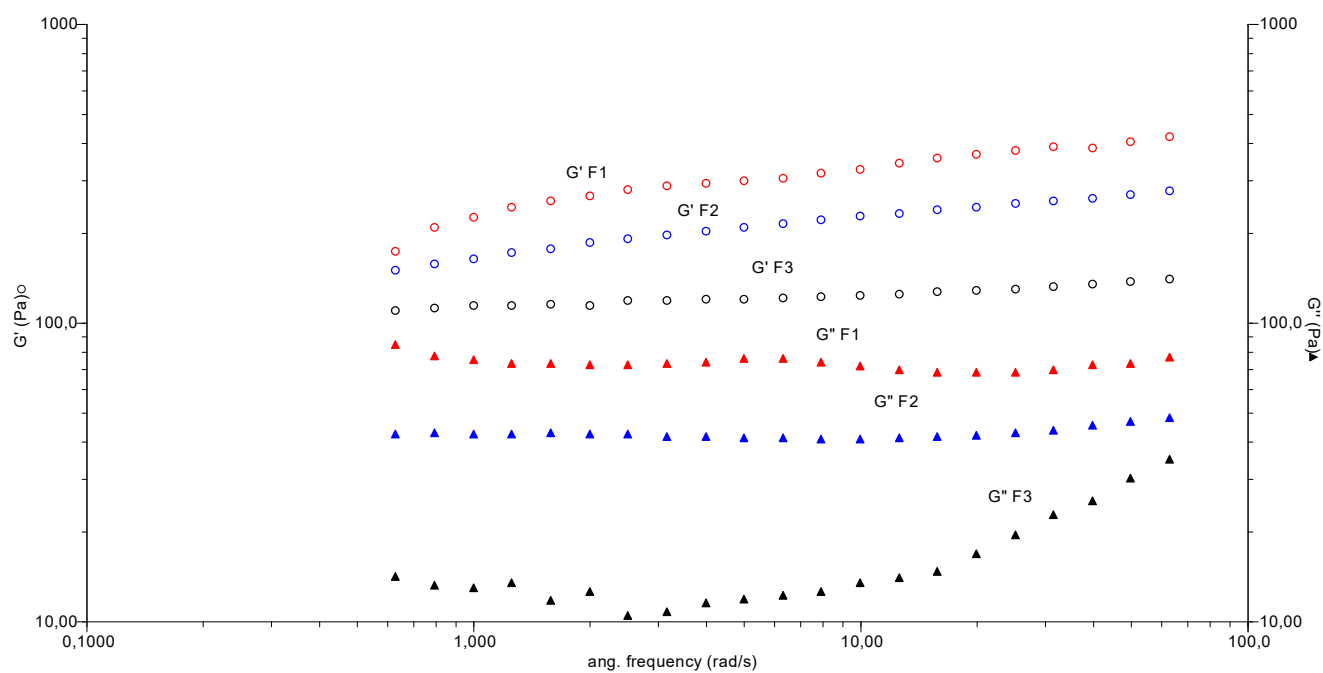


Figure 7: Frequency sweep plot from F1, F2 and F3 emulsions at 25°C where G' -values are shown in circles and G'' in triangles.

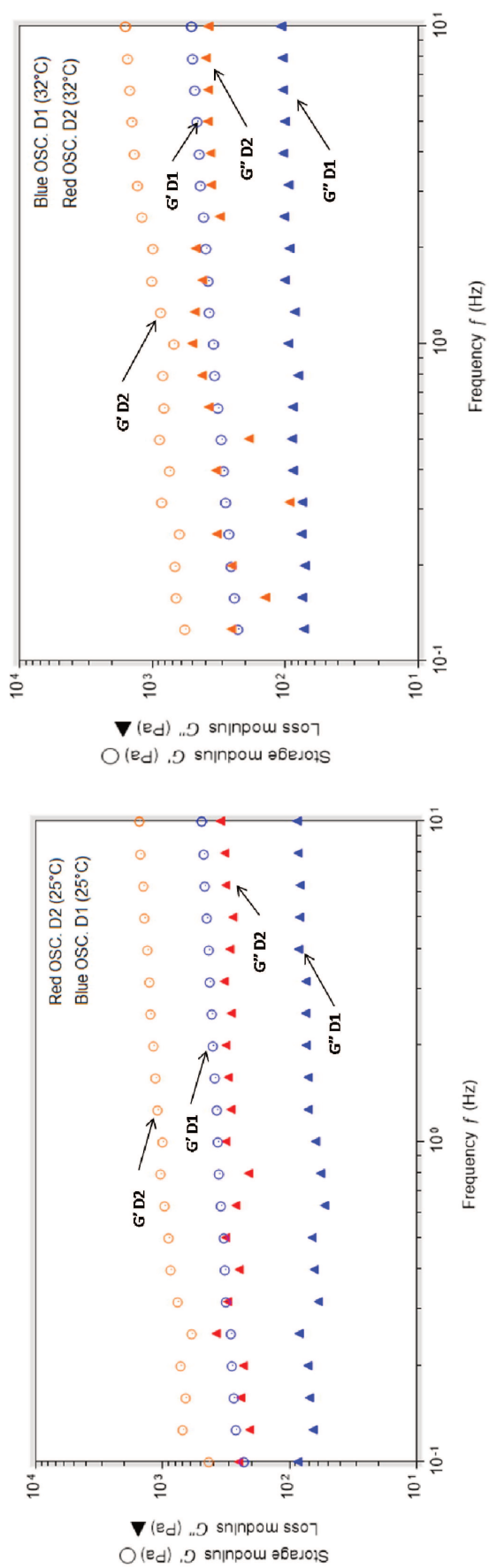


Figure 8: Frequency sweep plot from D1 and D2 emulsions at 25°C and 32°C where G' -values are shown in circles and G'' -values in triangles.

Table VI Results of oscillatory measurements at 25°C expressed in the median of the triplicate analysis

Samples at 25°C		Less Elastic More Elastic				
Angular frequency (rad.s ⁻¹)	Frequency (Hz)	G''/G'				
		D2 Cream	F1 Light	D1 Lotion	F2 Medium	F3 Dense
0.6283	0.1	0.592767	0.494258	0.380762	0.2851279	0.129508
6.283	1	0.323507	0.250493	0.172131	0.1923364	0.101573
62.83	10	0.233571	0.184553	0.181731	0.1753734	0.250394

Table VII Results of oscillatory measurements at 32°C expressed in the median of the triplicate analysis.

Samples at 32°C		Less Elastic More Elastic				
Angular frequency (rad.s ⁻¹)	Frequency (Hz)	G''/G'				
		F1 Light	D1 Lotion	F2 Medium	D2 Cream	F3 Dense
0.6283	0.1	0.589179	0.511719	0.395853	0.322560	0.188271
6.283	1	0.325130	0.277163	0.259397	0.740231	0.116014
62.83	10	0.210903	0.213953	0.223472	0.240809	0.246013

Conclusions

The sensorial differences reported on the labels of the three commercial products were detected after the Sensorial Analysis triangle test. Using the ranking test focusing on spreadability was found that emulsions of the same type O/W labeled as Light texture and Medium Texture has no difference on spreadability with 95% confidence. But when these O/W emulsions were compared with the W/O emulsion labeled as Dense Texture, it was found significant difference on spreadability with 95% confidence. The main advantages of triangle and ranking tests are they are fast, simple in application, simple in statistics and do not need training people to assess them.

The W/O emulsion labeled as Dense Texture received the lower score on spreadability ranking test and it was classified as difficult to apply onto skin when compared with Light and Medium Texture. This result was confirmed by the oscillatory measurements where the Dense Texture had the lowest damping factor-value which means it is the most elastic emulsion tested. But this difficulty on spreading onto skin detected by the sensorial analysis on Dense Texture formula was not detected in the texture analysis. The results from texture analysis indicated totally the opposite the Dense Texture should be the easiest to be applied onto skin due to it has the lowest values on firmness, consistency, cohesiveness and work of cohesion.

The rotational analysis graphs of the three commercial products are very similar; therefore they do not explain also the differences found on spreadability in the sensorial analysis.

The developed formulations (D1 and D2) have small changes in their composition. Their emulsifier system which contains a thickening agent (Cetearyl Alcohol) and when its percentage increase from 2.5% (4.0 to 6.5%) the thixotropy appears.

It was possible to detect some sensorial differences on the formulations tested using simple and fast sensorial tests as triangle and ranking tests. They are both very useful in research and development in order to understand the effect of some components in the final sensorial characteristic of a product or in a specific attribute. In this study the oscillatory data could detect the results found on the sensorial analysis. The texture profile data presented in this work showed unexpected results comparing with vast literature where good correlation is reported [1, 3, 4, 10, 17, 18, 20-24, 26]. This opposite results found in texture profile than sensorial analysis need further investigation.

Acknowledgement

The authors wish to acknowledge the Pró-Reitoria de Pesquisa FAEPEX from Campinas University UNICAMP for financial support. The authors are grateful to the volunteers for

their participation due to nothing is possible in Sensorial Analysis without volunteers work and dedication.

References

1. Lukic, M., Jaksic, I., Krstonosic, V., Cekic, and N., Savic, S. A combined approach in characterization of an effective w/o hand cream: the influence of emollient on textural, sensorial and in vivo skin performance. *International Journal of Cosmetic Science*. 34,140-149 (2012).
2. Moussour, M., Lavarde, M., Pensé-Lhéritier, A.-M. and Bouton, F. Sensory analysis of cosmetic powders: personal care ingredients and emulsions. *International Journal of Cosmetic Science*. 39, 83-89 (2017).
3. Estanqueiro, M., Amaral, M.H. and Souza Lobo, J.M. Comparison between sensory and instrumental characterization of topical formulations: impact of thickening agents. *International Journal of Cosmetic Science*. 38, 389-398 (2016).
4. Gilbert, L., Géraldine, S., Grisel, M. and Picard, C. Predicting sensory texture properties of cosmetic emulsions by physical measurements. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*. 124, 21-31 (2013).
5. Pensé-Lhéritier, A.-M. Recent development in the sensorial assessment of cosmetic products: a review. *International Journal of Cosmetic Science*. 37, 465-473 (2015).
6. Morávková, T. and Filip, P. Relation between sensory analysis and rheology of body lotions. *International Journal of Cosmetic Science*. 38, 558-566 (2016).
7. Isaac, V., Chiari, B.G., Magnani, C. and Correa, M.A. Análise sensorial como ferramenta útil no desenvolvimento de cosméticos. *Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada*. 33 No4, 479-488 (2012).
8. Huber, P., Bongartz, A., Cezanne, M. and Julius, N. How far can we predict sensorial feelings by instrumental modeling? Abstract In IFSCC, Seoul Korea (2017).

9. Morávková, T. and Filip, P. The influence of emulsifier on rheological and sensory properties of cosmetic lotions. *Advances in Materials Science and Engineering*. Article ID 168503, (2013).
10. Elezovic, A., Jasmina, H., Ognjenka, R. and Edina, V. Measuring the feeling: correlations of sensorial to instrumental analyses of cosmetic products. *IFMBE Proceedings*. 62, DOI: 10.1007/978-981-10-4166-2_65 (2017).
11. Kulawik-Pióro A., Kurpiewska, J. and Kulaszka, A. Rheological and sensory properties of hydrophilic skin protection gels based on polyacrylates. *International Journal of Occupational Safety and Ergonomics*. 24, No.1, 129-134 (2018).
12. American Society for Testing Materials *ASTM E1885-04 (Reapproved 2011) Standard Test Method for Sensory Analysis - Triangle Test*. West Conshohocken: Annual Book of ASTM Standards (2012).
13. Dutkosky, S.D. ed. In *Análise Sensorial de Alimentos* 4ed. 540 p Editora Champagnat, Curitiba (2013).
14. American Society for Testing Materials *ASTM E1490-11 Standard Guide for Two Sensory Descriptive Analysis Approaches for skin creams and lotions*. West Conshohocken: Annual Book of ASTM Standards (2012).
15. Korac, R., Krajisnik, D. and Milic, J. Sensory and instrumental characterization of fast inverting oil-in-water emulsions for cosmetic application. *International Journal of Cosmetic Science*. 38, 246-256 (2016).
16. Chao, C., Génot, C., Rodriguez, C., Magniez, H., Lacourt, S., Fievez, A., Len, C., Pezon, I., Luart, D. and van Hecke, E. Emollients for cosmetic formulations: Towards relationships between physic-chemical properties and sensory perceptions. *Colloids and Surfaces A*. 536, 156-164 (2018).
17. Gore, E., Picard, C. and Savary, G. Spreading behavior of cosmetic emulsions: Impact of the oil phase. *Tribology*. 16, 17-24 (2018).
18. Eudier, F., Hirel, D., Grisel, M., Picard, C. and Savary, G. Prediction of residual film perception of cosmetic products using an instrumental method and non-biological

surfaces: The example of stickiness after skin application. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 174, 181-188 (2019).

19. Filipovic, M., Lukic, M., Krstonosic, V., Pantelic, I.; Vuleta, G. and Savic, S. Towards satisfying performance of an O/W cosmetic emulsion: screening of reformulation factors on textural and rheological properties using general experimental design. *International Journal of Cosmetic Science*. 39, 486-499 (2017).
20. Tai, A., Bianchini, R. and Jachowicz, J. Texture analysis of cosmetic/pharmaceutical raw materials and formulations. *International Journal of Cosmetic Science*. 36, 291-304, (2014).
21. Calixto, I.S. and Maia Campos, P.M.B.G. Physical-Mechanical characterization of cosmetic formulations and correlation between instrumental measurements and sensorial properties. *International Journal of Cosmetic Science*. 39, 527-534, (2017).
22. Victorelli, F.D., Calixto, G.M.F., Ramos, M.A.S., Bauab, T. M. and Chorilli, M. Metronidazole-Loaded Polyethyleneimine and Chitosan-Based Liquid Crystalline System for Treatment of Staphylococcal Skin Infections. *Journal of Biomedical Nanotechnology*. 14, 227-237 (2018).
23. Calixto, L. S., Infante, V. H. P. and Maia Campos, P.M.B.G. Design and Characterization of Topical Formulations: Correlations Between Instrumental and Sensorial Measurements. *AAPS Pharm Sci Tech*. 19, no.4, DOI:10.1208/s12249-018-0960-0, (2018).
24. Fonseca-Santos, B., Satake, C.Y., Calixto, A.M.S. and Chorilli, M. Trans-resveratrol-loaded nonionic lamellar liquid-crystalline systems: structural, rheological, mechanical, textural, and bioadhesive characterization and evaluation of in vivo anti-inflammatory activity. *International Journal of Nanomedicine*. 12, 6883-6893 (2017).
25. Gilbert, L.; Picard, C.; Savary, G. and Grisel, M. Rheological and textural characterization of cosmetic emulsions containing natural and synthetic polymers: relationships between both data. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 421, 150-163, (2013).

26. Yadav, N.P., Srivastava, S., Sinha, P., Chanda, D., Luqman, S. and Tandon, S. Development and evaluation of *Aloe vera* (L.) Burm. Based topical cream formulation. *Annals of Phytomedicine* 3. 2, 60-65, (2014).
27. Almeida, I.F., Gaio, A.R. and Bahia, M. F. Hedonic and descriptive skinfeel analysis of two oleogels: comparison with other topical formulations. *Journal of Sensory Studies* 23, 92-113, (2008).
28. Kulkamp-Guerreiro, I.C., Berlitz, S.J., Contri, R.V., Alves, L.R., Henrique, E.G., Barreiros, V. R. M. and Guterres, S. S. Influence of nanoencapsulation on the sensory properties of cosmetic formulations containing lipoic acid. *International Journal of Cosmetic Science* 35, 105-111, (2013).
29. Soek, S.T. and Mah, S.H. Stability evaluations of different types of vegetable oil-based emulsions. *Journal of Oleo Science* 67, 1381-1387 (2018).

Artigo 2:

Análise sensorial descritiva de sistemas de liberação de ácido retinóico constituídos por microcápsulas de k-carragena veiculadas em emulsões dermatológicas.

Edna Fernandes, Silas Arandas Monteiro e Silva e Gislaine Ricci Leonardi

1) Resumo:

O desenvolvimento de novos produtos cosméticos e dermatológicos envolve muitas etapas que visam garantir vários atributos necessários. Muito se tem pesquisado sobre a eficácia de novos ingredientes, assim como formas de alcançar a estabilidade da formulação. Porém, uma formulação de sucesso não possui apenas esses dois aspectos. Os atributos sensoriais das formulações têm sido estudados e no caso de produtos com Ácido Retinóico (AR) estas características são importantes para garantir a permanência ao tratamento. Para tanto se realizou perfil sensorial de produtos dermatológicos de mercado, assim como de formulações desenvolvidas com sistemas de liberação de ácido retinóico constituídos por microcápsulas de k-carragena veiculadas em emulsões. Utilizou-se a Análise Descritiva e os resultados mostraram que há diferenças significativas entre as formulações em desenvolvimento, apesar da similaridade química. A adição do AR na base conferiu aumento na facilidade ao espalhar, o sensorial ficou mais seco e diminuiu-se a pegajosidade.. Quando se fez teste Triangular entre a base e a base com e sem microcápsulas com um painel não-treinado, essas diferenças não foram encontradas. A incorporação do AR em microcápsulas propiciou a diminuição do brilho e da pegajosidade da formulação quando comparada com a mesma fórmula onde o AR foi veiculado diretamente. As amostras de mercado são diferentes das amostras em desenvolvimento. As amostras de mercado têm menor oleosidade, menor brilho na pele e menor pegajosidade. As amostras de mercado são diferentes entre si nos atributos – refrescância, toque seco e absorção.

Palavras-chave: cremes, pele, cosmetologia, dermatológico, análise descritiva qualitativa e quantitativa.

2) Introdução:

Os aspectos sensoriais de uma formulação cosmética ou produto dermatológico precisam ser bem avaliados para que haja sintonia entre a finalidade do produto e seu sensorial na aplicação. O sucesso de um produto não é garantido somente por uma formulação estável, com alta tecnologia na entrega de ativos e de alta eficácia comprovada. Um exemplo simples seria de uma formulação de creme facial para a pele oleosa com 48 horas de hidratação comprovada, mas que ao ser aplicado na pele confere sensorial oleoso ou pegajoso. As pessoas que têm pele com mais oleosidade esperam que os produtos faciais tenham toque seco e sedoso, a fim de terem a sensação de limpeza com controle da oleosidade, e nesse caso, associado ao benefício de hidratação. Outro exemplo é o caso dos tratamentos com retinóis (Vitamina A). Apesar de o ácido retinóico ser um produto comprovadamente eficiente para retardar o envelhecimento cutâneo, geralmente causa irritações na pele após duas ou quatro semanas de uso. Essas irritações desaparecem com o continuar do tratamento, porém este efeito, muitas vezes, é suficiente para o abandono do tratamento (OLIVEIRA et al., 2014). Em produtos farmacêuticos para as desordens da pele como a psoríase e a dermatite atópica o abandono ao tratamento também acontece e é preocupante quando se utilizam formulações que não possuem sensorial agradável apesar do paciente visivelmente verificar a eficácia (SKEDUNG et al., 2016).

