

# VALIDAÇÃO E COMPARATIVO DE METODOLOGIA DE ANÁLISE DE TEOR DE HIDRÓXIDO DE AMÔNIO EM COLORAÇÃO PERMANENTE

BARROS, Glaucia Moreira; OLIVEIRA, Fernando Mota

[glabarro@bol.com.br](mailto:glabarro@bol.com.br)

Centro de Pós-Graduação Oswaldo Cruz

**Resumo:** *Este trabalho propõe apresentar um método de análise de teor de hidróxido de amônio que é uma matéria-prima usada na fórmula de coloração permanente, tem ação importante na performance do produto e resultado da cor, sendo um produto que tem crescimento vertiginoso no mercado de cosméticos. Desta forma, o produto deve apresentar parâmetros de análises de controle para atender a legislação normativa da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) nos requisitos de segurança e qualidade, em relação a presença da amônia. O método de análise é através de titulação direta e potenciométrica, e pode avaliar o custo benefício de ambos. No estudo será apresentado método de validação através da reprodutibilidade e repetitividade. A divulgação de estudos práticos com resultados satisfatórios permite dar respaldo e confiabilidade ao método proposto e a indústria de cosméticos aos requisitos legais vigentes.*

**Palavras-chave:** *Coloração Permanente. Hidróxido de Amônio. Validação. Método Analítico.*

**Abstract:** *The aim of this paper is to present a method for analyzing ammonium hydroxide content, which is a raw material used in permanent hair-dye formula. It has important action on product performance and color result, being a product that has vertiginous growth in cosmetics market. Thus, it must present control analysis parameters to comply with regulatory legislation of the National Health Surveillance Agency (ANVISA), regarding to safety and quality requirements, in relation to ammonia presence. This analysis method is through direct and potentiometric titration and it can assess cost benefit of both. In the study, validation method will be presented through reproducibility and repeatability. Practical study disclosure, with satisfactory results, allows giving support and reliability to the proposed method and cosmetics industry to legal requirements in force.*

**Keywords:** *Permanent Hair Dye. Ammonium Hydroxide. Validation. Analytical Method.*

## 1 INTRODUÇÃO

Este estudo tem o propósito de determinar o Teor de Hidróxido de Amônio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) em Coloração Permanente ou conhecida por Coloração por Oxidação, que possui o hidróxido de

amônio como componente e ativo na fórmula com função de ajudar na reação de abertura da cutícula do fio do cabelo, na penetração do corante e fixação da cor.

O teor de hidróxido de amônio deve ser determinado na coloração permanente pelo papel importante na reação do resultado de obtenção da cor, e as concentrações são variadas de acordo com a nuance (cor do cabelo) que deseja obter. Além de garantir as restrições da Resolução - RDC nº 03 de 20 de janeiro de 2012 da ANVISA sobre a “Listas de substâncias que os produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes não devem conter exceto nas condições e com as restrições estabelecidas”, que limita a presença de 6% de Amônia (NH<sub>3</sub>) em cosméticos, e através deste estudo garante a restrição de uso e concentração da fórmula.

O método de obtenção do teor de hidróxido de amônio será apresentado neste projeto. No entanto pode ser obtido de forma de medição diferente, através de análises físico-químicas usando a titulação direta e por titulação potenciométrica, ambas titulação ácido-base, serão comparadas para identificar os possíveis desvios padrões, validando através da reprodutibilidade e repetitividade, e discussão de custo benefício de ambos. O método apresentado não encontra-se em compêndios, e por isso será necessária a validação.

Ponto importante é a divulgação deste estudo para as Indústrias de Fabricação de Coloração Permanente, grupos de Pesquisa & Desenvolvimento, Químicos da área de Cosméticos, possibilitando a estes o respaldo técnico necessário para aplicação do método de obtenção do teor de Hidróxido de Amônia em Coloração Permanente.