Existem vários testes instrumentais capazes de medir o efeito cosmético desejado de um produto. A hidratação da pele proporcionada por uma loção corporal pode ser medida por um instrumento denominado Corneometer®. Entretanto, há somente o tato humano para avaliar a sensação de pele hidratada. (GUERRA, 2002). Estudos recentes nos mostram que nem sempre a formulação com maior eficácia na hidratação da pele, medida com Corneometer® é a formulação que confere a maior percepção da sensação de pele hidratada (LUKIC et al., 2012).

Apesar da existência das metodologias sensoriais desenvolvidas para atender a demanda da indústria de alimentos, a indústria de cosméticos passou por muito tempo sem metodologias sensoriais específicas (GUERRA, 2002).

Foi apenas na década de 1970 que essas técnicas começaram a ser utilizadas na indústria cosmética e somente nos anos de 1990 que a *ASTM International – American Society for Testing and Materials* publicou o Guia Padrão para Análise Descritiva Sensorial de Cremes e Loções – onde estão descritos os métodos de implementação de análise sensorial para esses produtos (PENSÉ-LHÉRITIER, 2015).

A versão vigente deste Guia Padrão (ASTM E1490-11) ressalta todas as etapas para a elaboração de um painel de especialistas técnicos, que uma vez selecionados, passarão por muitas horas de treinamento – de 70 a 100 horas. Depois

do treinamento é que se segue o processo de validação que os habilitará para a avaliação de produtos. Um painel validado precisa passar por etapa de monitoramento periodicamente.

Visando suprir as necessidades de avaliações sensoriais várias empresas no Brasil, e também no exterior, se especializaram na execução de análise sensorial e prestam serviço às indústrias cosméticas e farmacêuticas.

A Análise Descritiva Quantitativa (ADQ®) é um método desenvolvido por Stone e Sidel da empresa *Tragon Corporation* em 1974 (STONE; SIDEL, 2004; WORTEL; WIECHERS, 2000). ADQ® é um dos métodos mais utilizados em Análise Descritiva (ICKES; CADWALLADER, 2017). O método envolve várias etapas: seleção de voluntários com aptidão para o tipo de amostra a ser testada, levantamento das diferenças e similaridades entre as amostras, descrição dos atributos, definição dos padrões máximos e mínimos para cada atributo, treinamento e a análise propriamente dita das amostras (CARDOSO, 2007).

Os dados obtidos das avaliações e repetições de 10 a 12 avaliadores treinados são analisados estatisticamente através de ANOVA. Quando diferenças entre as amostras são encontradas por ANOVA; usa-se, por exemplo, o Teste Tukey para estabelecer quais amostras são iguais e quais são diferentes (STONE; SIDEL, 2004; CARDOSO, 2007; ALCANTARA, 2018). Porém como os dados de 10 avaliadores podem ser insuficientes para testar a normalidade dos dados, e ser normal é ponto fundamental para o uso de teste paramétrico (Tukey), é importante considerar uma opção mais conservadora como a ANOVA para medidas repetidas com os valores dos atributos transformados em postos (teste não-paramétrico) onde a normalidade não é obrigatória (CONOVER, 1981).

Diante de tantas etapas a se cumprir, percebe-se facilmente os motivos pelos quais tantos autores buscam métodos instrumentais que possam predizer os atributos sensoriais a fim de diminuir-se os atributos a serem levados para uma análise sensorial. Uma análise sensorial descritiva completa é cara e leva muito tempo (PARENTE; GAMBARO; SOLANA, 2005; OZKAN et al., 2012; LUKIC et al., 2012 e MORÁVKOVÁ; FILIP, 2013; SAVARY; GRISEL; PICARD, 2013; SKEDUNG et al., 2016; ALCANTARA, 2018).

Há uma série de outras metodologias descritivas que têm sido classificadas como mais rápidas e mais versáteis. Entre elas estão *Perfil Flash*, *Sorting*, Mapeamento projetivo, *Check-all-that-apply* (CATA) e Posicionamento sensorial polarizado (ALCANTARA, 2018). Essas metodologias não foram utilizadas deste estudo.

O presente estudo foi dividido em quatro partes: manipulação de quatro formulações contendo ou não o AR, escolha e aquisição de duas formulações comerciais, seleção dos voluntários para o estudo (através do teste triangular de impressão global) e a análise sensorial descritiva das seis amostras de estudo (através da Análise Descritiva).

3) Objetivos:

- Fazer a análise sensorial descritiva de sistemas de liberação de ácido retinóico constituídos por microcápsulas de k-carragena veiculadas em emulsões dermatológicas, através do Perfil Descritivo Quantitativo.
- Comparar o sensorial das formulações desenvolvidas com produtos comerciais.
- Comparar duas metodologias para a análise estatística dos dados de Perfil Descritivo Quantitativo - a ANOVA seguida de Tukey (Teste Paramétrico) e ANOVA para medidas repetidas com os valores dos atributos transformados em postos (Teste Não-paramétrico).

4) Análise Sensorial - Aspectos Gerais

Uma das análises mais completa e que nos mostra o conjunto de atributos/descriptores que definem um produto é a Análise Descritiva Quantitativa (ADQ®). Nesta análise a equipe de avaliadores prepara o conjunto de descritores importantes para a definição do produto em questão e geram em conjunto a descrição de cada atributo, e selecionam produtos de referência que caracterizem os mínimos e máximos de cada descritor. As amostras dos produtos em teste são comparadas com essas referências estabelecidas e assim são analisadas as similaridades e diferenças encontradas em cada termo descritor.

Quando se utiliza a técnica ADQ® na área cosmética e ou dermatológica, a montagem de referências é uma etapa crítica, pois essa é a etapa que demanda tempo e requer muito cuidado para se eleger um conjunto de produtos (substâncias químicas, formulações ou produtos de mercado) que possam ser apresentados a equipe de avaliadores, e que por eles sejam eleitos como referências que demonstram os limites de cada termo descritor do produto.

A análise sensorial em cosméticos está normatizada pela ASTM e neste estudo se utilizou os métodos detalhados na norma vigente: ASTM E1490-11. Nela vemos apenas sugestões de termos descritores e de produtos de referência, pois o conjunto final de termos descritores e de produtos de referência é próprio de cada ADQ® e é determinado pela equipe de avaliação e depende do tipo de amostra em análise, por isso não há como a norma prever este conjunto ou previamente estabelecê-lo.

4.1 Análise Sensorial de Cremes, Loções e Produtos Dermatológicos:

Todas as vezes que utilizamos um produto cosmético e ou dermatológico temos um conjunto de sensações como, por exemplo: fresco, seco, aquoso, sedoso, macio, oleoso e etc. Essas sensações não são obrigatoriamente as mesmas quando percebemos o produto na saída do frasco, quando o tocamos, quando o aplicamos na pele, e ao final desta aplicação. É possível elaborar um conjunto de testes que nos auxilie na descrição dessas sensações em vários momentos da aplicação: seja uma descrição qualitativa da sensação (fluido, viscoso, fresco, seco, oleoso, pegajoso, etc.) ou na descrição quantitativa da sensação percebida (Quão fresco? Quão seco? Quão pegajoso?) (GUERRA, 2002).

5) Materiais e Métodos:

5.1 Preparo das formulações em desenvolvimento, contendo ou não AR:

A base de veiculação das microcápsulas de AR foi preparada com matérias-primas comumente usadas nas formulações dermatológicas. Os descritivos qualitativos e quantitativos das formulações objetos de estudo estão apresentados na Tabela 1.

O caseínato de sódio foi solubilizado em água. O ácido retinóico solubilizado em óleo de oliva. A carragena-kappa solubilizada em água à quente (90°C). As soluções foram misturadas, emulsionadas e homogeneizadas. As microcápsulas foram obtidas através da precipitação em Cloreto de Potássio (PERRECHIL et al., 2011; PERRECHIL e CUNHA, 2012; ZHANG, 2007).

Tabela 1. Constituição (%) das Formulações em Desenvolvimento que serão avaliadas sensorialmente.

Ingredientes	Formulações			
	Base sem microcápsulas	Base com microcápsulas	Base com AR	Base com AR nas microcápsulas
Ácido Retinóico (AR)	-		0,10	---
Microcápsulas de carragena sem AR	-	0,21**	----	---
Microcápsulas de carragena com AR	-	---	---	0,21 *
Polyacrylamide (and) C13-14 Isoparaffin (and) Laureth-7	3,00	3,00	3,00	3,00
Glicerol	5,00	5,00	5,00	5,00
Lecithin	3,00	3,00	3,00	3,00
Caprylic/Capric Triglyceride	3,00	3,00	3,00	3,00
Disodium EDTA	0,10	0,10	0,10	0,10
Fenoxyethanol (and) Methylparaben (and) Ethylparaben (and) Butylparaben (and) Propylparaben (and) Isobutylparaben	0,80	0,80	0,80	0,80
Pentaerythrityl Tetra-di-t-ButylHydroxyhydroxycinnamate	0,10	0,10	0,10	0,10
Butyl hydroxy toluene	0,10	0,10	0,10	0,10
Butyl hydroxy anisole	0,10	0,10	0,10	0,10
Distilled water qsp	100,00	100,00	100,00	100,00

* MP-AR foi considerado correção da concentração em equivalentes a 0,1% de AR (sendo que EE = 48,5%)

** a concentração de microcápsulas sem AR foi considerada em valor equivalente a massa empregada de microcápsulas providas de AR.

5.2 Formulações Comerciais

Foram adquiridas 2 formulações comerciais que contêm AR na forma de tretinoína, denominadas Vitanol-A® Creme fabricado pela Stiefel® e Vitacid® Creme fabricado pela TheraSkin® ambos produtos com mesma concentração de AR – 0,5 mg/g de tretinoína – 0,05%.

Esses produtos são indicados somente para uso tópico, em adultos e pacientes acima de 12 anos. Atuam no tratamento de linhas de expressão, manchas e asperezas da

pele facial, características do envelhecimento da pele causadas pelo sol e também para o tratamento da acne vulgar, especialmente da acne leve ou de grau I, que predominam os cravos e espinhas. Bula Vitacid® e Vitanol-A®.

As embalagens dos produtos declaram as seguintes composições:

5.2.1 Vitanol-A® Creme 0,05% composição: álcool cetílico, butil-hidroxianisol, butil-hidroxitolueno, decametilciclopentasiloxano e trimetilsiloxissilicato, glicerol, metilparabeno, propilparabeno, triglicérides do ácido cáprico/caprílico, pentilenoglicol, octildodecanol, decametilciclopentasiloxano e crosspolímerode dimeticona, álcool cetosteárilico e glucopiranosídeo cetosteárilico, ectoína, hidroxietilacrilato / acroildimetiltaurato de sódio e polissorbato 60 e água purificada.

Fabricado em 08/2016 Validade 08/2018 Lote: 1056172

Fabricado em 07/2017 Validade 07/2019 Lote: 1058107

5.2.2 Vitacid® Creme 0,05% composição: nicotinamida, acetato de racealfatocoferol, ácido ascórbico, copolímero neutralizado de ácido sulfônico, acroildimetiltaurato e vinilpirrolidona, imidazolidinilureia, propilenoglicol, edetatodissódico di-hidratado, álcool cetosteárilico, polissorbato 60, petrolato líquido, PPG-14-butyl éter, butil-hidroxitolueno, oleato de decila, fosfato de cetet-10, fosfato de dicetila, metilparabeno, etilparabeno, propilparabeno, butilparabeno, fenoxietanol, dimeticonol, ciclopentasiloxano, ciclometicona, fragrância e água purificada.

Fabricado em 10/2017 Validade 10/2019 Lote: P626

Fabricado em 10/2018 Validade 10/2020 Lote: R866

5.3 Condições Gerais para Análise Sensorial

5.3.1 Amostras:

As amostras de estudo foram mantidas em geladeira (8°C) durante todo o tempo de estudo. Antes de cada avaliação, foram tiradas desta condição com tempo suficiente para serem usadas em temperatura ambiente.

Materiais utilizados nas análises sensoriais descritas neste trabalho e de acordo com a norma ASTM E1490-11.

- Seringas de 1,0ml sem agulha (BD® Ultra-fine II) – volume dispensado de amostra em teste 0,03ml;
- Almofada para carimbo, círculo de 51 mm para marcar região de aplicação;
- Papel absorvente e lenço umedecido;
- Fichas de anotação, canetas, régua;
- Pipetas Pasteur para dispensar produtos líquidos;
- Higrômetro
- Termômetro de ambiente
- Celular com aplicativo Metrônomo (elaborado pela Cifra Club®) utilizado com 60 batidas por minuto para marcar o ritmo das rotações das amostras na pele;
- Referências mínimas ou zero e máximas em temperatura ambiente;
- Os voluntários não podem ser pagos - Lei do Voluntariado, número 9.608 de 18/02/1998. A fim de se incentivar a vinda e participação, após cada teste sensorial foi dado um pequeno brinde (chocolate tipo Sonho de Valsa® produzido pela Kraft Foods).

5.3.2 Ambiente:

As análises sensoriais foram realizadas em laboratório com temperatura e umidade controlada. A temperatura e a umidade foram controladas com uso de ar condicionado e as medições eram feitas a cada avaliação. A umidade mantida com oscilações menores que 8,0% e a temperatura mantida com oscilações menores que 2,8°C, como descrito na ASTM E1490-11.

O ambiente foi mantido tranquilo, buscando o controle das condições que pudessem interferir na avaliação do avaliador tais como distração e troca de informações entre avaliadores (LEONARDI; SPERS, 2015). Não foram usadas cabines. A luz usada foi branca fria de laboratório.

5.3.3 Participantes:

Este projeto foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da UNICAMP sob número CAAE: 61532916.2.0000.5404 – anexo 1. Todas as pessoas que se voluntariaram para testar foram questionadas quanto a sua condição de saúde e foram excluídos os candidatos com eczemas, alergias e hipersensibilidade cutânea. Foram excluídas voluntárias em período gestacional ou lactantes, assim como aqueles que relataram histórico de alergias com cosméticos em geral. A idade foi um fator de exclusão. Foram habilitados voluntários de 20 até 60 anos.

Todos os voluntários que participaram de testes sensoriais preencheram os seguintes documentos:

- a) Termo de Consentimento Livre e Esclarecido – vide anexo 2.
- b) Termo de Autorização para Fotografia – vide anexo 3.

5.4 Seleção de Voluntários:

Para a seleção de voluntários foram realizados 12 testes sensoriais de diferença (testes triangulares). Foram elaboradas duas formulações conforme descrito na Tabela 2.

Método de preparo das formulações Loção e Creme: O Carbomer foi disperso na água sob agitação. Assim que foi totalmente molhado, adicionou-se o EDTA dissódico, a glicerina e o conservante (Caprylhydroxamic acid (and) phenoxyethanol (and) methylpropanediol). Aqueceu-se a mistura a 78-80°C, mantendo-se a agitação. Assim que a temperatura chegou em 78-80°C adicionou-se a fase oleosa (Cetearyl Alcohol and Ceteareth-20, Caprylic/CapricTriglyceride e Neopentyl Glycoldiheptanoate). Homogeneizou-se por 5 minutos, mantendo a temperatura. O conjunto foi resfriado à temperatura ambiente, com agitação lenta. Ao final, acertou-se o pH para 5,5-6,0 usando hidróxido de sódio em solução à 25%.

Tabela 2: Formulações Loção e Creme desenvolvidas pela autora utilizadas no teste de seleção de voluntários para Análise Sensorial.

INCI Name	Loção	Creme
Aqua	87,00	83,00
Carbomer	0,20	0,20
Disodium EDTA	0,10	0,10
Caprylhydroxamic acid (and) phenoxyethanol (and) methylpropanediol	0,70	0,70
Glycerin	3,00	3,00
Cetearyl Alcohol and Ceteareth-20	4,00	6,50
Caprylic/CapricTriglyceride	3,00	4,00
Neopentyl Glycoldiheptanoate	2,00	2,50
Sodium Hydroxide (Sol 25%)	p/ pH 5,5-6,0	

5.4.1. Voluntários:

Os voluntários foram convidados para os testes sensoriais e 78 aceitaram participaram da seleção, sendo 35 alunos da Faculdade de Ciências Farmacêuticas (FCF) da Unicamp (de idades de 20 até 34 anos, sendo 26 mulheres e 9 homens), 14 funcionários da FCF Unicamp (de idades de 26 até 52 anos, sendo 11 mulheres e 3 homens) e 29 funcionários do Instituto iCosmetologia (de idades de 20 até 54 anos, sendo 20 mulheres e 9 homens).

5.4.2 Procedimento Experimental:

Para avaliar se um voluntário possui aptidão para análises tácteis foram empregados testes triangulares de diferença de impressão global com as formulações descritas na Tabela 3 seguindo norma ASTM E1885-04 (reaprovada 2011).

Para cada teste triangular foram elaboradas três marcas circulares de 52 mm cada no antebraço de cada voluntário. Utilizando-se de seringa de 1,0 ml sem agulha, uma amostra de 0,03 ml foi adicionada em cada círculo. Foi solicitado ao voluntário que com um dedo da outra mão realizasse movimentos circulares até a absorção do produto.

A primeira amostra a ser testada foi padronizada como a mais próxima à dobra do antebraço, depois a amostra do meio e a última a ser testada foi a mais próxima da mão, conforme mostra a Figura 2. As emulsões testadas F1 e F2 apresentadas na Tabela 3 foram testadas de forma triangular, ou seja, para cada teste três amostras são aplicadas, sendo duas iguais e uma diferente. Conforme método de teste triangular o voluntário foi avisado da existência de uma amostra diferente no conjunto de três aplicadas. Entregue ficha onde consta a identificação de cada amostra e foi solicitado ao voluntário para identificar o número da amostra que julgou diferente das demais quanto a sua impressão global. Foi avisado aos voluntários que o campo comentários pode ser usado para anotar qual foi a diferença encontrada.

A identificação das amostras foi feita com uso de três dígitos gerados ao acaso selecionados de tabela de números aleatórios gerada pelo programa Excel® (Microsoft USA). (DUTCOSKY, 2013) A temperatura e a umidade relativa do ambiente no momento do teste foram medidas e controladas. O plano de testes seguiu delineamento balanceado no total das amostras e da seqüência de aplicação: voluntário 1: AAB (F1,F1e F2), voluntário 2: ABA (F1,F2,F1), voluntário 3: BAA

(F2,F1,F1), voluntário 4: BBA (F2,F2,F1), voluntário 5: BAB (F2,F1,F2), voluntário 6: ABB (F1,F2,F2), etc. A ordem de apresentação das amostras foi balanceada, aleatorizada e casualizada para cada voluntário (DUTCOSKY, 2013).

Ao final foi solicitado que o voluntário identifique a amostra diferente, preenchendo a ficha que é mostrada na Figura 1.