## **2 PONTOS DE ESTUDO: COLORAÇÃO PERMANENTE, VALIDAÇÃO E MÉTODO ANALÍTICO**

O contexto deve conter o conhecimento necessário do produto a ser explorado no estudo, sua base de aplicação, uso e introdução no mercado de cosméticos. Assim como o descritivo da validação, e como pode ser aplicada dentro de um mercado no qual a exigência sobre o assunto é ressoante a partir da RDC nº48 de 25 de outubro de 2013 da ANVISA incluiu como requisito a validação analítica como exigência as Boas Práticas de Fabricação na Indústria de Cosméticos. E por conseguinte, garantir a confiabilidade do método analítico a ser aplicado.

### **2.1 Coloração Capilar Permanente**

Uma forte tendência mundial em produtos para cuidados dos cabelos é a utilização cada vez mais frequente de produtos colorantes, que tem direcionado ao avanço da tecnologia cosmética aplicada a diferentes sistemas de tinturas para os cabelos (PINHEIRO, 2018).

O uso de coloração capilar vem crescendo, e muito, no País. De acordo com uma pesquisa realizada pela Nielsen em 2016, a categoria hoje alcança 51,4% dos lares brasileiros. (ESTADÃO, 2017).

As colorações são encontradas no mercado tais como: colorações permanentes, semipermanentes ou sistemas temporários. O estudo deste trabalho refere-se as Colorações Permanentes ou conhecidas por Coloração por oxidação.

Um marco importante no setor veio em 1907, quando Eugene Schueller criou e comercializou a primeira coloração permanente oxidante, capaz de clarear a cor natural dos fios, além de escurecer os brancos. A partir daí, a indústria de cosméticos acelerou as pesquisas e desenvolveu produtos cada vez mais eficientes e práticos. Em 1931, lançou o primeiro xampu

tonalizante e, em 1953, o creme tonalizante permanente, que agia ainda mais rápido (ESTADÃO, 2017).

Coloração Permanente ou por oxidação: é sobreposição de duas cores, a cor do cabelo que será a base mais os pigmentos da tinta. Cobre cabelos brancos e muda a cor dos cabelos. O processo ocorre com reações de Precusores – Pigmentos, que acontece no interior da fibra capilar. A amônia garante o pH alcalino e abertura das cutículas facilitando a absorção dos corantes e do peróxido de hidrogênio (mais agressivo) (FLACÃO&SCHEID, 2018).

Ajustando as proporções de oxidante ( $H_2O_2$ ), precusores e acopladores, pode-se obter tonalidades mais claras ou escuras (DAREZZO, 2018).

O mundo tem sido caracterizado pelo envolvimento das cores, que são as expressões fashion, tendências da moda, prazer relacionado ao bem estar, manter-se atualizado, com tons vivos. Os consumidores sentem uma necessidade especial em manter seus valores, ou seja, fixação das cores por mais tempo, manter a aparência do novo em função das frequentes lavagens e tratamentos (PINHEIRO, 2018).

As colorações permanentes colorem cabelos grisalhos, alteram a cor, podem clarear ou escurecer a cor natural dos cabelos conseguindo clarear os fios em até quatro tons. É ideal para quem quer mudanças radicais, sendo possível fazer a realização apenas na região de crescimento natural. Pelo processo ser alcalino 9 a 9,5 (pH) este tipo de coloração é mais agressivo aos fios de cabelo, porém é o que tem maior durabilidade aproximadamente 25 lavagens (BAILER, *et al.* 2019).

Sabendo a importância do Hidróxido de Amônia na formulação da Coloração Permanente, deve-se garantir através de análise físico-química sua concentração na fórmula, assim como as restrições que limita o uso da amônia ( $NH_3$ ) na concentração de 6% no produto acabado, conforme RDC nº3 de 02/01/2012 regulamentada pela ANVISA.

Desta forma, o estudo de validação para obtenção do teor de hidróxido de amônia na coloração permanente faz-se necessário visto que não existe em compêndios.

## **2.2 Validação de Método**

A validação deve garantir, por meio de estudos experimentais, que o método atenda às exigências das aplicações analíticas, assegurando a confiabilidade dos resultados (ANVISA, 2003). A validação de método analítico é o ato documentado pelo qual é determinado, através de estudos de laboratório, os parâmetros de desempenho analítico do método que devem atender as exigências desejadas garantindo sua eficiência, deve garantir que o método atenda às exigências das aplicações analíticas as segurando a confiabilidade dos resultados. Os parâmetros de desempenho analítico que deverão ser determinados (SIMÕES, 2018).

Ter validado um resultado significa que o procedimento, que inclui desde as condições de operação do equipamento até toda a sequência analítica, seja aceito como correto. Para isso, estabelecem-se níveis de exigência que podem definir a aprovação do produto ou espécie em estudo (SILVIA&ALVES, 2006).

Validação é um processo dinâmico e constante que começa nas fases de seleção, desenvolvimento e otimização do método e na qualificação dos instrumentos, materiais e pessoal e continua da fase de experimentos e transferência do método. Um processo de validação bem definido e documentado fornece evidência objetiva de que o sistema e o método são adequados ao uso pretendido (BARROS, 2002).

Milhões de medições analíticas são efetuadas a cada dia em milhares de laboratórios ao redor do mundo. Uma forte infraestrutura internacional de medições está sendo implementada e, verifica-se a necessidade progressiva de dados analíticos comparáveis e consistentes, para a eliminação de barreiras técnicas entre os países. Para atingir este processo de reconhecimento mútuo a nível internacional, em que uma vez efetuada a medição esta é aceita em qualquer país, requisitos legais, de certificação e de credenciamento devem ser observados. As normas internacionais, nacionais e sistemas da qualidade destacam a importância da validação de métodos analíticos e a documentação do trabalho de validação, para a obtenção de resultados confiáveis e adequados ao uso pretendido (BARROS, 2002).

EURACHEM (2014) estabelece a extensão do trabalho de validação para quatro tipos de aplicações analíticas. No entanto para o escopo deste trabalho, que é referente a quantificação de componentes EURACHEM (2014) recomenda: Seletividade, Linearidade, Veracidades (bias) e a Precisão (repetitividade e precisão intermediária).

A Precisão, normalmente determinada para circunstâncias específicas de medição e as três maneiras mais comuns de expressá-la são por meio da repetitividade, precisão intermediária e da reprodutibilidade, sendo usualmente expressa pelo desvio padrão e coeficiente de variação (INMETRO, 2016).

Segundo Oliveira (2019), a Repetitividade (Repeatability): também chamada de “Precisão de Analista” indica a precisão do método. É feito com a análise de uma mesma amostra (geralmente 5 a 10 vezes) por um mesmo analista, em um mesmo instrumento, em um período de tempo relativamente curto.

A repetitividade pode ser expressa quantitativamente em termos da característica da dispersão dos resultados e pode ser determinada por meio da análise de padrões, material de referência ou adição do analito ao branco da amostra, em várias concentrações na faixa de trabalho (INMETRO 2016).

A reprodutibilidade é a maior diferença, no nível de confiança de 95%, que pode ocorrer em resultados obtidos em condições de reprodutibilidade, ou seja, analistas diferentes, instrumentos diferentes ou até laboratórios diferentes. A reprodutibilidade é uma combinação do desvio padrão dos participantes com o desvio padrão entre os participantes. O ideal é que vários laboratórios, com supervisões diferentes, analisem a mesma amostra 5 a 7 vezes em “Interlaboratoriais”. Desta forma pode-se obter a Reprodutibilidade e além disto avaliar cada participante quando a precisão e quanto a exatidão. A Reprodutibilidade pode ser feita também internamente, em “Intralaboratoriais” (cada analista analisando a mesma amostra 5 a 7 vezes) onde além de um valor de Reprodutibilidade (chamada intermediária), avalia cada analista quanto a precisão e exatidão. Estes dados podem ter valor como “Qualificação” dos Analistas (requerido pela ISO 17.025) e cada novo analista pode fazer a análise da mesma amostra sendo assim qualificado para análises rotineiras (OLIVEIRA, 2019).

Embora a reprodutibilidade não seja um componente de validação de método executado por um único laboratório, é considerada importante quando um laboratório busca a verificação do desempenho dos seus métodos em relação aos dados de validação obtidos por meio de comparação interlaboratorial (INMETRO, 2016).