Nome: _____	Data: _____
TESTE TRIANGULAR	
<p>Você está recebendo três amostras. Duas delas são iguais e uma é diferente. Aplique-as da esquerda para a direita e circule a amostra diferente de acordo com sua impressão global.</p>	
<p>Comentários: _____</p>	

Figura 1: Ficha de Teste de Seleção de voluntário usando Análise Triangular das Emulsões descritas na Tabela 3. Elaborada pela autora.

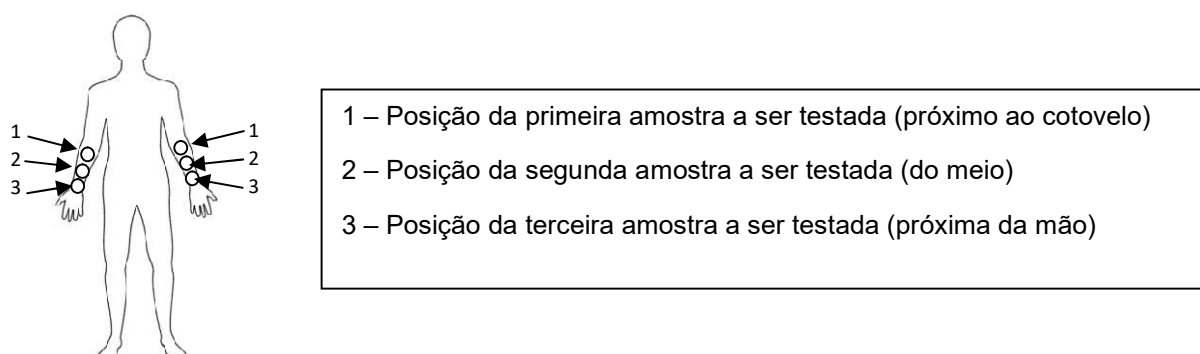


Figura 2: Esquema ilustrativo da região dos antebraços dos voluntários onde ocorreu a aplicação das amostras e da sequência de aplicação utilizada nos testes triangulares. Elaborado pela autora.

5.4.3 Análise dos dados:

Para cada voluntário registrou-se o acerto ou erro em cada teste aplicado. Um voluntário para ser considerado um avaliador apto precisa passar por uma sequência

de testes de diferença e ter alto índice de acertos, conforme descreve Dutcosky, a seguir: (DUTCOSKY, 2013).

Definiu-se a sensibilidade do teste por meio de dois fatores:

- erro tipo α (alfa) que é a probabilidade de selecionar um avaliador inaceitável;
- erro tipo β (beta) que é a probabilidade de rejeitar um avaliador aceitável;
- P_d é a proporção de discriminadores.

Para o teste, tem-se que:

P_0 é a probabilidade de resposta correta quando a diferença não existe;

Como o teste é o triangular a probabilidade da escolha forçada entre três amostras é $p_0=1/3$;

Definiu-se que para o teste triangular:

$$p_1 = p_d + \left[\frac{1-p_d}{3} \right]$$

A equação que deu origem as linhas que formam os limites das regiões de aceitação, dúvida ou de necessidade de testes complementares foram assim calculadas:

Linha inferior:

$$d_0 = \frac{\log(\beta) - \log(1-\alpha) - n \times \log(1-p_1) + n \times \log(1-p_0)}{\log(p_1) - \log(p_0) - \log(1-p_1) + \log(1-p_0)}$$

Linha superior:

$$d_1 = \frac{\log(1-\beta) - \log(\alpha) - n \times \log(1-p_1) + n \times \log(1-p_0)}{\log(p_1) - \log(p_0) - \log(1-p_1) + \log(1-p_0)}$$

onde n é o número de testes triangulares.

Após cada teste triangular, o número de respostas corretas e o número total de testes realizados em cada voluntário foram colocados em um gráfico, onde se avaliou se o voluntário possui **número de respostas** corretas que:

- Se encontra entre os limites do gráfico, foi preciso continuar os testes;
- É superior a linha superior do gráfico (d_1), o voluntário foi aprovado;
- Está abaixo da linha inferior do gráfico (d_0), o voluntário foi reprovado.

As regiões de aprovação, de continuidade de testes e de reprovação do voluntário são mostradas na Figura 3.

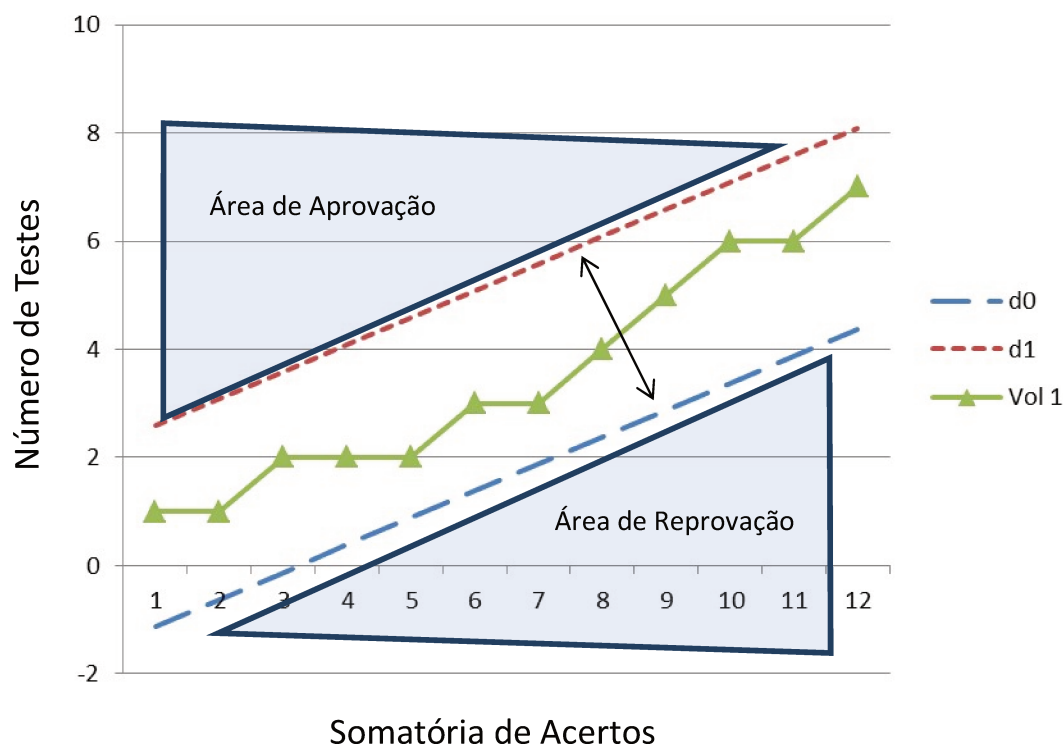


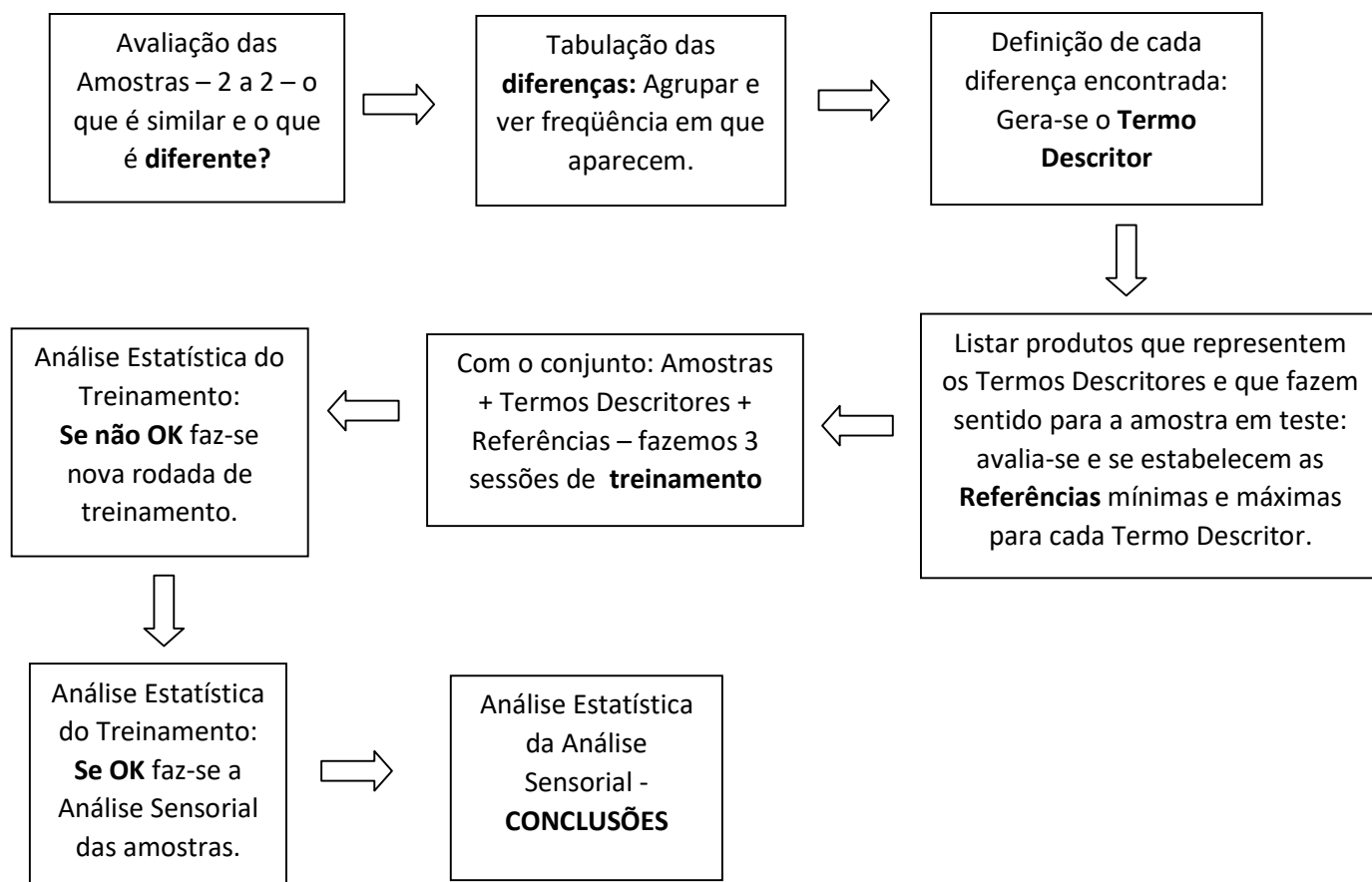
Figura 3: Gráfico do número de testes realizados e somatória de acertos para cada voluntário. No gráfico estão assinaladas as áreas: de reprovação (região abaixo da linha d0), área da necessidade de testes complementares: como o voluntário 1 (entre as linhas d0 e d1 – assinalada com seta) e região onde o número de acertos indica voluntário aprovado para a Análise Sensorial em questão (acima de d1). Elaborado pela autora.

5.5 Análise Sensorial das Amostras em Estudo

Perfil Descritivo Quantitativo

Para a avaliação das formulações de estudo e das formulações comerciais. Foi empregado o método de Análise Sensorial de Cremes e Loções da ASTM E1490-11 e o método desenvolvido por Stone e Sidel (STONE; SIDEL, 2004).

As etapas para uma Análise Descritiva podem ser expressas através do seguinte esquema:



Esquema 1: Seqüência de etapas na elaboração de Análise Descritiva. Elaborado pela autora.

5.5.1 Testes Sensoriais das Amostras em Estudo – Teste duas a duas

A análise sensorial se inicia utilizando-se do teste duas-a-duas. (CARDOSO, 2007; DUTCOSKY, 2013). Nele cada amostra é descrita através de suas características utilizando-se um atributo. Para elaborarmos a lista dos atributos que definem as amostras de estudo, elaborou-se teste sensorial aplicando as amostras duas-a-duas e pedindo aos voluntários que indiquem suas diferenças e igualdades.

5.5.1.1 Amostras:

Amostras de estudo descritas no item 5.1.

Amostras comerciais descritas no item 5.2.

5.5.1.2 Avaliadores: Os avaliadores foram selecionados de acordo com procedimento descrito na seleção de voluntários.

5.5.1.3 Procedimento experimental:

Os voluntários selecionados passam a ser chamados de avaliadores. Os avaliadores foram convidados a analisar as amostras em estudo duas a duas e apontar quais são as semelhanças entre as amostras e quais são as diferenças entre as amostras. O plano de testes executado está descrito na Tabela 3.

O avaliador foi instruído para executar movimentos circulares em cada amostra, utilizando-se da primeira falange de seu dedo, até sentir que a amostra estivesse absorvida. Porém que durante as rotações, que fosse percebendo as características das amostras até considerar que chegou ao final.

Foi solicitado que preencha a ficha onde há espaço para as semelhanças e as diferenças percebidas, assim como o momento em que elas apareceram. A ficha é apresentada na Figura 4. O momento foi definido como sugerido pela norma ASTM E1490-11: o início das rotações (logo após 5 rotações), parte média deste processo (de 15 a 20 rotações) ou ao final quando sentisse a amostra foi absorvida.

Nome: _____ Data: _____ TESTE Duas-a-Duas Você está recebendo duas amostras. Teste-as seguindo o modelo e aponte no que são iguais e quais as diferenças entre elas. <div style="text-align: center;">_____</div>		
Momento:	São iguais em:	São diferentes em:

Figura 4: Ficha de levantamento dos atributos, teste duas-a-duas. Elaborado pela autora.

Tabela 3: Plano de testes das amostras em estudo, duas-a-duas a fim de levantar as semelhanças e diferenças entre elas.

		Braço Esquerdo			Braço Direito		
	Nome do Avaliador	Cotovelo	Meio	Mão	Mão	Meio	Cotovelo
1		A	B	C	D	E	F
2		A	C	B	E	D	F
3		A	D	B	F	C	E
4		A	E	B	D	C	F
5		A	F	B	C	D	E
6		E	F	A	B	C	D
7		D	F	A	C	B	E
8		C	E	A	D	B	F
9		C	F	A	E	B	D
10		D	E	A	F	B	C
11		C	D	E	F	A	B
12		B	E	D	F	A	C
13		B	F	C	E	A	D
14		B	D	C	F	A	E
15		B	C	D	E	A	F
16		A	B	C	D	E	F
17		A	C	B	E	D	F
18		A	D	B	F	C	E
19		A	E	B	D	C	F
20		A	F	B	C	D	E

O local da aplicação das amostras seguiu o modelo descrito na Figura 5:

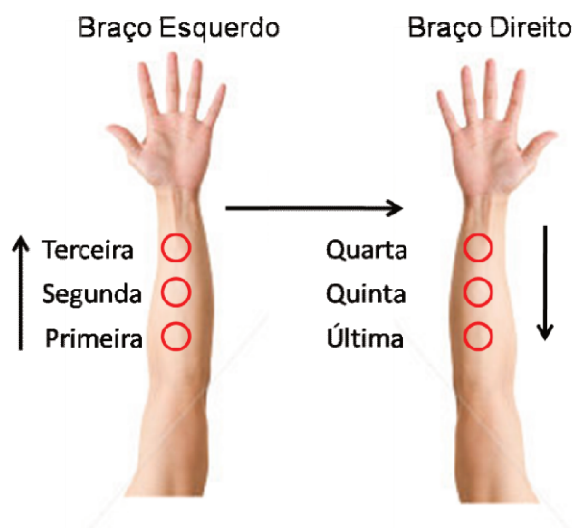


Figura 5: Modelo de aplicação das amostras duas-a-duas. Elaborado pela autora.

5.5.1.4 Análise dos dados:

Os dados coletados na ficha foram tabulados e uma lista das características onde as amostras são diferentes foi gerada, assim como a frequência em que cada uma destas diferenças foi apontada.

5.5.2 Desenvolvimento do Lexicon – Definições dos Termos Descritores.

Após testarem as seis amostras, duas-a-duas, foi gerada a lista de diferenças encontradas, assim como o momento em que esta diferença aconteceu, e a frequência em que foram relatadas. Esta lista foi apresentada em reunião com todos os avaliadores, de forma a chegar a um consenso quanto às diferenças apontadas. Para cada diferença encontrada (atributo) entre as amostras em avaliação, gerou-se um termo descritor. Cada termo descritor que foi definido em consenso pelo grupo de avaliadores utilizando-se palavras ditas pelos avaliadores, dado que esta definição precisa ser clara e significativa para o grupo de avaliadores.

5.5.3 Desenvolvimento das referências – mínimos e máximos de cada atributo

Após a definição dos termos descritores de cada atributo, foram apresentados como sugestão, vários materiais para representação dos mínimos e dos máximos de cada atributo. Cada avaliador, testou as sugestões, assim como as amostras em estudo pelo menos 3 vezes. A instrução dada a cada avaliador foi de sentir a amostra observando os aspectos definidos no termo descritor e verificar qual conjunto de

materiais representam as características mínimas e máximas para cada atributo e que bem representem as seis amostras em estudo.

5.5.4 Treinamento e Análise Sensorial

O treinamento tem a finalidade de criar e fixar memória sensorial de cada atributo, seu termo descritor, as referências mínimas e máximas e como lidar com a escala. Neste estudo, foram feitas 3 repetições de treinamento e 3 repetições de análise sensorial. Cada sessão foi realizada seguindo as etapas descritas a seguir:

Na chegada do avaliador foi perguntado se fez uso de hidratante ou outro produto na área dos antebraços e mãos. Se sim, foi solicitado limpeza com lenço umedecido. Aguardou-se 5 minutos para a secagem.

A avaliação iniciou-se com a explicação geral do teste, locais de aplicação das referências (Figura 6), locais de aplicação das amostras (Figura 2) e da ficha de análise sensorial (Figura 7). Passou-se para a leitura da definição do termo descritor, aplicação da referência mínima ou zero no dorso da mão esquerda, aplicação da referência máxima no dorso da mão direita, ou seja, aplicação monádica das amostras de referência conforme esquema apresentado na Figura 8.

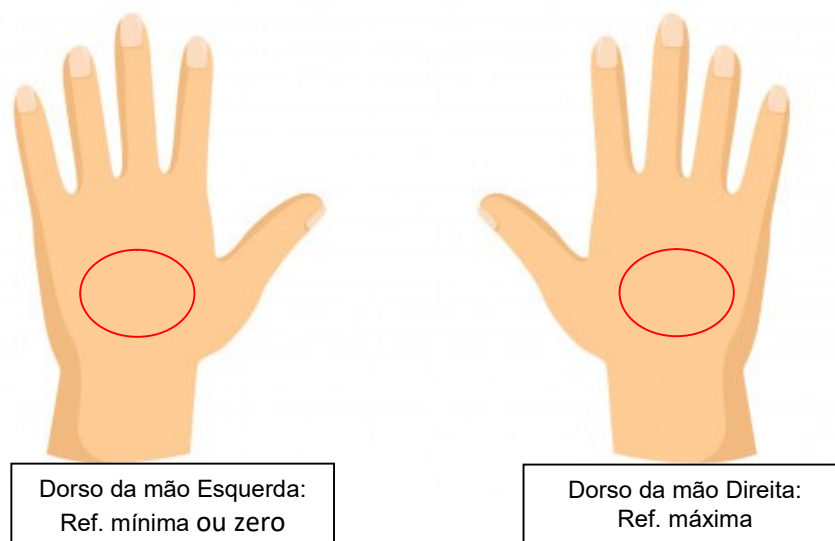


Figura 6 – Esquema de aplicação das referências mínimas ou zero e referências máximas no dorso das mãos dos avaliadores. Elaborado pela autora.