### **2.3 Determinação do Hidróxido de Amônio e os Métodos de Análises**

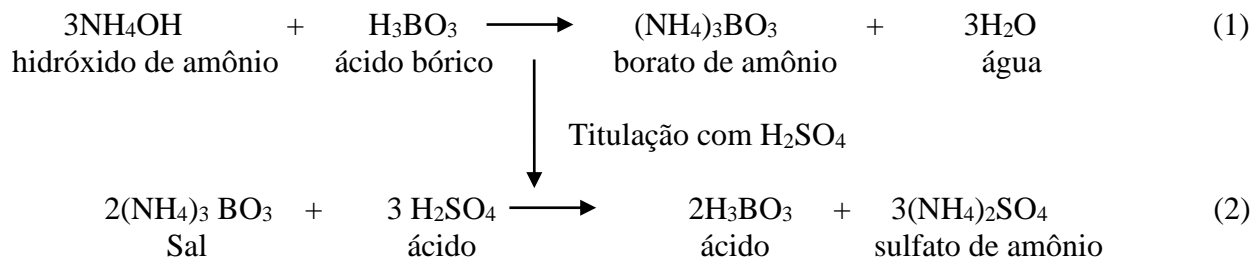
Parte-se do princípio que a análise de teor de hidróxido de amônio é obtida por titulação direta e/ou por titulação potenciométrica.

Em uma titulação, pequenos volumes de solução de um reagente – o titulante – são adicionados ao analito até que a reação termine. A partir da quantidade de titulante consumida, calculamos a quantidade de analito que deve estar presente. O titulante normalmente é transferido a partir de uma bureta (HARRIS, 2017).

Os requisitos principais para uma reação de titulação são que ela tenha uma grande constante de equilíbrio e que se desenvolva rapidamente. Em outras palavras, cada adição de titulante deve ser completa e rapidamente consumida pelo analito até que este se esgote. As titulações mais comuns são baseadas em reações ácido-base, oxidação-redução, formação de complexo e precipitação (HARRIS, 2017).

O método utilizado nesse trabalho será titulação em reação ácido-base, baseado nas reações 1 e 2 conforme Figura 1, onde o hidróxido de amônio é dissolvido em meio ao ácido bórico e titulado com o ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

**Figura 1** Reação para obtenção do teor de hidróxido de amônio.



Fonte: Autoria própria, 2019.

O objetivo da titulação de uma solução básica com uma solução padronizada de um ácido é a determinação da quantidade exata de ácido que é quimicamente equivalente a quantidade de base presente. Um grande número de substâncias, chamadas indicadores de neutralização ou indicadores ácido/base mudam de cor de acordo com a concentração de íons hidrogênio na solução (VOGEL et.al. 2008).

O ponto de equivalência é alcançado quando a quantidade de titulante adicionado é a quantidade exata necessária para uma reação estequiométrica com o analito (o titulado). O ponto de equivalência é o resultado ideal (teórico) que procuramos em uma titulação. O que realmente medimos é o ponto final, que é indicado pela mudança súbita em uma propriedade física da solução (HARRIS, 2017).

Titulação potenciométrica é um método volumétrico em que o potencial entre dois eléctrodos é medido (eléctrodo de referência e indicador) como função do volume do reagente adicionado. A titulação potenciométrica é um meio útil de caracterização de um ácido. O pH de uma solução é medido em função da quantidade de titulante adicionado. A mudança de pH é pequena até ao ponto final onde existe um ponto de mudança. A força de um ácido ou base determina o ponto de mudança. O ponto final é encontrado pelo gráfico de pontos e determinação da localização súbita do pH. A titulação potenciométrica acontece quando um eletrólito é medido usando um analito. Esta medida é conseguida usando dois eléctrodos, um eléctrodo indicador e um de referência. Os dois eléctrodos juntos formam meia célula que segura o potencial elétrico. O cálculo final ou conclusão é a gota que ocorre quando o teste está completo entre os eléctrodos indicador e de referência (MTBRANDAO, 2013)

### 3 METODOLOGIA

Neste trabalho foi escolhida uma coloração permanente do mercado com cinco nuances e/ou tons distintos para análise, que apresentam concentrações de  $\text{NH}_4\text{OH}$  diferentes nas fórmulas para validação do método, são Coloração Permanente 4.0 castanho médio, 6.7 chocolate, 7.3 louro dourado, 7.66 vermelho intenso e 12.111 louro super platinado.