Após a compreensão das referências, iniciou-se a aplicação das amostras em estudo. A instrução dada ao avaliador é que a cada aplicação e rotação da amostra o

avaliador deveria comparar com as referências e marcar sua avaliação com um traço vertical na reta de 9 cm da ficha.

As amostras foram identificadas com 3 números, gerados por tabela de números aleatórios. A ordem de apresentação das amostras foi balanceada, aleatorizada e casualizada para cada voluntário. A apresentação das amostras foi feita nos sítios marcados conforme esquema apresentado na Figura 7 (como na avaliação duas-a-duas). Após avaliação de cada amostra, foi solicitado limpeza do dedo com lenço umedecido e papel higiênico.

Após cada avaliação de atributo, o avaliador foi convidado a limpar toda a região – dorso das mãos e antebraços com lenço umedecido e papel higiênico. Após a secagem completa da região (5 minutos), iniciava-se a avaliação do próximo atributo. Para não saturar a região, ou cansar o avaliador, as medidas foram feitas em grupos de no máximo 4 atributos por sessão de avaliação (dia).

5.5.5 Análise Estatística:

Em cada ficha (Figura 9) foi medida a distância marcada pelo avaliador e este valor foi tabulado em Excel. Foi realizada análise exploratória de dados através das medidas resumo (média, desvio padrão, mediana).

Para avaliar se o conjunto de dados possui distribuição normal ou não foi utilizado o método Shapiro-Wilk (YAP, SIM; 2011).

Nos parâmetros onde a distribuição encontrada foi **normal** após teste Shapiro-Wilk: para determinar se as diferenças encontradas na Análise Sensorial são significativas ou não, análise de variância ANOVA e teste Tukey foram realizados (MONTGOMERY, 1991) utilizando-se o software SAS versão 9.4 for Windows.

Nos parâmetros onde a distribuição encontrada foi **não-normal** segundo o teste Shapiro-Wilk: A fim de se comparar as amostras foi usada ANOVA para medidas repetidas com os valores dos atributos transformados em postos (CONOVER; IMAN, 1981). O software usado foi SAS versão 9.4 for Windows.

Nome: _____		Data: _____	
Atributo: _____			
Referência Mínima ou ZERO:		Referência Máxima:	
(Dorso da mão Esquerda)		(Dorso da mão Direita)	
Amostra: _____			

Amostra: _____			

Amostra: _____			

Amostra: _____			

Amostra: _____			

Figura 7: Ficha de análise sensorial das seis amostras de estudo por atributo marcadas em reta de 9 cm não-estruturada. Elaborada pela autora. As âncoras das escalas, referências máximas e mínimas, estão descritas na Tabela 7.

6) Resultados e Discussão

O desenvolvimento de cosméticos não é guiado exclusivamente pela efetividade racional, mas também pela sensorialidade (PENSÉ-LHÉRITIER, 2015). Até porque ainda não existe nenhum instrumento analítico capaz de substituir os sentidos humanos (NASSU et al., 2009), portanto a análise sensorial ganha destaque como tendência do futuro (SKEDUNG et al., 2016).

O método de Análise Descritiva Quantitativa (ADQ®) é um método qualitativo-quantitativo que avalia os atributos sensoriais dos produtos analisados com voluntários

selecionados treinados e que verbalizam e discutem suas sensações a fim de desenvolver uma lista de termos descritores e de suas referências mínimas e máximas (STONE; SIDEL, 2004; PALERMO, 2015).

6.1. Seleção de Voluntários

Convidamos voluntários na FCF/Unicamp e iCosmetologia. No total 78 voluntários compareceram aos testes, 3 foram excluídos por estarem no grupo de exclusão (todos por histórico de alergia). Nesses 75 voluntários aplicou-se pelo menos 4 testes de diferença. Aqueles com grande número de erros já foram excluídos (3 erros em 4 testes, ou seja 75% conforme ASTM E1490-11). De acordo com crescente número de acertos, foi-se aplicando mais testes de diferença. Ao final 17 voluntários completaram 12 testes triangulares de diferença. A fim de se evitar a saturação ou cansaço nos voluntários foram aplicados no máximo 2 testes de diferença por dia, ou seja um teste em cada ante-braço.

Ao final de todos os testes desta etapa 17 voluntários foram selecionados para o treinamento em Análise Sensorial das amostras em estudo, pois já se encontravam na região de aceitação de voluntário (conforme descrito no item 5.5) (DUTCOSKY, 2013). Os resultados dos testes realizados nos 17 voluntários selecionados estão descritos na Tabela 4.

Tabela 4: Tabela dos resultados dos 12 testes sensoriais de diferença realizados com os voluntários. Onde n é o número de testes, d0 é o limite inferior, d1 é o limite superior de aceitação e os números colocados nas colunas referentes aos voluntários tratam-se da somatória de acertos. A última linha encontra-se a decisão: Aprovação (Ap), Dúvida pois se encontra em região que indica necessitar testes adicionais (?) e Reprovação (Re).

Voluntários																												
	n	d0	d1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	
Teste 1	1	-1,124	2,585	1	1	1	1	1	1	1	0	0	1	0	0	1	0	1	1	0	0	0	1	0	0	1	1	
Teste 2	2	-0,624	3,085	1	2	1	2	2	2	2	1	1	2	1	1	1	1	1	1	0	0	0	2	0	1	2	1	
Teste 3	3	-0,124	3,585	2	3	2	3	3	3	3	2	2	2	2	1	2	1	2	2	1	1	1	3	1	2	3	2	
Teste 4	4	0,376	4,085	2	4	3	4	3	3	4	3	2	3	3	2	3	2	2	2	2	2	1	3	1	3	3	2	
Teste 5	5	0,876	4,585	2	5	4	5	3	4	4	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	3	2	4	2	4	4	3	
Teste 6	6	1,376	5,085	3	5	5	6	3	5	5	3	4	3	4	3	4	4	3	4	3	4	3	5	2	4	4	4	
Teste 7	7	1,876	5,585	3	6	5	7	4	6	6	4	5	3	5	4	5	5	3	4	4	5	4	6	2	5	5	5	
Teste 8	8	2,376	6,085	4	7	6	8	4	7	7	4	6	3	6	5	6	6	4	5	5	6	5	7	2	6	6	6	
Teste 9	9	2,876	6,585	5	8	6	9	4	8	8	4	7	3	7	6	6	7	5	6	6	7	6	8	3	7	7	7	
Teste 10	10	3,376	7,085	6	8	7	10	5	9	9	4	8	3	8	7	7	8	6	7	7	8	7	9	4	8	8	8	
Teste 11	11	3,876	7,585	6	9	8	11	5	10	10	5	9	3	9	8	8	9	7	8	8	9	8	10	4	9	9	9	
Teste 12	12	4,376	8,085	7	10	9	12	5	10	11	5	9	3	10	9	9	10	8	9	9	10	9	11	5	10	10	10	
Resultados				?	Ap	Ap	Ap	?	Ap	Ap	?	Ap	Re	Ap	Ap	Ap	Ap	?	Ap	Ap	Ap	Ap	Ap	?	Ap	Ap	Ap	

Como descrito no item 5.5, determinou-se 3 regiões frente aos resultados de cada voluntário: reprovação, necessita mais testes, aprovação do voluntário. De acordo com a sequência de testes e resultados de cada voluntário, avaliou-se em que posição se encontrava após os 12 testes de diferença realizados e os gráficos dos resultados destes 17 voluntários são mostrados nas Figuras 8, 9, 10 e 11.

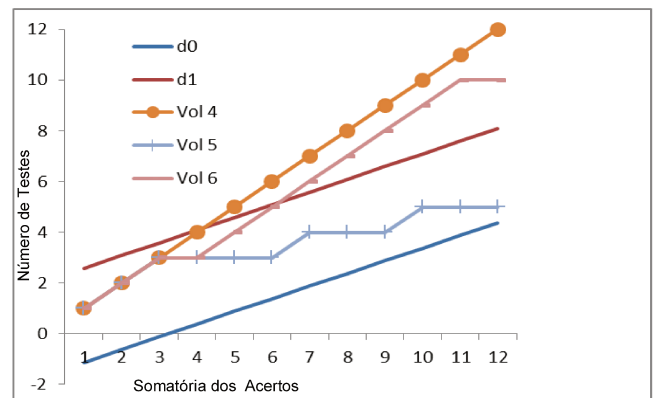
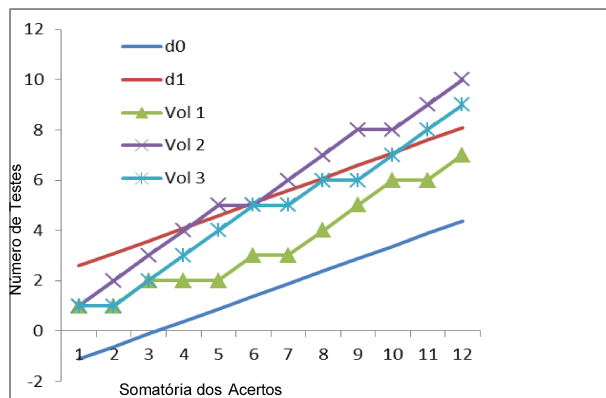


Figura 8: Gráficos de número de testes por somatória de acertos. Mostrando voluntários 1 e 5 em região que indica que necessitariam mais testes, voluntários 2, 3, 4 e 6 aprovados.

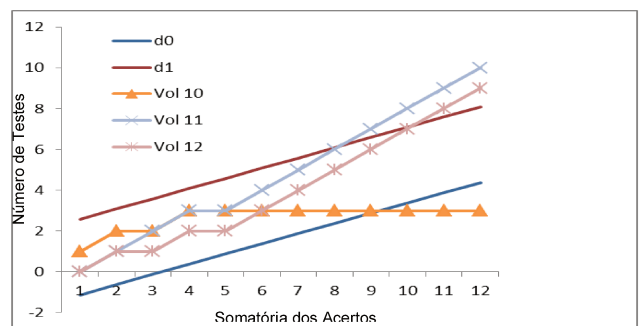
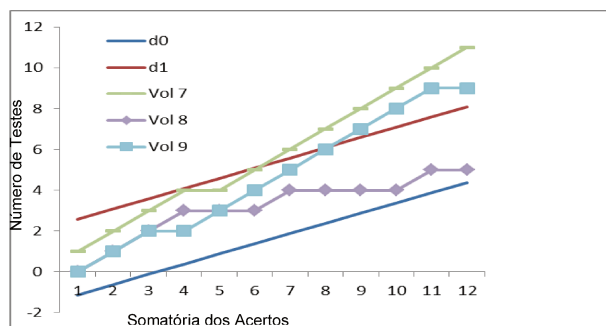


Figura 9: Gráficos de número de testes por somatória de acertos. Mostrando voluntário 8 em região que indica que necessitaria mais testes, voluntários 7, 9, 11 e 12 aprovados e voluntário 10 reprovado.

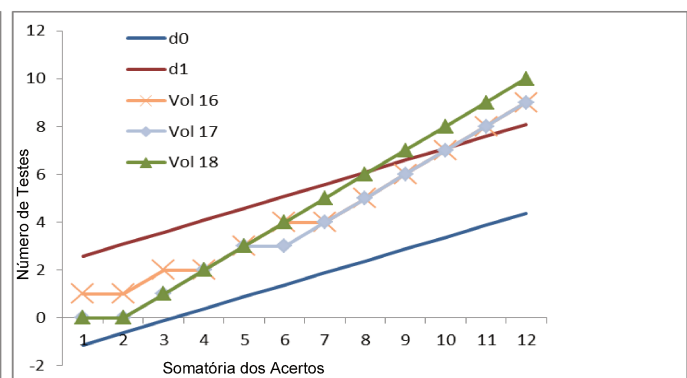
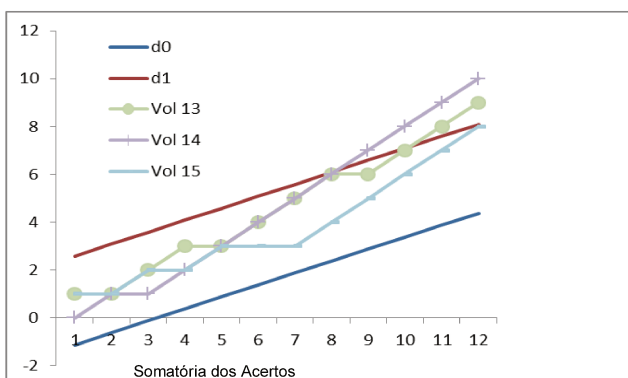


Figura 10: Gráficos de número de testes por somatória de acertos. Mostrando o voluntário 15 em região que indica que necessitaria mais testes, voluntários 13, 14, 16, 17 e 18 aprovados.

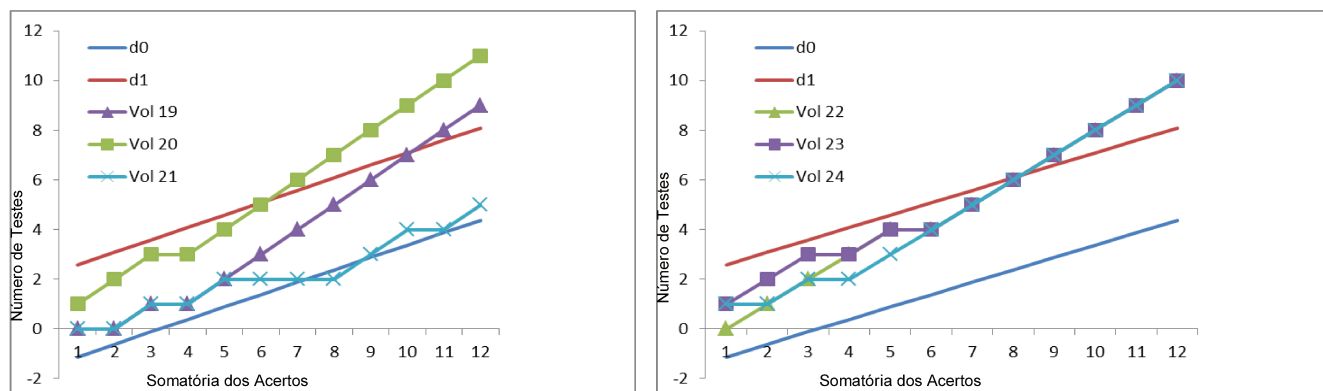


Figura 11: Gráficos de número de testes por somatória de acertos. Mostrando o voluntário 21 em região que indica que necessitaria mais testes, voluntários 19, 20, 22, 23 e 24 aprovados.

Portanto ao final desta seleção temos 17 avaliadores aptos para a Análise Sensorial.

6.2 Análise Sensorial – Teste Duas-a-duas

Os 17 voluntários selecionados foram convidados para fazer teste das formulações de estudo, duas-a-duas conforme descrito no item 5.6.

As amostras foram analisadas conforme plano de testes descrito e as semelhanças e diferenças foram tabuladas. Os resultados se encontram na Tabela 5.

As características que definem cada produto e assim o distingue dos outros formam um conjunto de igualdades e de diferenças. É nesse conjunto que a análise descritiva atua. As igualdades encontradas foram listadas, porém o foco do estudo está nas diferenças entre as amostras. As diferenças foram tabuladas, a frequência com que estes atributos foram relatados foi calculada, assim como vemos na Tabela 5.

Os atributos percebidos logo ao receber a amostra não foram incluídos na análise sensorial descritiva dado que o objetivo foi verificar se a presença do AR, encapsulado ou não modificaria parâmetros táteis de aplicação na pele e não nos parâmetros de caracterização destas formulações (exemplos: cor, viscosidade, odor e opacidade).

Tabela 5: Tabulação dos resultados das diferenças encontradas no teste duas-a-duas das amostras em estudo, assim como o momento em que este atributo ficou mais evidente.

Momento	Atributo	Palavras usadas pelos Avaliadores	Qtos avaliadores relataram:	Porcentagem do total
Ao receber amostra	Aparência	Cor do produto	17	100%
		Mais líquida/fluida	10	59%
		Mais denso/consistente/cremoso/viscoso	7	41%
		Odor	4	24%
		Opacidade do produto	2	12%
		Brilho no produto	1	6%
Nas 5 primeiras rotações	Oleosidade	Sensorial oleoso	8	47%
	Refrescância	Sensorial mais refrescante	7	41%
	Espalhabilidade	Espalhabilidade	9	53%
	Sensorial hidratante	Sensorial mais hidratante	4	24%
	Sensorial	Sensorial inicial	1	6%
De 15 a 20 rotações	Pegajosidade	Tack/pegajoso/grudento	10	59%
	Brilho	Brilho na pele	6	35%
	Sensorial seco	Sensorial mais seco	5	29%
	Skin play	Skin play/rende na pele	2	12%
	Sensorial Pesado	Sensorial pesado	2	12%
Final da aplicação	Tempo para a absorção	Secagem na pele/absorção	12	71%
	Resíduo / Rolling	Formou rolling / deixou resíduo	2	12%
	Formação de Filme	Substantividade	1	6%

Em reunião com os avaliadores a tabela das diferenças (Tabela 5) foi apresentada. Houve discussão com os avaliadores a fim de chegar ao consenso sobre:

- Quais são os atributos que caracterizam este conjunto de amostras,
- Esclarecer sobre os atributos relatados por 1 ou 2 avaliadores para verificar se poderiam ser agrupados em outros atributos,
- Há ajustes quanto aos momentos em que este atributo apareceu? Nos relatos alguns atributos apareciam em momentos diferentes em algumas amostras.
- A ordem de avaliação destes atributos para que um teste não atrapalhe o próximo. Muitos avaliadores relataram que a pegajosidade de algumas amostras pode atrapalhar a avaliação de sensorial seco, portanto deveria ser um dos últimos a ser avaliado.

Como resultado desta reunião chegou-se ao consenso que há 8 atributos que caracterizam as 6 amostras quando aplicadas na pele e os momentos em que os

atributos aparecem de forma mais evidente, assim como a ordem de testes estão descritos na Tabela 6.

Tabela 6: Resultado do consenso entre os 17 avaliadores quanto aos atributos que descrevem as amostras em estudo, momento em que o atributo aparece e ordem de avaliação dos atributos.