A marca da coloração não será citada no estudo. No item 3.1 esta a descrição do método de obtenção do teor de amônia e 3.2 o método de validação.

#### 3.1 Método de análise de obtenção do teor de hidróxido de amônio

##### *Materiais / Equipamentos*

Balança analítica

Becker 250 ml

Bureta graduada 25 ml ou / Titulador Potenciométrico

Agitador Mecânico

Erlenmeyer 250 ml

Espátula

##### *Reagentes*

– Ácido bórico 4%

– Indicador Verde de Bromocresol

– Ácido sulfúrico 1N

– Água destilada.

##### *Preparo da Amostra*

Pesar 2,0 g da amostra da coloração permanente num becker de 250 mL contendo 50 mL de ácido bórico 4%. Homogeneizar por 10 minutos utilizando o agitador mecânico na faixa de velocidade de 615 rpm à 620 rpm. Adicionar 100 mL de água deionizada e adicionar 1mL da solução indicadora de verde bromocresol.

Manter o pH entre 3,68 a 3,84.

##### *Cálculo:*

$$\text{Teor de Hidróxido de Amônio \%} = \frac{(V_{am}-V_b)}{P_{am}} \times 1,7 \times \frac{100}{C} \quad (3)$$

Onde:

Observação: Fazer um teste em branco com a amostra da coloração antes de colocar o hidróxido de amônio.

T = o título real de  $\text{H}_2\text{SO}_4 = 1\text{N}$

$V_{am}$  = Volume de ácido sulfúrico 1N gasto na titulação da amostra.

$V_b$  = Volume de ácido sulfúrico 1N gasto na titulação do branco x  $\frac{\text{Peso da amostra}}{\text{Peso do branco}}$

$P_{am}$  = Peso da amostra em gramas.

17,031 g/mol = equivalente-grama/mol Amônia

C = concentração da  $\text{NH}_3$  na matéria-prima  $\text{NH}_4\text{OH}$

100 = conversão do resultado para porcentagem

### ***Titulação Manual***

Utilizar a bureta graduada de 25ml e titular manualmente com ácido sulfúrico 1N até ocorrer a viragem do indicador de azul para amarelo.

### ***Titulação Potenciométrica***

Colocar a amostra no potenciômetro do Titulador automático Modelo Titrino Plus 848 (figura 2) e realizar a titulação com ácido sulfúrico 1N, quando atinge o ponto de equivalência, o equipamento realiza o cálculo e emite o resultado obtido.

***Figura 2*** Titulador automático Titrino Plus 848



Fonte: METROHM, 2019.

## **3.2 Validação de Metodologia de Análise**

Esta validação usa como referência o manual do software Labwin-MV da LABWIN (OLIVEIRA, 2019), para tratamento dos dados estatísticos, que respalda a validação do método proposto de obtenção do Teor de Hidróxido de Amônia, baseado.

### ***Método de Repetitividade***

A condição de Repetitividade foi seguindo utilizando um mesmo analista e o mesmo instrumental em um período relativamente curto (geralmente amostras feitas em série).

### ***Recomendação de execução para produtos puros ou componentes maiores***

Ao menos 5 replicatas (recomendado 7) em 01 faixa de concentração típica.

Neste trabalho aplicamos 6 replicatas, com faixas de concentrações estabelecidas a um padrão de referência. No entanto escolhemos, cinco faixas de referência, como dito no início da apresentação da metodologia.

**Cálculos:**

**Média (M)**

Média aritmética em cada faixa de concentração

**Desvio padrão (DP)**

Desvio padrão em cada faixa de concentração

**Método de Reprodutibilidade R (Reproducibility, precisão interlaboratorial ou intralaboratorial)**

Diferente da Repetitividade a Reprodutibilidade é a precisão do ensaio em condições mais variadas. Idealmente obtida em um programa interlaboratorial (executado pelo mesmo método em todos os laboratórios). No entanto havendo impossibilidade disto pode ser obtida através de um intralaboratorial, onde analistas diversos farão os testes em dias diferentes e talvez até com instrumentos diferentes, sendo este aplicado neste trabalho.