Momento	Atributo	Palavras usadas pelos Avaliadores
Nas 5 primeiras rotações	Refrescância	Sensorial mais refrescante
	Oleosidade	Sensorial oleoso
	Espalhabilidade	Espalhabilidade
	Sensorial hidratante	Sensorial mais hidratante
De 15 a 20 rotações	Brilho	Brilho na pele
	Sensorial seco	Sensorial mais seco
	Pegajosidade	Tack/pegajoso/grudento
Final da aplicação	Tempo para a absorção	Secagem na pele/absorção

6.3. Definição de Termo Descritor - Lexicon

Cada atributo precisa ser definido através de um termo descritor. A definição deste lexicon foi feita na mesma reunião de discussão dos atributos. Houve debate entre os avaliadores, buscando as palavras que melhor expressem cada um dos atributos. As amostras em estudo estavam à disposição para sanar dúvidas. Como resultado, cada um dos 8 atributos foi descrito utilizando-se as palavras dos avaliadores, conforme mostrado na Tabela 8.

Baseando-se nas formulações comerciais e nas formulações em estudo escolheram-se sugestões de referências mínimas e máximas para serem analisadas pelos avaliadores e ratificadas por eles, (STONE; SIDEL, 2004) a fim de se evitar erro de estímulo e de lógica como relata Palermo, 2015.

Cada termo descritor foi determinado por sua definição e referências mínimas e máximas. Para tal selecionou-se uma série de produtos comerciais, assim como matérias-primas comumente utilizadas na área cosmética e/ou dermatológica a fim de servirem de sugestões de referência mínima e máxima para cada termo descritor. Baseando-se nos termos descritores definidos pelos avaliadores e no que preconiza a norma vigente na ASTM E1490-11 para cremes e loções foram selecionados os materiais que poderiam servir de referências mínimas ou nenhuma e máximas para cada um dos termos.

Como esta lista de referências é determinada pelo grupo de avaliadores, foi feita reunião de avaliação das amostras e das sugestões de referências. O grupo de avaliadores que precisou concordar que as formulações em estudo são representadas por estas referências e que todas as amostras em avaliação estão entre os intervalos de sensações que representam cada referência.

Ao final desta reunião chegou-se ao consenso de que as referências que melhor representam as amostras em estudo estão descritas na Tabela 7.

Tabela 7: Lista final dos atributos na sequência de aplicação, com seu respectivo termo descritor e referências mínimas ou zero e máximas após consenso com os 17 avaliadores.

Atributo	Termo Descritor	Referências	
		Mínima ou zero	Máxima
Refrescância	Sensação fresca e molhada após as 5 primeiras rotações	Carbômero 9040 ^a	Gel de Aristoflex ^b à 0,6 em pH 6,5
Oleosidade	Sensação de óleo na pele nas 5 primeiras rotações.	Carbômero 9040 ^a	Polyester-4 ^c
Espalhabilidade	Facilidade em espalhar o produto nas 5 primeiras rotações.	Creme Dental Branco ^d	Água
Sensorial hidratante	Sensação de pele mais íntegra e protegida, seja por filme de água ou de óleo nas primeiras 5 rotações.	Creme Nivea Lotion Express ^e	Nivea Creme pote ^f
Brilho	Após 15-20 rotações a pele ficou com brilho.	Pele sem tratar	Dibenzoato de propilenoglicol ^g
Sensorial seco	Após 15-20 rotações a pele ficou seca.	Creme*	Talco ^h
Pegajosidade	Após 15-20 rotações a pele ficou pegajosa, grudenta.	Talco ^h	Lexorez 200 ⁱ
Tempo para a absorção	Número de rotações em que considero o produto absorvido.	NA	NA

^aCarbômero 9040: Produto Dow DOWSIL™ 9040 Silicone Elastomer Blend - INCI Cyclopentasiloxane (and) Dimethicone Crosspolymer

^bAristoflex® AVC: Produto Clariant – INCI Ammonium Acryloyldimethyltaurate/VP Copolymer

^cProduto INOLEX – LexFeel®700

^dCreme Dental Sorriso® – Produto Colgate-Palmolive

^eCreme Nivea Lotion Express – Produto Beiersdorf

^fNivea® Creme – Produto Beiersdorf

^gProduto INOLEX – LexFeel® Shine

^hTalco – material-prima talco

ⁱLexorez® 200: Produto INOLEX – INCI trimethylpentanedio/adipic acid/glycerin crosspolymer

*Creme: formulação creme desenvolvida pela autora e detalhada na Tabela 3.

6.4. Análise Sensorial

Apesar de 17 avaliadores estarem aptos para a análise sensorial, dois avaliadores não puderam participar dos testes por motivos não relacionados ao teste ou as amostras. Os 15 restantes passaram por treinamento seguido de análise sensorial. Destes 15 avaliadores, após a primeira análise, avaliou-se necessidade de enfatizar algum atributo e referências.

Ao final 10 avaliadores tiveram o conjunto de 3 repetições.

6.4.1 Análise Estatística:

Realizada análise exploratória de dados através de medidas resumo: média, desvio padrão, mínimo, mediana e máximo. A escolha do método estatístico para avaliar as medidas depende da análise da normalidade. Há vários métodos para se checar se os dados são normais ou não. Neste estudo foi utilizado o método Shapiro-Wilk, nele é possível se avaliar a normalidade de uma amostra já com 2 observações. Porém para amostras tão pequenas quanto as obtidas neste estudo que conta com 10 avaliadores, ou seja, N igual a 10 observações ainda se tem pouco poder para rejeitar a hipótese nula, ou seja geralmente resultam em distribuição normal (YAP, SIM; 2011).

O teste de Shapiro-Wilk tem resultados demonstrados na Tabela 8. Nela, vemos que os parâmetros: oleosidade, espalhabilidade e sensorial hidratante têm distribuição normal com nível de significância de 5%. Portanto para esses parâmetros os testes paramétricos (Tukey) podem ser realizados para a diferenciação dos resultados. Neste estudo, fez-se a discussão desses parâmetros pelos resultados do teste Tukey.

Porém os parâmetros: refrescância, brilho, toque seco, pegajosidade e absorção resultaram em distribuições não-normais com significância de 5%. Portanto a rigor testes paramétricos (exemplo Tukey) não deveriam ser empregados para estes parâmetros.

Tabela 8: Resultado da análise de normalidade pelo método Shapiro-Wilk dos parâmetros avaliados nas 3 repetições. Valores abaixo de 0,05 são considerados como indicativos de dados **Não-Normais** e estão em negrito.

Parâmetro	Repetição 1	Repetição 1	Repetição 1	Resultado
Refrescância	0,3922	0,0488	0,0937	Não-normal
Oleosidade	0,3628	0,3628	0,2156	Normal
Espalhabilidade	0,2960	0,5028	0,1021	Normal
Hidratação	0,3155	0,0836	0,3555	Normal
Brilho	0,0164	0,0069	0,6844	Não-normal
Seco	<0,0001	0,0026	0,0724	Não-normal
Pegajosidade	0,0213	0,3611	0,0785	Não-normal
Absorção	<0,0001	<0,0001	<0,0001	Não-normal

6.4.2 Análise Estatística Paramétrica – ANOVA e Tukey

Para os parâmetros oleosidade, espalhabilidade e hidratação; o conjunto de todos os resultados foi analisado por ANOVA e o teste de médias demonstra diferenças significativas entre várias amostras em vários atributos (Tukey).. A análise estatística também nos indica qual a diferença mínima significativa (DSM) para cada atributo, esta diferença variou de 7,4 no número de rotações para a absorção e de 0,7 a 0,9 nos outros atributos. Os valores médios de cada atributo e DSM para as amostras em estudo são mostrados na Tabela 9. Um gráfico aranha foi traçado de forma a melhor visualizar as semelhanças e diferenças dos produtos em estudo. Este gráfico é mostrado na Figura 12.

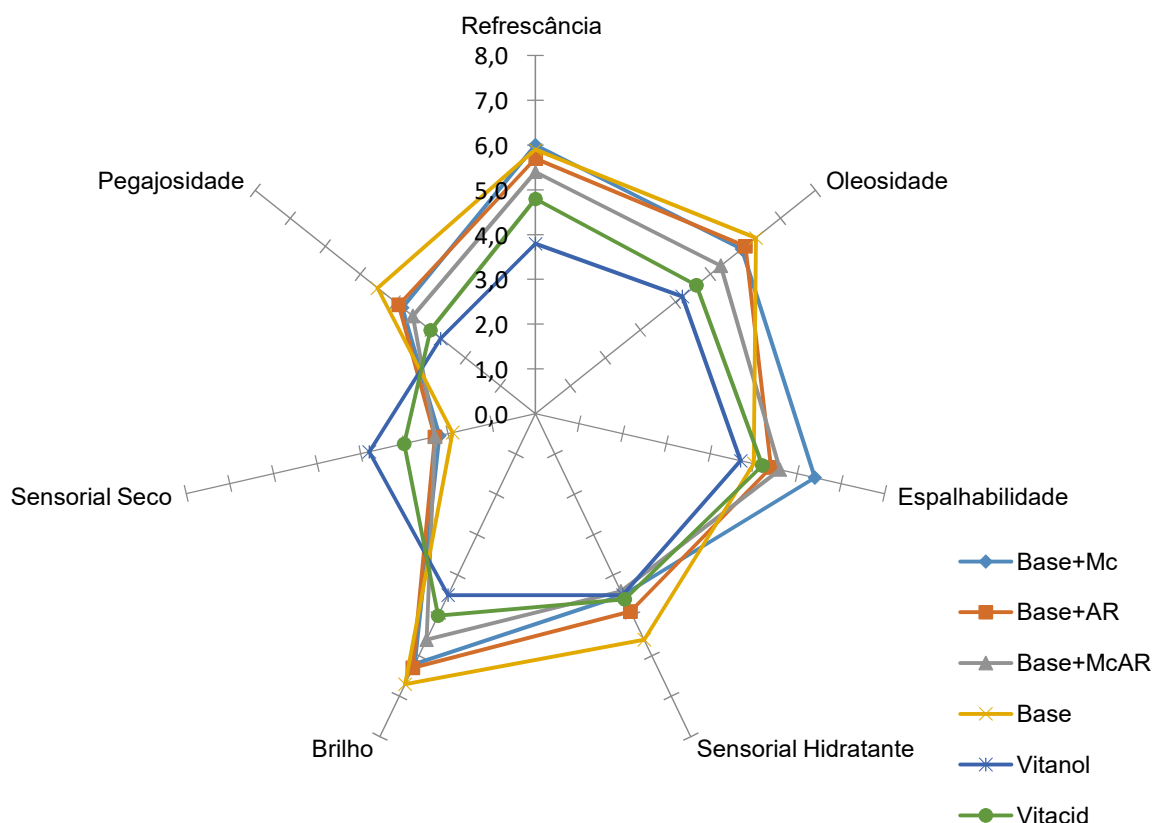


Figura 12: Gráfico aranha dos valores médios dos atributos das seis amostras de estudo.

Tabela 9: Tabela dos valores médios de cada atributo, onde as letras após cada valor significam os grupos segundo análise Tukey. Onde Base+Mc é a base com microcápsulas sem AR, Base+AR é a base com AR, Base+McAR é a base com microcápsulas com AR.

Atributo	Média dos Resultados das Amostras						DSM
	Base+Mc	Base+AR	Base+McAR	Base	Vitanol-A®	Vitacid®	
Refrescância	6,0 a	5,7 a	5,4 a,b	5,9 a	3,8 c	4,8 b	0,8
Oleosidade	5,9 a,b	6,0 a,b	5,3 b,c	6,3 a	4,2 d	4,6 c,d	0,8
Espalhabilidade	6,4 a	5,4 b	5,6 b	5,0 b,c	4,7 c	5,2 b,c	0,7
S. Hidratante	4,5 b	4,9 a,b	4,4 b	5,6 a	4,5 b	4,6 b	0,9
Brilho	6,2 a,b	6,3 a,b	5,6 b,c	6,7 a	4,5 d	5,0 c,d	0,9
Sensorial Seco	2,2 b,c	2,3 b,c	2,3 b,c	1,9 c	3,8 a	3,0 a,b	0,9
Pegajosidade	3,8 a,b,c	3,9 a,b	3,5 b,c,d	4,5 a	2,7 d	3,0 c,d	0,9
Absorção	68,2 c	65,8 c	57,8 d	83,3 b	111,7 a	79,8 b	7,4

Letras iguais na mesma linha não indicam diferença estatística entre as médias das amostras no nível de significância avaliado 5%, segundo o Teste de Tukey.

Diferença Mínima Significativa (DMS): Valores menores que os listados não representam diferenças significativas, segundo o Teste Tukey.

6.4.2.1 Quanto à oleosidade

Os resultados das análises estatísticas para o atributo oleosidade são apresentados na Tabela 10. Como o resultado foi normal, a discussão será feita sobre os resultados da média e de ANOVA e Tukey. Esses resultados foram colocados em negrito.

Tabela 10: Resumo dos dados das análises estatísticas do atributo **oleosidade** e das avaliações de ANOVA paramétricas (ANOVA+Tukey) e não-paramétricas (Postos e perfil de contrastes com p-valor repetição e p-valor interação amostra-repetição, ambos adequados)

	Amostra	Média	Desvio Padrão	Mediana	ANOVA +Tukey	Não-Paramétrico
4	Base	6,27	1,39	6,22	A	A
2	Base+AR	6,05	1,25	6,38	AB	AB
1	Base+Mc	5,86	1,29	5,87	AB	A
3	Base+Mc+AR	5,35	1,27	5,30	BC	B
6	Vitacid®	4,59	1,04	4,13	CD	CD
5	Vitanol-A®	4,15	1,81	3,87	D	D

Letras iguais na mesma coluna não indicam diferença estatística no nível de significância avaliado 5%, o mesmo é válido entre as médias das amostras segundo o Teste de Tukey e entre as medianas das amostras segundo os testes não-paramétricos.

As amostras em desenvolvimento possuem os valores mais altos em oleosidade que as amostras comerciais, ambas avaliadas como as menos oleosas. As referências de oleosidade escolhidas pelos avaliadores foram: como máximo um éster de cadeia longa (LexFeel® 700) e quanto ao zero de oleosidade a amostra de Carbomer 9040 (Dowsil® 9040) que é um gel de silicone. As formulações em desenvolvimento possuem 3% de éster de sensorial oleoso (Caprylic/Capric Trigliceride) e não possui silicones em sua composição. As formulações de mercado possuem ceras (álcool cetílico, álcool cetoestearílico) além de vários silicones aproximando-as da referência mínima de oleosidade. Interessante notar que a incorporação das microcápsulas vazias não altera a sensação de oleosidade da Base, assim como a incorporação do AR também não alterou este parâmetro. Porém a veiculação do AR através das microcápsulas diminuiu significativamente a sensação de oleosidade da Base. Esta redução de oleosidade já foi suficiente para deixá-la similar ao Vitacid®, mas não foi suficiente para torná-la similar ao Vitanol-A®.

6.4.2.2 Quanto à espalhabilidade

Os resultados das análises estatísticas para o atributo espalhabilidade são apresentados na Tabela 11. Como o resultado foi normal, a discussão será feita sobre os resultados da média e de ANOVA e Tukey. Esses resultados foram colocados em negrito.

Tabela 11: Resumo dos dados das análises estatísticas do atributo **espalhabilidade** e das avaliações de ANOVA paramétricas (ANOVA+Tukey) e não-paramétricas (Postos e perfil de contrastes com p-valor repetição mostrando diferença entre repetição 1 e 2 e p-valor interação amostra-repetição, adequado)

	Amostra	Média	Desvio Padrão	Mediana	ANOVA +Tukey	Não-Paramétrico
1	Base+Mc	6,37	1,19	6,50	A	A
3	Base+Mc+AR	5,58	1,42	5,32	B	BC
2	Base+AR	5,44	1,32	5,03	B	AB
6	Vitacid®	5,16	1,04	5,38	BC	BC
4	Base	5,04	0,93	4,58	BC	C
5	Vitanol-A®	4,68	1,12	4,68	C	BC

Letras iguais na mesma coluna não indicam diferença estatística no nível de significância avaliado 5%, o mesmo é válido entre as médias das amostras segundo o Teste de Tukey e entre as medianas das amostras segundo os testes não-paramétricos.

O atributo **espalhabilidade** contou como referência: mínima/difícil o creme dental branco e como máxima/fácil a água. Nesse atributo a amostra Base somente com as microcápsulas (sem AR) foi considerada a mais fácil de espalhar e essa amostra é totalmente diferente das demais. Vale ressaltar que a inclusão da microcápsula na base melhora a espalhabilidade. É como se a microcápsula vazia, sem o AR, fosse mais flexível ou formasse um filme mais flexível conferindo maior espalhabilidade do que quando a microcápsula possui AR, possivelmente devido a carragena. A amostra Vitacid® tem mesma facilidade de espalhar que Vitanol-A®, Base, Base com AR, e Base com AR em microcápsulas. A lecitina tem alta viscosidade e pode estar diminuindo a espalhabilidade da Base, mas quando as microcápsulas são adicionadas este efeito é minimizado. As formulações em desenvolvimento possuem itens que favorecem a espalhabilidade, como por exemplo, o éster (Caprylic/Capric Triglyceride) e o glicol (Glycerin). Esses itens também estão presentes nas formulações de mercado: éster (oleato de decila) e glicol (propilenoglicol). Porém as formulações de mercado possuem ceras (álcool cetílico e álcool cetoestearílico) que podem estar diminuindo a espalhabilidade da formulação

que mesmo contendo vários silicones conhecidos por melhorar a espalhabilidade, ainda deixam esta diferença ser significativa.

6.4.2.3 Sensação de Hidratação

Os resultados das análises estatísticas para o atributo sensação de hidratação são apresentados na Tabela 12. Como o resultado foi normal, a discussão será feita sobre os resultados da média e de ANOVA e Tukey. Esses resultados foram colocados em negrito.

Tabela 12: Resumo dos dados das análises estatísticas do atributo **sensação de hidratação** e das avaliações de ANOVA paramétricas (ANOVA+Tukey) e não-paramétricas (Postos e perfil de contrastes com p-valor repetição e p-valor interação amostra-repetição, ambos adequados)

	Amostra	Média	Desvio Padrão	Mediana	ANOVA +Tukey	Não-Paramétrico
4	Base	5,64	1,18	5,59	A	A
2	Base+AR	4,90	1,31	5,22	AB	A
6	Vitacid [®]	4,66	1,43	4,53	B	A
5	Vitanol-A [®]	4,54	1,17	4,52	B	A
1	Base+Mc	4,46	1,36	4,58	B	A
3	Base+Mc+AR	4,45	1,04	4,65	B	A

Letras iguais na mesma coluna não indicam diferença estatística no nível de significância avaliado 5%, o mesmo é válido entre as médias das amostras segundo o Teste de Tukey e entre as medianas das amostras segundo os testes não-paramétricos.

Todas as amostras em estudo tiveram valores muito próximos ao meio da escala de 9 cm. Foram, portanto posicionadas como intermediárias frente as referências: para a mínima hidratação o produto Nivea[®] Lotion Express que é uma emulsão O/W e como referência de máxima hidratação com o produto Nivea[®] Creme que é uma emulsão W/O.