A reprodutibilidade é a maior diferença, no nível de confiança de 95%, que pode ocorrer em resultados obtidos em condições de reprodutibilidade.

$$\text{Desvio Padrão de R} = \text{Raiz} (\text{DP entre participantes}^2 + \text{DP dos participantes}^2) \quad (4)$$

**4 RESULTADOS OBTIDOS**

Na Tabela 1 discrimina os parâmetros de referência dos percentuais de uso do NH<sub>4</sub>OH na fórmula, na mesma consta os resultados obtidos das análises de titulação manual e potenciométrica, média geral obtidas. Em paralelo apresento o cálculo de Amônia (NH<sub>3</sub>) livre (%) que tem restrição conforme resolução da ANVISA citada neste artigo, e mostra que os resultados estão coerentes com os parâmetros da fórmula e limite de uso 6% de NH<sub>3</sub>.

**Tabela 1** Resultados da Titulação Manual Coloração Permanente 4.0

Coloração Creme	4.0	6.7	7.3	7.66	12.111
Parâmetro do produto NH <sub>4</sub> OH (%)	7,70	5,60	8,82	8,40	14,50
MG Teor NH <sub>4</sub> OH Manual (%)	7,79	5,83	9,03	8,34	14,60
MG Teor NH <sub>4</sub> OH Potenciométrica	7,62	5,75	9,07	8,11	14,53
Amônia livre (%)	1,54	1,10	1,76	1,68	2,90

\*MG – Média Geral da titulação

Fonte: Autoria própria, 2019.

A Tabela 2 e 3 apresenta o resultado da titulação manual e potenciométrica respectivamente, avaliando os resultados consideramos a leitura do Desvio Padrão (DP) da Repetitividade dentre



as amostras (variação do analista) e Desvio Padrão (DP) de Reprodutibilidade, o melhor resultado consta para o DP repetitividade a titulação Manual e para DP reprodutibilidade a titulação potenciométrica. Ambas as tabelas apresentam o cálculo completo de obtenção da validação para coloração permanente 4.0, assim como todos os cálculos foram replicados as demais colorações permanentes 6,7 chocolate, 7.3 louro dourado, 7.66 vermelho intenso e 12.111 louro super platinado, serão reportados os resultados finais na tabela 4.

**Tabela 2** Resultados da Titulação Manual na Coloração Permanente 4.0

Resultados Titulação Manual - Coloração 4.0							
Analista	1	2	3	Média	Desv. Padr.	Soma Erros Quadr.	Soma desv. das médias Quadr.
Amostra 1	8,20	7,63	8,20	8,01	0,33	0,22	0,05
Amostra 2	8,10	7,69	7,76	7,85	0,22	0,10	0,00
Amostra 3	7,57	7,48	7,82	7,62	0,18	0,06	0,03
Amostra 4	8,03	7,80	7,96	7,93	0,12	0,03	0,02
Amostra 5	7,57	7,79	7,83	7,73	0,14	0,04	0,00
Amostra 6	7,61	7,70	7,56	7,62	0,07	0,01	0,03
Média Geral						SSE	SST
n (Núm. de análises)	18 n Repet		3	7,79		0,45	0,13
m (Núm. de amostras)	6						
GL Geral (n - 1)	17						
GL do trat. (m - 1)	5						
GL Erro (n - m)	12						
MSE (Erro médio quadr.) MSE = SSE/(n - m)	0,0377						
ST Soma Tratamento	0,3919						
MST (Média Som. Trat.)	0,0784						
F	2,081						
						Variância do Analista	
DP Dentre						0,1941	DP da Repetitividade
DP Entre						0,6260	DP Entre Amostras
DP da Reprodutibilidade						0,6554	

Fonte: Autoria própria, 2019.