De todos os atributos avaliados a sensação de hidratação foi o que apresentou menor amplitude entre os valores de mínimo e de máximo (entre eles apenas 1,19), mostrando que as 6 amostras foram avaliadas como muito próximas entre si neste quesito. Através do descritivo dos componentes dos produtos de mercado e da análise das formulações em desenvolvimento, não foi possível identificar algum componente que possa explicar esta similaridade, dado que são formulações bem distintas – seja na composição oleosa, seja na composição emulsionante. A microcápsula de carragena vazia atuou na melhoria da espalhabilidade e por ser um polissacarídeo poderia ajudar conferindo uma sensação de hidratação maior, porém não foi suficiente

dado que as amostras com as microcápsulas foram as de menor sensação de hidratação.

Vale ressaltar que estamos avaliando a sensação de hidratação e não a hidratação propriamente dita que precisaria ser avaliada com testes *in vivo* (Perda transepidérmica de água e Corneometer).

6.4.3 Análise Estatística Não-Paramétrica – ANOVA Não-Paramétrico

Como os parâmetros: refrescância, brilho, toque seco, pegajosidade e absorção resultaram em distribuições não-normais com significância de 5% o método estatístico empregado foi diferente. A rigor testes paramétricos (exemplo Tukey) não deveriam ser empregados para estes parâmetros. Então para comparar as amostras foi usada ANOVA para medidas repetidas com os valores dos atributos transformados em postos. Após ANOVA foi realizado o teste de perfil por contrastes para as comparações múltiplas entre as amostras. A transformação em postos foi utilizada porque os dados não são normais.

Toda a discussão que se segue sobre esses parâmetros será feita sobre os dados de ANOVA não-paramétrico, dado ser mais adequado para o conjunto de dados. Quando os dados são tratados de forma não-paramétrica, os dados são apresentados em relação à mediana. O nível de significância adotado foi de 5%.

6.4.3.1 Com relação à refrescância:

Os resultados das análises estatísticas para o atributo refrescância são apresentados na Tabela 13. Como o resultado foi não-normal, a discussão será feita sobre os resultados da mediana e de ANOVA não-paramétrico. Esses resultados foram colocados em negrito.

As referências eleitas como as representantes das amostras em estudo foram o Carbomer 9040 (Dowsil® 9040) gel de silicone anidro como zero de refrescância e um gel aquoso de acriloldimetiltaurato e vinilpirrolidona (Aristoflex® AVC) como referência máxima de refrescância. As formulações em desenvolvimento foram consideradas tão refrescantes quanto Vitacid® e mais refrescantes que Vitanol-A®. Pelo descritivo da formulação de Vitacid® nota-se que possui o mesmo polímero usado como referência máxima, podendo ser ele o responsável por esta similaridade. As formulações em desenvolvimento possuem refrescância similar, porém novamente a incorporação das microcápsulas puras mostra uma tendência a aumentar a refrescância (polissacarídeo). A adição do AR puro ou em microcápsulas não conferiu alteração significativa deste atributo. A formulação Vitanol-A® é a de menor

refrescância do conjunto avaliado, talvez por conter silicões de maior peso molecular assim como é a referência mínima.

Tabela 13: Resumo dos dados das análises estatísticas do atributo **refrescância** e das avaliações de ANOVA paramétricas (ANOVA+Tukey) e não-paramétricas (Postos e perfil de contrastes com p-valor repetição e p-valor interação amostra-repetição, ambos adequados)

	Amostra	Média	Desvio Padrão	Mediana	ANOVA +Tukey	ANOVA Não-Paramétrico
1	Base+Mc	6,01	1,64	6,31	A	A
4	Base	5,89	1,15	5,62	A	AB
2	Base+AR	5,70	1,38	5,39	A	AB
3	Base+Mc+AR	5,45	1,22	5,67	AB	B
6	Vitacid [®]	4,78	1,34	4,49	B	B
5	Vitanol-A [®]	3,77	1,08	3,50	C	C

Letras iguais na mesma coluna não indicam diferença estatística no nível de significância avaliado 5%, o mesmo é válido entre as médias das amostras segundo o Teste de Tukey e entre as medianas das amostras segundo os testes não-paramétricos.

6.4.3.2 Brilho na pele

Os resultados das análises estatísticas para o atributo brilho são apresentados na Tabela 14. Como o resultado foi não-normal, a discussão será feita sobre os resultados da mediana e de ANOVA não-paramétrico. Esses resultados foram colocados em negrito.

Tabela 14: Resumo dos dados das análises estatísticas do atributo **brilho** e das avaliações de ANOVA paramétricas (ANOVA+Tukey) e não-paramétricas (Postos e perfil de contrastes com p-valor repetição mostrando diferença entre repetição 1 e 2,3 e p-valor interação amostra-repetição adequado)

	Amostra	Média	Desvio Padrão	Mediana	ANOVA +Tukey	Não-Paramétrico
4	Base	6,72	0,69	6,92	A	A
2	Base+AR	6,32	0,95	6,33	AB	A
1	Base+Mc	6,23	1,43	6,42	AB	A
3	Base+Mc+AR	5,57	1,20	5,80	BC	B
6	Vitacid [®]	4,98	1,18	4,95	CD	BC
5	Vitanol-A [®]	4,49	1,22	4,77	D	C

Letras iguais na mesma coluna não indicam diferença estatística no nível de significância avaliado 5%, o mesmo é válido entre as médias das amostras segundo o Teste de Tukey e entre as medianas das amostras segundo os testes não-paramétricos.

O **Brilho** na pele foi avaliado tendo como limite mínimo a pele seca sem nenhum produto e como limite máximo com aplicação de éster de alto índice de refração (doador de brilho – LexFeel® Shine). As amostras tiveram valores acima do centro da escala e todas possuem glicóis (glicerina e propilenoglicol) que são doadores de brilho. As amostras em desenvolvimento foram classificadas como de maior brilho do que as comerciais. Comparado com a Base (maior valor de brilho) a formulação onde do AR foi veiculado em microcápsulas teve diminuição do brilho de forma significativa. Esta diferença foi tal que aproximou a aproximou do Vitacid®. É como se a microcápsula com AR funcionasse como partícula causando diminuição da reflexão da luz assim como as ceras presentes nos produtos comerciais, que foram considerados às que menos conferem brilho à pele.

Vale ressaltar que se as amostras desenvolvidas tiverem como alvo a pele acnéica, com testes de eficácia indicando bons resultados nesta aplicação, estes resultados de maior brilho e também de maior oleosidade indicam necessidade de avaliação por testes afetivos. Maior oleosidade e maior brilho podem ser correlacionados a uma pele com maior propensão à acne e não a um produto de tratamento da acne. Por outro lado, como o AR também é indicado como produto para conter o envelhecimento, para peles extremamente secas estes parâmetros (brilho e oleosidade) podem ser extremamente positivos e, portanto testes hedônicos são indicados.

6.4.3.3 Sensorial Seco

Os resultados das análises estatísticas para o atributo sensorial seco são apresentados na Tabela 15. Como o resultado foi não-normal, a discussão será feita sobre os resultados da mediana e de ANOVA não-paramétrico, negritos.

No atributo **sensorial seco**, o grupo de avaliadores escolheu como referência minimamente seca uma formulação chamada Creme (descrita na Tabela 2). Nela eles relatam sentir uma fase aquosa, porém muito suave e breve. Como referência máxima de sensação seca, a matéria-prima talco foi escolhida. As amostras em estudo foram avaliadas como pouco secas, ficando mais próximas à referência mínima.

A amostra considerada pelos avaliadores como mais seca foi o Vitanol-A®. em sua composição estão silicones de alto peso molecular e ceras (álcool cetílico e cetoestearílico) que podem colaborar com este perfil sensorial. A amostra Base foi a menos seca de todas. A incorporação do AR, das microcápsulas e do AR em microcápsulas deixam a Base mais seca e esta diferença é significativa. O aumento no

sensorial seco foi suficiente para tornar as formulações em desenvolvimento similares ao Vitacid®. O resultado encontrado para o sensorial seco foi muito semelhante ao inverso da oleosidade.

Tabela 15: Resumo dos dados das análises estatísticas do atributo **sensorial seco** e das avaliações de ANOVA paramétricas (ANOVA+Tukey) e não-paramétricas (Postos e perfil de contrastes com p-valor repetição e p-valor interação amostra-repetição, ambos adequados)

	Amostra	Média	Desvio Padrão	Mediana	ANOVA +Tukey	Não-Paramétrico
5	Vitanol-A®	3,84	1,64	4,02	A	A
6	Vitacid®	3,02	1,26	3,45	AB	B
2	Base+AR	2,29	1,26	2,45	BC	B
3	Base+Mc+AR	2,29	1,33	1,98	BC	B
1	Base+Mc	2,17	1,52	1,69	BC	B
4	Base	1,93	1,44	1,57	C	C

Letras iguais na mesma coluna não indicam diferença estatística no nível de significância avaliado 5%, o mesmo é válido entre as médias das amostras segundo o Teste de Tukey e entre as medianas das amostras segundo os testes não-paramétricos.

6.4.3.4 Pegajosidade

Os resultados das análises estatísticas para o atributo pegajosidade são apresentados na Tabela 16. Como o resultado foi não-normal, a discussão será feita sobre os resultados da mediana e de ANOVA não-paramétrico. Esses resultados foram colocados em negrito.

Tabela 16: Resumo dos dados das análises estatísticas do atributo **pegajosidade** e das avaliações de ANOVA paramétricas (ANOVA+Tukey) e não-paramétricas (Postos e perfil de contrastes com p-valor repetição e p-valor interação amostra-repetição, ambos adequados)

	Amostra	Média	Desvio Padrão	Mediana	ANOVA +Tukey	Não-Paramétrico
4	Base	4,48	1,56	4,65	A	A
2	Base+AR	3,94	1,54	4,23	AB	B
1	Base+Mc	3,79	1,51	3,73	ABC	ABC
3	Base+Mc+AR	3,45	1,40	3,71	BCD	CD
6	Vitacid®	2,96	1,19	3,28	CD	DE
5	Vitanol-A®	2,73	1,34	3,12	D	E

Letras iguais na mesma coluna não indicam diferença estatística no nível de significância avaliado 5%, o mesmo é válido entre as médias das amostras segundo o Teste de Tukey e entre as medianas das amostras segundo os testes não-paramétricos.

A **pegajosidade** foi avaliada com relação à referência zero/nenhuma pegajosidade sendo a matéria-prima talco e com a referência máxima um polímero utilizado na formação de filme à prova d'água para protetores solares (Lexorex® 200), dado sua adesão na pele. Os resultados encontrados foram abaixo da metade da escala de 9 cm.

A amostra com maior pegajosidade foi a amostra Base. Nela encontramos 3% de lecitina que tem alta viscosidade e pura é muito pegajosa. A adição do AR diminuiu a pegajosidade da Base. A adição das microcápsulas vazias não alterou a pegajosidade da Base, ou seja o polissacarídeo sozinho não conseguiu diminuir esta pegajosidade. A veiculação do AR em microcápsulas reduziu a pegajosidade da Base de forma significativa, esta amostra teve valor similar ao produto comercial Vitacid®, logo a união do AR que diminuiu a pegajosidade da Base com o polissacarídeo da microcápsula formou conjunto potencializador diminuindo a pegajosidade.

Os produtos comerciais foram considerados os de menor pegajosidade sem diferença significativa entre eles – possivelmente os silicones presentes nestas formulações e os álcoois graxos contribuíram para este sensorial pouco pegajoso e seco como a referência mínima (talco). O Vitanol-A® foi a amostra de menor pegajosidade (possui silicones de mais alto peso molecular), porém não houve diferença significativa entre ele, Vitacid® e a Base com o AR veiculado em microcápsulas.

6.4.3.5 Tempo para Absorção

Os resultados das análises estatísticas para o atributo tempo para absorção são apresentados na Tabela 17. Como o resultado foi não-normal, a discussão será feita sobre os resultados da mediana e de ANOVA não-paramétrico. Resultados similares nas 3 repetições foram colocados em negrito.

Tabela 17: Resumo dos dados das análises estatísticas do atributo **tempo para absorção** e das avaliações de ANOVA paramétricas (ANOVA+Tukey) e não-paramétricas (Postos e perfil de contrastes demonstrando interação entre amostra e repetição p-valor 0,0399)

	Amostra	Média	Desvio Padrão	Mediana	Paramétrico	Não-Paramétrico		
					ANOVA+Tukey	Rep 1	Rep 2	Rep 3
5	Vitanol-A®	111,67	24,87	120,00	A	A	A	A
4	Base	83,33	25,91	86,00	B	AB	BC	AB
6	Vitacid®	79,77	28,15	80,50	B	BC	BC	BC
1	Base+Mc	68,23	24,08	68,33	C	C	BC	C
2	Base+AR	65,83	26,41	55,17	C	C	B	BC
3	Base+Mc+AR	57,83	24,39	52,00	D	C	C	C

Letras iguais na mesma coluna não indicam diferença estatística no nível de significância avaliado 5%, o mesmo é válido entre as médias das amostras segundo o Teste de Tukey e entre as medianas das amostras segundo os testes não-paramétricos.

A grande maioria dos avaliadores (12 dos 17 – 71%) considerou o **tempo para a absorção** das amostras como um fator que as distingue quando as amostras foram analisadas duas-a-duas. Porém a análise estatística mostra interação entre as amostras e as repetições, a discussão é feita a seguir nos pontos em que houve mesmo resultado nas 3 repetições.

A análise estatística deste atributo nos mostra que houve interação entre as amostras e as repetições. Isso indica que conforme ocorria avaliação das amostras e as repetições, as análises não seguiam um padrão, como aconteceu na avaliação dos outros atributos. Este fato pode ter como causas:

- Cansaço/fadiga do avaliador pode ter ocorrido, pois realizar as rotações até a absorção (máximo 120 rotações) é um processo longo.
- Diferença de hidratação na pele do antebraço entre as avaliações. Se o avaliador fez o teste em um dia em que estava com a pele mais seca, o número de voltas para considerar absorvido pode ter sido menor do que outro dia em que a pele estivesse menos seca.
- Necessidade de maior treinamento neste atributo, diminuindo o desvio padrão e com isso indicando a melhoria na percepção;
- Como foram executados no máximo 4 atributos por sessão (4 avaliações, 2 em cada antebraço com 15 minutos entre elas), às vezes o avaliador fez teste de absorção inicialmente e às vezes fez o teste de absorção como o segundo teste da sessão. Com isso pode ter havido uma “saturação” da pele, respondendo diferente à mesma amostra, ou à repetição.

A amostra que mais necessitou de rotações para ser considerada absorvida foi a amostra Vitanol-A® e a diferença entre ela e todas as outras é significativa. Nela há silicones de alto peso molecular e ceras (álcool cetílico e cetoestearílico) que formam filme mais prolongado aumentando número de rotações até considerar absorvido.

A amostra Vitacid ficou em região intermediária e apesar de necessitar de 80 rotações e meia para ser considerada absorvida, estatisticamente é igual à amostra onde o AR foi veiculado em microcápsulas.

A amostra que se mostrou ser a de mais rápida absorção foi a amostra onde o AR foi veiculado em microcápsulas de carragena que com apenas 52 rotações de mediana, já foi considerada absorvida e esta diferença é significativa quando comparada com Vitanol-A®.

6.4.4 Análise do Grupo de Avaliadores

6.4.4.1 Resultados paramétricos:

Após ANOVA, fez-se Tukey e com ele o software SAS gera os valores de pF de amostra que nos indica o poder de cada voluntário em discriminar o atributo em cada amostra e o pF repetição que é o poder de repetibilidade de cada avaliador para cada atributo. Todas as análises (ANOVA e Tukey) consideraram alfa de 0,05, ou seja, o nível de significância considerado nas afirmações das conclusões a seguir tem 95% de confiança. Analisamos os resultados dos atributos paramétricos, ou seja, os que deram resultados normais: oleosidade, espalhabilidade e sensorial hidratante.

Os resultados dos pF de amostra dos 10 voluntários para todos os atributos após as 3 repetições se encontram na Tabela 18.

Para o atributo oleosidade não foi demonstrada nenhuma dificuldade por nenhum dos avaliadores.

Para a espalhabilidade, apenas o avaliador 11 teve alguma dificuldade e para o sensorial hidratante foram dois avaliadores com dificuldades na percepção deste sensorial nas amostras – avaliadores 3 e 12. Uma nova sessão de treinamento seria recomendado.

Os resultados dos pF de repetição dos 10 voluntários para todos os atributos após 3 repetições se encontram na Tabela 19.

Para o atributo oleosidade dois avaliadores (3 e 11) tiveram oscilações significativas entre as repetições. Para a espalhabilidade apenas o avaliador 4 teve

oscilação significativa. Para o sensorial hidratante, cinco avaliadores tiveram oscilações significativas. Sessões de treinamento e nova repetição seriam recomendados.

Tabela 18: Valores dos pF de amostra dos 10 avaliadores em cada atributo. Valores com pF de amostra maiores que 0,5 foram colocados em negrito e mostram dificuldade do avaliador na percepção deste atributo.

Atributos		Avaliador									
		2	3	4	6	7	9	11	12	13	14
Refrescância	amostra	0.0404	0.5932	0.0466	0.0005	0.0006	<.0001	0.3921	0.0058	0.0571	0.0426
Oleosidade		0.0423	0.0434	0.0009	0.0011	0.3868	0.0015	0.0586	0.1083	0.4616	0.1447
Espalhabilidade		0.0689	0.1087	0.0968	0.0158	0.0438	0.0544	0.6611	0.0007	<.0001	0.0028
Sensorial Hidratante		<.0001	0.6661	0.0252	0.0115	0.2649	<.0001	0.0134	0.8187	0.2359	0.1921
Brilho		0.1375	0.1187	0.0022	0.0014	0.0307	0.0016	0.0111	0.0136	0.0359	0.0444
Sensorial Seco		0.0065	0.1595	0.1295	0.0248	0.0619	0.0005	0.1694	0.2972	0.5602	0.0223
Pegajosidade		<.0001	0.1649	0.0087	0.0098	0.2756	0.0009	0.1096	0.5146	0.1289	0.2454
Absorção		<.0001	0.0161	.	<.0001	<.0001	<.0001	0.0002	0.1856	<.0001	<.0001

Tabela 19: Valores dos pF de repetição dos 10 avaliadores em cada atributo. Valores com pF de repetição menores que 0,03 foram colocados em negrito e mostram dificuldade do avaliador nas repetições das análises.

Atributos		Avaliador									
		2	3	4	6	7	9	11	12	13	14
Refrescância	rep	0.0041	0.0042	0.0309	0.0743	0.0554	0.7196	0.8496	0.3954	0.0744	0.0769
Oleosidade		0.5946	0.0119	0.1197	0.7260	0.0686	0.7697	0.0009	0.0321	0.9606	0.7884
Espalhabilidade		0.9234	0.1192	0.0149	0.1410	0.0286	0.0646	0.0953	0.1362	0.8716	0.0850
Sensorial Hidratante		0.0016	0.4784	0.2498	0.0048	<.0001	0.2734	0.0034	0.1479	0.5943	0.0098
Brilho		0.0460	0.1849	0.0399	0.0003	0.2117	0.0933	<.0001	0.0011	0.2546	0.0014
Sensorial Seco		0.0462	0.0865	0.0112	0.8810	<.0001	0.9830	0.0266	0.0017	0.3927	0.0253
Pegajosidade		0.0285	0.0020	0.0107	<.0001	0.0008	0.0145	0.0053	0.0085	0.3640	0.0072
Absorção		0.0085	0.7681	.	0.7541	0.7862	0.5349	0.4181	0.7164	0.7541	0.0577

6.4.4.2 Resultados não-paramétricos:

Após análise não-paramétrica dos atributos, gerou-se o p-valor de repetição e o p-valor de interação amostra-repetição. Para um resultado adequado é desejável que ambos sejam maiores que 0,05.

O p-valor de repetição mostra se houve ou não diferença significativa entre as repetições feitas. O p-valor de interação amostra-repetição, uma vez detectado, mostra que conforme ocorria avaliação das amostras e as repetições, as análises não seguiam um padrão. Uma mesma amostra tinha um resultado maior em uma repetição e muito menor em outra, por exemplo.

Para os atributos não-normais será feita a discussão dos resultados apresentados na Tabela 20.

Para a **refrescância**, **sensorial seco e pegajosidade**, não houve interação amostra-repetição e não houve diferenças significativas entre as repetições. Portanto os avaliadores compreenderam bem o parâmetro e não oscilaram nas repetições.

Na análise de **brilho**, como p-valor repetição foi de 0,0270 ($1 > 2,3$) mostra uma diferença encontrada na repetição 1 frente a 2 e 3. Realizar uma quarta repetição é alternativa para dirimir o problema.

Na avaliação do **tempo de absorção**, a análise estatística deste atributo nos mostra que houve interação entre as amostras e as repetições. Isso indica que conforme ocorria avaliação das amostras e as repetições, as análises não seguiam um padrão, como aconteceu na avaliação dos outros atributos. As possíveis causas foram listadas no item 6.4.3.5.

Interessante notar que independentemente da análise estatística empregada no atributo **espalhabilidade** seja pela análise paramétrica como na não-paramétrica os resultados mostram problemas nas repetições. Na análise paramétrica, um avaliador teve diferença significativa nas repetições e na análise não-paramétrica como o p-valor repetição foi de 0,0105 ($1 < 2$) mostra uma diferença encontrada nas repetições 1 e 2. Essa diferença afeta muito a mediana. Realizar mais uma repetição seria uma alternativa para minimizar esta diferença no p-valor repetição.

Tabela 20: Resultados do p-valor de repetição e p-valor interação amostra-repetição dos resultados de todos os parâmetros. Desejável que sejam maiores que 0,05. Em negrito os resultados com problemas detalhados abaixo

Parâmetro	p-valor repetição	Resultado	p-valor interação amostra repetição	Resultado
Oleosidade	0,5177	Adequado	0,1323	Adequado
Espalhabilidade	0,0105 (1<2)	Inadequado	0,2724	Adequado
Sensorial Hidratante	0,3433	Adequado	0,1172	Adequado
Refrescância	0,7163	Adequado	0,1047	Adequado
Brilho	0,0270 (1>2,3)	Inadequado	0,1475	Adequado
Sensorial Seco	0,8088	Adequado	0,5567	Adequado
Pegajosidade	0,5375	Adequado	0,3160	Adequado
Tempo de Absorção	Interação - Inadequado			

6.4.5 Análise Sensorial – Teste Triangular – Grupo Treinado versus Não-Treinado

A fim de verificar as diferenças na sensibilidade de resposta um painel treinado e um painel não-treinado (grupo de consumidores), foi feito um teste adicional. Utilizou-se a análise sensorial discriminativa com uso de teste triangular segundo ASTM E1885-04 com as amostras Base e Base com microcápsulas a fim de verificar se um grupo de voluntários não-treinados (consumidores) conseguiria perceber diferença sensorial quando as microcápsulas são adicionadas na base desenvolvida.

Vale ressaltar que o painel treinado detectou diferença entre estas amostras de forma significativa (95% de confiança) em três atributos: espalhabilidade, Sensação de hidratação e sensorial seco.

No grupo não-treinado, 29 pessoas realizaram o teste triangular de impressão global (5 homens de 24 até 32 anos e 24 mulheres de 23 até 45 anos) e o resultado encontrado foi de 9 acertos e 20 erros. Segundo a norma ASTM E1885-4 para testes triangulares, tendo-se 29 voluntários é preciso que no mínimo 13 acertem qual é a amostra diferente para se afirmar que há diferença entre as amostras com alfa de 0,2. Portanto podemos dizer que não foi encontrada diferença significativa entre a Base e a Base com as microcápsulas com 80% de confiança. Ou seja, o painel não-treinado (consumidores) não detectou diferença significativa entre as amostras.

Porém não podemos afirmar que o painel não-treinado classificou-as como iguais, pois a norma coloca que para se determinar que as amostras sejam iguais faz-se necessário no mínimo 42 voluntários.

6.4.6 Análise Sensorial – Desenvolvimento e Validação de Metodologia

Dado que foi utilizada metodologia já desenvolvida e validada pela norma ASTM E1490-11 e o método desenvolvido por Stone e Sidel (STONE; SIDEL, 2004), neste trabalho não houve o desenvolvimento da metodologia e validação, conforme colocado no título.

7) Conclusões:

A análise sensorial descritiva detectou diferenças significativas entre as formulações em desenvolvimento, apesar de serem muito próximas quimicamente. Ao adicionarmos o AR na Base houve aumento na facilidade de espalhar, o sensorial ficou mais seco e diminuiu a pegajosidade.

Segundo os resultados da Análise Descritiva a incorporação das microcápsulas vazias na Base, facilitou-se o espalhar e deixou o sensorial mais seco. Quando um teste Triangular foi feito entre estas duas formulações com um painel não-treinado, essas diferenças não foram encontradas, o que nos confirma a maior sensibilidade de um painel treinado.

A análise sensorial descritiva de sistemas de liberação de ácido retinóico (AR) constituídos por microcápsulas de k-carragena veiculadas em emulsões providas, ou não, de estruturas líquido-cristalinas, através da técnica Perfil Descritivo Quantitativo mostrou que a incorporação do AR em microcápsulas propiciou a diminuição do brilho e da pegajosidade da formulação quando comparada com a mesma fórmula onde o AR foi veiculado diretamente.

Quando o perfil sensorial das formulações desenvolvidas foi comparado com os dos produtos comerciais viu-se que as amostras de mercado são diferentes das amostras em desenvolvimento em vários atributos. As amostras de mercado têm menor oleosidade, menor pegajosidade e menor brilho na pele.

As amostras de mercado são diferentes entre si nos atributos: refrescância, toque seco e absorção.

8) Agradecimentos:

Agradeço à **FAPESP (2015/02129-6)** pelo apoio financeiro fundamental para a realização deste trabalho.

Agradeço à **Pró Reitoria de Pesquisa/FAEPEX** da UNICAMP pelo apoio financeiro fundamental para a realização deste trabalho.

Agradeço à **Área de Estatística da Faculdade de Ciências Médicas** da UNICAMP, especificamente à Cleide e Juliana por todo apoio estatístico.

9) Referências Bibliográficas:

ALCANTARA, M.; FREITAS-SÁ, D. D. G. C. Metodologias sensoriais descritivas mais rápidas e versáteis – uma atualidade na ciência sensorial. **Brazilian Journal of Food Technology**. V.21, e2016179, 2018

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE HIGIENE PESSOAL, PERFUMARIA E COSMÉTICOS. **Panorama do Setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos**. São Paulo, 2016. Disponível em:<[HTTP//www.abihpec.org.br/novo/wp-content/uploads/PANORAMA-DO-SETOR-2016.pdf](http://www.abihpec.org.br/novo/wp-content/uploads/PANORAMA-DO-SETOR-2016.pdf)>. Acesso em: 27 setembro 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE HIGIENE PESSOAL, PERFUMARIA E COSMÉTICOS. **Panorama do Setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos**. São Paulo, 2018. Disponível em<<https://abihpec.org.br/site2016/wp-content/uploads/2018/05/PANORAMA-DO-SETOR-FECHAM-20172.pdf>>Acesso em: 27 fevereiro 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS.**E1490-11** Standard guide for two sensory descriptive analysis approaches for skin creams and lotions. West Conshohocken: Annual Book of ASTM Standards, 2012. 40 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS.**E1885-04 (reapproved 2011)** Standard test method for Sensory Analysis – Triangle Test. West Conshohocken: Annual Book of ASTM Standards, 2018. 8 p.

Bula do Vitacid® Empresa Theraskin Disponível em
<http://www.anvisa.gov.br/datavisa/fila_bula/frmVisualizarBula.asp?pNuTransacao=8187602015&pIdAnexo=2848787> Acesso em 20 de março de 2019.

Bula do Vitanol-A® Empresa Stiefel Disponível em
<http://www.anvisa.gov.br/datavisa/fila_bula/frmVisualizarBula.asp?pNuTransacao=10416012015&pIdAnexo=2971445> Acesso em 20 de março de 2019.

CARDOSO, J.M.P. **Análise de diferentes edulcorantes em néctar de pêssago: determinação da doçura ideal, equivalências em doçura, análise de aceitação e determinação do perfil sensorial.** 2007. 185f. Dissertação de mestrado – Faculdade de Engenharia de Alimentos, universidade Estadual de Campinas, Campinas. 2002.

CONOVER, W.J.; IMAN, R.L. Rank Transformations as a Bridge Between Parametric and Nonparametric Statistics. **The American Statistician**, Vol.35, No.3 (Aug. 1981), pp124-129.

DUTCOSKY, S. D. **Análise Sensorial de Alimentos** 4ª Ed. Champagnat, 2013 540p.

GUERRA, E.C. **Proposta e análise de uma metodologia para avaliação do desempenho técnico de perfumes.** 2002. 97f. Dissertação (mestrado profissional) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002.

ISAAC, V.; CHIARI, B.G.; MAGNANI, C.; CORRÊA, M.A. Análise sensorial como ferramenta útil no desenvolvimento de cosméticos. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, 33 (4): pp. 479-488, 2012.

LEI DO VOLUNTARIADO. Disponível em:
<http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/leis/L9608.htm> Acesso em: 26 fevereiro de 2019.

LEONARDI, G.R.; SPERS, V.R.E. (Coord.).**Cosmetologia e Empreendedorismo: Perspectivas para a criação de Novos Negócios.**1ª Ed. São Paulo:Pharmabooks, 2015. 525 p.

LUKIC, M.; JAKSIC, I.; KRSTONOSIC, V. CEKIC, N.; SAVIC, S. A combined approach in characterization of an effective w/o hand cream: the influence of emollient on textural, sensorial and in vivo skin performance. **International Journal of Cosmetic Science**, v.34, p.140-149, 2012.

MONTGOMERY, D.C. Design and Analysis of Experiments. 3rd ed. 1991 New York: John Wiley & Sons.

MORÁVKOVÁ, T. ;FILIP, P. The influence of emulsifier on rheological and sensory properties of cosmetic lotions. **Advances in Materials Sciences and Engineering** Volume 2013, Article ID 168503, 7 p. Disponível em:
<<http://dx.doi.org/10.1155/2013/168503>>. Acesso em: 21 setembro 2016.

NASSU, R.T.; BERNARDI, M.R.V.; BORBA, H.; TULLIO, R.R.; CRUZ, G.M. Comunicado Técnico 92; **EMBRAPA** ISSN 1981-206X São Carlos, Dezembro de 2009.

NASSU, R.T.; BORBA, H.; BERNARDI-VERRUMA, M.R.; Validação de protocolo sensorial para avaliação de carne bovina. In: 6º SENSIBIER, 19-21 de agosto de 2010. **Brazilian Jornal of Food Technology**. p.152-160, 2011.

OLIVEIRA, M.B.; PRADO, A.H.; BERNEGOSI, J.; SATO, C.S.; BRUNETTI, I.L.; SCARPA, M.V.; LEONARDI, G.R.; FRIBERG, S. E.; CHORILLI, M. Nanotechnology-based drug delivery systems for the treatment of skin aging, **BioMed Research International**, ID 632570. v.14,7 p., 2014.

OZKAN, S.; GILLECE, T.W.; SENAK, L.; MOORE, D.J. Characterization of yield stress and slip behavior of skin/hair care gels using steady flow and LAOS measurements and their correlation with sensorial attributes. **International Journal of Cosmetic Science**, v.34, p. 193-201, 2012.

PALERMO, J.R. **Análise Sensorial – Fundamentos e Métodos**. Editora Atheneu, 2015.

PARENTE, M.E.; GAMBARO, A.; SOLANA, G. Study of sensory properties of emollients used in cosmetic and their correlation with physicochemical properties. **Journal of Cosmetic Science**, 56, pp. 175-182, 2005.

PENSÉ-LHÉRITIER, A.-M. Recent development in the sensorial assessment of cosmetic products: a review. **International Journal of Cosmetic Science**, v.37, p. 465-473, 2015.

PERRECHIL, F.A.; SATO, A.C.K.; CUNHA, R.L. k-Carrageenan-sodium caseinate microgel production by atomization: Critical analysis of the experimental procedure. **Journal of Food Engineering**, v.104, p.123-133, 2011.

PERRECHIL, F.A.; CUNHA, R.L. Development of multiple emulsions based on the repulsive interaction between sodium caseinate and LBG. **Food Hydrocolloids**, v.26, p.126-134, 2012.

SAVARY, G.; GRISEL, M.; PICARD, C. Impact of emollients on the spreading properties of cosmetic products: A combined sensory and instrumental characterization. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v.102, p.371-378, 2013.

SKEDUNG, L.; BURACZEWSKA-NORIN, I.; DAWOOD, N.; RUTLAND, M. W.; RINGSTAD, L. Tactile friction of topical formulations. **Skin Research and Technology**, v. 22, p. 46-54, 2016.

STONE, H.; SIDEL, J.L. **Sensory Evaluation Practices**, 3rd ed. California.USA: Elsevier Academic Press, 377 p., 2004.

YAP, B. W. and SIM, C. H. Comparisons of various types of normality tests. **Journal of Statistical Computation and Simulation**. 81:12, 2141-2155, 2011. DOI:10.1080/00949655.2010.520163

ZHANG, H.; TUMARKIN, E.; SULLAN, R.M.A.; WALKER, G.C.; KUMACHEVA, E. Exploring microfluidic routes to microgels of biological polymers. **Macromolecular Rapid Communications**, v. 28, p. 527-538, 2007.

5. DISCUSSÃO GERAL

A Análise Sensorial nasce na área de alimentos e vem ganhando espaço e importância na área cosmética e dermatológica. (14)

A análise sensorial surge em meados de 1940 na industrialização alimentícia, e é utilizada na área cosmética na década de 1970 (5). Schwartz em seu artigo de 1975 que trata de análise sensorial em cosméticos já afirmava que a área de alimentos estava continuamente publicando métodos e abrindo diálogo com aqueles que trabalham nessa área e que havia poucas publicações e métodos para a avaliação de produtos para a pele. (15)

O uso de métodos simples como o Teste Triangular e de Ordenação podem ser de grande valia na tarefa de desenvolver novos produtos. Como quaisquer metodologias requerem critério e cuidado da aplicação do método, porém não necessitam de voluntários treinados, não é necessário um grande número de voluntários (com 18 voluntários temos um bom número para afirmar que há diferença segundo a ASTM E1885-04 para teste triangular), são métodos rápidos e de estatística muito simples. Esse conjunto de características deveria colocá-los como métodos muito utilizados, porém são poucas as publicações baseadas nesses métodos. (14)

No levantamento bibliográfico realizado foi encontrado um maior número de publicações envolvendo produtos cosméticos com o uso de métodos descritivos. Um deles data de 1987 (16) onde se afirma que a análise descritiva havia sido recentemente adaptada para os produtos para a pele. Vale lembrar que como definiu Stone e Sidel (2004, p.201. tradução nossa) *“a análise descritiva é a mais sofisticada das metodologias disponíveis ao profissional de Análise Sensorial quando comparada com os métodos discriminativos e afetivos.”* Talvez este incremento nas publicações envolvendo os estudos descritivos, possa

estar corroborando com a imagem que toda Análise Sensorial é demorada e cara. (2, 4, 7, 17, 18)

Importante ressaltar que são muitos os métodos em Análise Sensorial e que eles não são excludentes. Ao contrário, é muito importante a associação de técnicas. Portanto faz-se necessária a aproximação dos estudos de análise sensorial dos pesquisadores de formulações, pois às vezes métodos simples e rápidos podem resolver questões importantes. Esses métodos simples quando bem empregados já auxiliam na triagem de formulações, na escolha do caminho técnico e na verificação da influência do aumento um componente ou outro na formulação como se avaliou no Artigo 1.

Mesmo análises mais complexas e que chegam ao perfil sensorial que é a impressão digital de um produto podem não responder a uma série de perguntas. Um exemplo foi dado na discussão do Artigo 2 quando avaliou-se a maior oleosidade e brilho das formulações em desenvolvimento quando comparadas com os produtos de mercado. Colocamos que o perfil mostra o incremento desses parâmetros, porém não responde perguntas hedônicas como qual seria o impacto deste aumento na oleosidade e brilho na aceitação desta fórmula seja numa pele acnéica ou numa pele com xerose. Importante compor um grupo de testes que possam ajudar na decisão, pois não há teste que responda todas as perguntas necessárias para o sucesso de um produto.

Outro ponto que merece menção é que um painel treinado ao funcionar como instrumento de medida, detecta diferenças que muitas vezes um grupo não-treinado, como são os consumidores, não consegue detectar. O Artigo 2 coloca esta questão quando elabora teste triangular com painel não-treinado e as amostras Base e Base com microcápsulas. O painel não-treinado não detectou diferença na impressão global (com 80% de confiança), enquanto que o painel treinado detectou diferença (com 95% de confiança) em três atributos: espalhabilidade, sensação de hidratação e toque seco.

Se por um lado os laboratórios cosméticos buscam se equipar com instrumentos de medidas para se apoiar na tomada da decisão, é importante se equipar de ferramentas sensoriais também.

Faz-se necessário a ampliação dos estudos de Análise Sensorial específicos para a área cosmética e dermatológica a fim de ampliar o uso desta ciência, adaptar formas de aplicação e minimizar os equívocos.

Um exemplo de necessidade de adaptação da forma da aplicação pode ser descrita utilizando-se o Artigo 2 quando da apresentação dos produtos de referência. Se na área de alimentos, a apresentação do padrão intermediário (quando ele se faz necessário) além dos padrões máximo e mínimo para cada atributo a ser analisado é uma etapa simples, onde se inclui um item a mais a ser avaliado. Porém, se houvesse a necessidade de um padrão intermediário em algum dos 8 atributos avaliados, esta etapa seria bem complicada quando se envolve a aplicação de um produto na pele. No Artigo 2, usamos o dorso de cada mão como superfície adequada para a aplicação dos padrões máximo e mínimo, o que dificultaria a inclusão de um item intermediário por não se ter uma terceira superfície igual para este padrão intermediário.

6. CONCLUSÃO GERAL

A avaliação dos produtos (Artigo 1) mostrou que há diferença significativa entre as amostras de mercado e formulações desenvolvidas quanto aos seus aspectos instrumentais (texturometria, condutimetria e reologia) e aspectos sensoriais utilizando métodos discriminativos - Triangular e Ordenação. Diferentes tipos de emulsão resultaram em diferenças em aspectos sensoriais como a espalhabilidade. Os resultados da análise oscilatória foram similares aos da análise

sensorial, porém encontraram-se resultados inesperados na texturometria, que merecem investigação futura modificando o método.

Avaliou-se produtos (Artigo 2) de mercado e formulações desenvolvidas utilizando-se da análise descritiva para elaboração de perfil sensorial através da Análise Descritiva. O perfil sensorial tátil das seis amostras foi traçado e a veiculação do ácido retinóico usando-se microcápsulas modificou aspectos sensoriais importantes, ora diferenciando-o e ora aproximando-o das formulações de mercado. O perfil sensorial através da análise descritiva nos permite identificar as características sensoriais de cada produto analisado, características que podem ou não serem apreciadas pelo consumidor final, auxiliando no correto posicionamento do novo produto frente aos já existentes no mercado.

Portanto é preciso cuidado no uso de métodos instrumentais para relacionar com a análise sensorial. Há análises sensoriais simples que bem empregadas nos permitem bom direcionamento técnico, porém um método de análise sensorial não exclui outro. Portanto é importante abastecer os laboratórios de desenvolvimento de produtos, não somente com equipamentos, mas também com ferramentas sensoriais, apesar de não ser simples o trabalho com voluntários.

7. REFERÊNCIAS



1. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE HIGIENE PESSOAL, PERFUMARIA E COSMÉTICOS. **Panorama do Setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos**. São Paulo, 2018. Disponível em<<https://abihpec.org.br/site2016/wp-content/uploads/2018/05/PANORAMA-DO-SETOR-FECHAM-20172.pdf>>Acesso em: 27 fevereiro 2019.
2. LUKIC, M.; JAKSIC, I.; KRSTONOSIC, V. CEKIC, N.; SAVIC, S. A combined approach in characterization of an effective w/o hand cream: the influence of emollient on textural, sensorial and in vivo skin performance. **International Journal of Cosmetic Science**, v.34, p.140-149, 2012.
3. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE HIGIENE PESSOAL, PERFUMARIA E COSMÉTICOS. **Panorama do Setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos**. São Paulo, 2016. Disponível em:<[HTTP//www.abihpec.org.br/novo/wp-content/uploads/PANORAMA-DO-SETOR-2016.pdf](http://www.abihpec.org.br/novo/wp-content/uploads/PANORAMA-DO-SETOR-2016.pdf)>. Acesso em: 27 setembro 2016.
4. MORÁVKOVÁ, T. ;FILIP, P. The influence of emulsifier on rheological and sensory properties of cosmetic lotions. **Advances in Materials Sciences and Engineering** Volume 2013, Article ID 168503, 7 p. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1155/2013/168503>>. Acesso em: 21 setembro 2016.
5. PENSÉ-LHÉRITIER, A.-M. Recent development in the sensorial assessment of cosmetic products: a review. **International Journal of Cosmetic Science**, v.37, p. 465-473, 2015.
6. NASSU, R. T.; BERNARDI, M. R. V.; BORBA, H.; TULLIO, R. R.; CRUZ, G.M. Comunicado Técnico 92; **EMBRAPA** ISSN 1981-206X São Carlos, Dezembro de 2009.
7. SKEDUNG, L.; BURACZEWSKA-NORIN, I.; DAWOOD, N.; RUTLAND, M. W.; RINGSTAD, L. Tactile friction of topical formulations. **Skin Research and Technology**, v. 22, p. 46-54, 2016.

8. STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory Evaluation Practices**, 3rd ed. California.USA: Elsevier Academic Press, 377 p., 2004.
9. PALERMO, J. R. **Análise Sensorial – Fundamentos e Métodos**. Editora Atheneu, 2015.
10. LEONARDI, G. R.; SPERS, V. R. E. (Coord.). **Cosmetologia e Empreendedorismo: Perspectivas para a criação de Novos Negócios**. 1ª Ed. São Paulo:Pharmabooks, 2015. 525 p.
11. DUTCOSKY, S. D. **Análise Sensorial de Alimentos** 4ª Ed. Champagnat, 2013. 540p.
12. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E1885-04 (reapproved 2011)** Standard test method for Sensory Analysis – Triangle Test. West Conshohocken: Annual Book of ASTM Standards, 2018. 8 p.
13. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **E1490-11** Standard guide for two sensory descriptive analysis approaches for skin creams and lotions. West Conshohocken: Annual Book of ASTM Standards, 2012. 40 p.
14. ISAAC, V.; CHIARI, B. G.; MAGNANI, C.; CORRÊA, M.A. Análise sensorial como ferramenta útil no desenvolvimento de cosméticos. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, 33 (4): pp. 479-488, 2012.
15. SCHWARTZ, N.O. Adaption of the sensory texture profile method to skin care products. **Journal of Texture Studies**. v.6, p.33-42, 1975.
16. AUST, L. B.; ODDO, L. P.; WILD, J. E.; MILLS, O. H.; DEUPREE, J. S. The descriptive analysis of skin care products by a trained panel of judges. **Journal Society Cosmetology Chemistry**. v.38, p.443-449, 1987.
17. PARENTE, M. E.; GAMBARO, A.; SOLANA, G. Study of sensory properties of emollients used in cosmetics and their correlation with physicochemical properties. **Journal of Cosmetic Sciences**, v.56, p.175-182, 2005.

18. OZKAN, S.; GILLECE, T. W.; SENAK, L.; MOORE, D. J. Characterization of yield stress and slip behavior of skin/hair care gels using steady flow and LAOS measurements and their correlation with sensorial attributes. **International Journal of Cosmetic Science**, v.34, p. 193-201, 2012.

ANEXOS

Anexo 1: Cópia do Parecer Consubstanciado do CEP - Páginas 1, 9, 10 de 10

	UNICAMP - FACULDADE DE CIÊNCIAS MÉDICAS DA UNIVERSIDADE DE CAMPINAS	
PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP		

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Análise Sensorial de Formulações Cosméticas e Dermatológicas

Pesquisador: Gislaine Ricci Leonardi

Área Temática:

Versão: 4

CAAE: 61532916.2.0000.5404

Instituição Proponente: Faculdade de Ciências Médicas - UNICAMP

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 1.908.336

Página 9 de 10

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMACOES_BASICAS_DO_PROJETO_809138.pdf	31/01/2017 00:00:21		Aceito
Outros	Carta_resposta_parecer_1898532_jan17.pdf	30/01/2017 23:35:36	EDNA FERNANDES	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TCLE_Projeto_EF_v9.pdf	30/01/2017 23:19:18	EDNA FERNANDES	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projeto_Pesquisa_Mestrado_EF_v7.pdf	12/01/2017 17:22:27	EDNA FERNANDES	Aceito
Folha de Rosto	Folha_de_rosto_CEP_EF.pdf	12/01/2017 17:21:11	EDNA FERNANDES	Aceito



Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

Página 10 de 10

	UNICAMP - FACULDADE DE CIÊNCIAS MÉDICAS DA UNIVERSIDADE DE CAMPINAS	
---	--	--

Continuação do Parecer: 1.908.336

CAMPINAS, 06 de Fevereiro de 2017

Assinado por:
Renata Maria dos Santos Celeghini
(Coordenador)

Endereço: Rua Tessália Vieira de Camargo, 126
Bairro: Barão Geraldo CEP: 13.083-887
UF: SP Município: CAMPINAS
Telefone: (19)3521-8936 Fax: (19)3521-7187 E-mail: cep@fcm.unicamp.br

Anexo 2:**TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO****Desenvolvimento de Paineis Técnico Treinado para a Avaliação Sensorial****Responsável: Dra Gislaïne Ricci Leonardi****Equipe: Farmacêutica Edna Fernandes****Número do CAAE: (61532916.2.0000.5404)**

Você está sendo convidado a participar como voluntário de um estudo. Este documento, chamado Termo de Consentimento Livre e Esclarecido, visa assegurar seus direitos como participante e é elaborado em duas vias, uma que deverá ficar com você e outra com o pesquisador.

Por favor, leia com atenção e calma, aproveitando para esclarecer suas dúvidas. Se houverem perguntas antes ou mesmo depois de assiná-lo, você poderá esclarecê-las com o pesquisador. Se preferir, pode levar este termo para casa e consultar seus familiares ou outras pessoas antes de decidir participar. Não haverá nenhum tipo de penalização ou prejuízo se você não aceitar participar ou retirar sua autorização em qualquer momento.

Justificativa e objetivos:

Um cosmético precisa ser agradável e adequado ao seu uso. Durante o desenvolvimento de um cosmético ou de um produto dermatológico é muito importante que as sensações que temos ao usá-lo sejam avaliadas e comparadas com o que se deseja para o produto. Todos nós somos capazes de comparar, diferenciar e quantificar atributos sensoriais, empregando métodos e treinamentos específicos – pois isso é uma habilidade natural humana. Um exemplo é: um hidratante para pele oleosa. Geralmente as pessoas com pele mais oleosa esperam ou desejam que os produtos a serem aplicados na pele controlem a oleosidade, ou seja, tenham sensorial mais seco, transmitindo, assim, a sensação de frescor e de limpeza. Portanto as sensações que estamos falando são: fresco, seco, oleoso, sedoso, macio, pegajoso, áspero, hidratante, quente, frio, etc.

Rubrica do pesquisador: _____

Rubrica do participante: _____

Por ser um usuário de cosméticos, você está sendo convidado (a) a participar de um painel de Avaliação Sensorial Técnico Treinado.

Procedimentos:

Participando do estudo você está sendo convidado a: responder a um questionário que vai avaliar sua condição de saúde atual e sua capacidade em encontrar diferenças e descrevê-las. Depois você passará por uma entrevista de avaliação e se você for selecionado, passará por um treinamento onde produtos serão apresentados a você. Você aplicará estes produtos/materiais na sua pele do antebraço e nos relatará o que sentiu através de algumas perguntas. Neste momento algumas fotos podem ser tiradas para registro. O treinamento é a parte mais demorada deste estudo.

Depois deste treinamento, você será convocado para participar de alguns testes sensoriais. Estes testes são rápidos e podem ser agendados de acordo com sua disponibilidade.

A cada dois meses você será chamado novamente para realizar testes de reciclagem que também são testes rápidos.

Como serão feitas as fotos:

- Fotos podem ser tiradas todas as vezes que você vier participar;
- Você entrará numa sala se sentará em uma cadeira;
- Colocará seus antebraços sobre uma superfície e você aplicará os materiais.
- A farmacêutica responsável tirará fotos dos seus antebraços e ou da aplicação
- As fotos ficarão armazenadas no computador do hospital e servirão para acompanhamento do tratamento – você será identificado apenas por siglas.

Que produtos você vai aplicar nos braços:

- Os produtos a serem aplicados podem ser produtos comerciais, ou seja, cosméticos comprados em lojas de cosméticos ou farmácias. Ou eventualmente podem ser matérias-primas usadas na elaboração de cosméticos, desde que não sejam agressivos à pele no contato direto na quantidade aplicada.

Rubrica do pesquisador: _____ Rubrica do participante: _____

- Você vai relatar a experiência vivida na aplicação através de perguntas simples que podem pedir avaliação da qualidade de um atributo: sua pele ficou macia ou áspera durante a aplicação deste produto? Ou podem ser perguntas de avaliação qualitativa de um atributo: Quão macia ficou sua pele após a aplicação do produto? Exemplo de respostas: Nada macia, pouco macia, macia ou muito macia.

Desconfortos e riscos:

- Durante o treinamento ou avaliações, você poderá ficar com a pele dos antebraços levemente ressecada, leve avermelhada, com pequena descamação e sensação leve de ardor e ou coceira, que passam imediatamente após a lavagem dos antebraços com sabonete comum.
- Sua participação neste estudo poderá ser interrompida se você apresentar condições de saúde que representem riscos para você na opinião da equipe;
- Você não deve participar deste estudo se tiver histórico de alergias por contato de produtos comumente usados na pele, se estiver grávida ou amamentando.
- O tempo total deste treinamento e, portanto do estudo é de três meses. Se você achar muito longo, não precisa participar. Pois uma vez que você passar pelo processo e for considerado um painelistas, você poderá ser chamado para futuras avaliações.

Benefícios:

- Participando deste estudo você vai ter acesso ao mais novo produto cosmético ou dermatológico em desenvolvimento;
- Sua participação no estudo poderá ajudar o desenvolvimento de produtos cosméticos e dermatológicos no futuro, através do fornecimento de informações importantes sobre o perfil sensorial de cada produto avaliado;
- O voluntário receberá formação técnica profissional especializada em área importante e crescente no mercado cosmético, que pode ser útil à sua vida profissional.

Rubrica do pesquisador: _____ Rubrica do participante: _____

Acompanhamento e assistência:

Este estudo não apresenta grandes riscos, pois todas as providências e cautelas são tomadas para minimizar desconfortos ou riscos. Porém, se durante o estudo você tiver algum problema clínico, manifestar um efeito colateral ou tiver perguntas médicas a fazer, procure o **Ambulatório de Dermatologia** do Hospital das Clínicas da UNICAMP telefone: **(19) 3521-7776**.

Sigilo e privacidade:

Sua participação é totalmente voluntária, o seja, você não é obrigado(a). Você pode interromper sua participação em qualquer momento do estudo e você não será punido ou perderá algum direito dentro da Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP.

Depois de lidas as explicações você pode fazer qualquer pergunta necessária para entender o estudo.

O fato de você após os primeiros testes e entrevista não for selecionado não representa nenhum demérito ou rejeição. Apenas que já chegamos ao número máximo de voluntários que podemos levar para o treinamento.

Seus dados e as fotos dos seus antebraços, durante sua participação no estudo e depois dele, serão mantidos em sigilo e nenhuma informação será dada a outras pessoas que não façam parte da equipe de trabalho. Os seus resultados no estudo ficarão armazenados pela equipe por dois anos até a divulgação do estudo, seu nome não será citado.

Ressarcimento e indenização:

Você não receberá dinheiro por participar deste estudo. Todo o estudo será feito durante seu horário regular na Universidade e seguirão o agendamento normal previsto para você e o tempo que ficará na UNICAMP será o mesmo que ficaria normalmente.

Rubrica do pesquisador: _____ Rubrica do participante: _____

Contato:

Em caso de dúvidas sobre o estudo, você poderá entrar em contato com os pesquisadores:

Dra Gislaine Ricci Leonardi, Professora de Cosmetologia da Faculdade de Ciências Farmacêuticas da UNICAMP - Rua Sérgio Buarque de Holanda, 250, CEP: 13083-859 Campinas, SP, telefone: +55 19 3521 7715 email: gislaine.leonardi@fcf.unicamp.br

Farmacêutica Edna Fernandes, Rua Luverci Pereira de Souza, 972 CEP: 13083-730 Campinas, SP, telefone: +55 19 3289 3408 email: ednafernandes14@gmail.com

Em caso de denúncias ou reclamações sobre sua participação e sobre questões éticas do estudo, você poderá entrar em contato com a secretaria do Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) da UNICAMP das 08:30hs às 11:30hs e das 13:00hs as 17:00hs na Rua: Tessália Vieira de Camargo, 126; CEP 13083-887 Campinas – SP; telefone (19) 3521-8936 ou (19) 3521-7187; e-mail: cep@fcm.unicamp.br.

O Comitê de Ética em Pesquisa (CEP).

O papel do CEP é avaliar e acompanhar os aspectos éticos de todas as pesquisas envolvendo seres humanos. A Comissão Nacional de Ética em Pesquisa (CONEP), tem por objetivo desenvolver a regulamentação sobre proteção dos seres humanos envolvidos nas pesquisas. Desempenha um papel coordenador da rede de Comitês de Ética em Pesquisa (CEPs) das instituições, além de assumir a função de órgão consultor na área de ética em pesquisas

Rubrica do pesquisador: _____ Rubrica do participante: _____

Consentimento livre e esclarecido:

Após ter recebido os esclarecimentos sobre a natureza da pesquisa, seus objetivos, métodos, benefícios previstos, potenciais riscos e o incômodo que esta possa acarretar, aceito participar e declaro estar recebendo uma via original deste documento assinada pelo pesquisador e por mim, tendo todas as folhas por nós rubricadas:

Nome do(a) participante:

Contato telefônico:

Email (opcional):

_____ Data: ____/____/____.

(Assinatura do participante)

Responsabilidade do Pesquisador:

Asseguro ter cumprido as exigências da resolução 466/2012 CNS/MS e complementares na elaboração do protocolo e na obtenção deste Termo de Consentimento Livre e Esclarecido. Asseguro, também, ter explicado e fornecido uma via deste documento ao participante. Informo que o estudo foi aprovado pelo CEP perante o qual o projeto foi apresentado e pela CONEP, quando pertinente. Comprometo-me a utilizar o material e os dados obtidos nesta pesquisa exclusivamente para as finalidades previstas neste documento ou conforme o consentimento dado pelo participante.

(Nome do pesquisador)

_____ Data: ____/____/____.

(Assinatura do pesquisador)

TERMO DE CONSENTIMENTO E AUTORIZAÇÃO PARA FOTOGRAFIA

Eu _____ (nome completo),
declaro que estou ciente e que autorizo a tomada de fotografias de meu treinamento,
de meus testes de avaliação, seja individual ou em grupo – fotos essas feitas pela
equipe de estudos da Faculdade de Ciência Farmacêutica – **Dra Gislaine Ricci
Leonardi** e ou Farm. Edna Fernandes.

Entendo que o material fotográfico poderá ser utilizado como parte de
arquivamento de pesquisa e/ou ensinamentos de acordo com o julgamento da equipe
envolvida no estudo. Neste sentido a equipe deste projeto tem o consentimento para
utilizá-las ou permitir seu uso para esse ou qualquer outro propósito científico que
julgue apropriado, incluindo qualquer ou todos os seguintes:

1. Publicação em artigos científicos ou livro texto;
2. Como parte de exibição científica em pôsteres ou apresentações orais em
congressos da área médica e farmacêutica;
3. Para ilustrar palestras dadas a alunos de medicina e/ou farmácia.

Entendo que não serei identificado por nome durante as apresentações e outras
publicações e em nenhum momento nas minhas fotografias.

Declaro ter total capacidade de assinar este termo de consentimento e
autorização. Declaro também que li este documento e que compreendi seu conteúdo.

Nome do(a) participante:

_____Data: ____/____/____.

(Assinatura do participante)