**Tabela 3** Resultados da Titulação Potenciométrica na Coloração Permanente 4.0

Titulação Potenciométrica - Coloração 4.0							
Analista	1	2	3	Média	Desv. Padr.	Soma Erros Quadr.	Soma desv. das médias Quadr.
Amostra 1	7,25	8,20	7,38	7,61	0,52	0,53	0,00
Amostra 2	7,29	8,16	7,39	7,61	0,48	0,45	0,00
Amostra 3	7,20	8,05	7,41	7,55	0,44	0,39	0,00
Amostra 4	7,30	7,96	7,70	7,65	0,33	0,22	0,00
Amostra 5	7,42	7,83	7,49	7,58	0,22	0,10	0,00
Amostra 6	7,47	7,93	7,68	7,69	0,23	0,11	0,01
Média Geral						SSE	SST
n (Núm. de análises)	18	n Repet	3	7,62		1,80	0,01
m (Núm. de amostras)	6						
GL Geral (n - 1)	17						
GL do trat. (m - 1)	5						
GL Erro (n - m)	12						
MSE (Erro médio quadr.) $MSE = SSE/(n - m)$	0,1499					Variância do Analista	
ST Soma Tratamento	0,0379				DP Dentre	0,3872	DP da Repetitividade
MST (Média Som. Trat.)	0,0076				DP Entre	0,1947	DP Entre Amostras
F	0,051				DP da Reprodutibilidade		0,4334

Fonte: Autoria própria, 2019.

Na Tabela 4 mostra os resultados gerais de todos os Desvios Padrões de Reprodutibilidade e Repetitividade de todas as nuances propostas no estudo 4.0, 6.7, 7.3, 7.66 e 12.111. Estão evidenciados os melhores resultados, e mostra que os resultados de Desvio Padrão da titulação potenciométrica são melhores comparado a titulação manual. No entanto, valida ambos os métodos para uso.

**Tabela 4** Resultados de DP da Repetitividade e DP da Reprodutibilidade para todas as nuances.

Nuances	4.0	6.7	7.3	7.66	12.111
DP da Repetitividade manual:	0,1941	0,2269	0,2589	0,2128	0,3014
DP da Repetitividade potenciométrico:	0,3872	0,2076	0,2801	0,1723	0,1303
DP da Reprodutibilidade manual:	0,6554	0,4121	0,6111	0,4404	0,4264
DP da Reprodutibilidade potenciométrico:	0,4334	0,5761	0,4400	0,3279	0,1800

Fonte: Autoria própria, 2019.

Avaliando Titulação Manual e Titulação Potenciométrica, ambos atendem ao proposto, no entanto tem que avaliar custo benefício, a titulação Manual torna-se um método mais barato por conta do equipamento utilizado, a bureta, ser mais barata, em contra partida toma mais tempo do analista. A titulação potenciométrica é automatizada, o analista deixa a titulação ocorrer e o próprio equipamento emite o resultado obtido pelo programa do equipamento, e emite-se o resultado impresso. É um equipamento mais caro, mas resulta que o analista pode desenvolver outras atividades enquanto deixa a análise ocorrer.

O tamanho da empresa e demanda da análise é que pode ser avaliado na tomada de decisão no momento do investimento e decisão que método usar.

O método analítico possui reagentes baratos e pode ser aplicado tal qual apresentado neste estudo. Caso a fórmula apresente outras variáveis, estas devem ser analisadas para não interferir no resultado do teor de hidróxido de amônia.

## 5 CONCLUSÃO

Concluiu-se que o método de análise de Teor de Hidróxido de Amônio apresentado neste trabalho está validado e pode ser aplicado nas indústrias de cosméticos que fabricam coloração permanente, e pode ser aplicado com baixo custo utilizando titulação manual, ou aplicar investimento que dará retorno quanto a ocupação dos analistas para ganhar produtividade no controle de qualidade na liberação do produto.

Os resultados mostram que a colaboração permanente do estudo atende a legislação da ANVISA quanto ao limite de amônia 6% no produto acabado.

O método de validação proposto pode ser adotado para validação de metodologia analítica, visto que é mandatário na resolução de Boas práticas de Fabricação, e torna-se uma referência para aplicação de validação de novos métodos.

## REFERÊNCIAS

ALMEIDA, I.C., PAZ, C.C., MOURA J. K. L., BRITO E.M., Silva, D.M.L.C., PINHEIRO E.E.A. **Determinação de amônia em desinfetante utilizando volumetria de neutralização**. VII CONGRESSO NORTE E NORDESTE PESQUISA E INOVAÇÃO. Palmas-TO, Outubro/2012.

ANVISA . RE nº 8 99, de 29 de maio de 2003. **Determina a publicação do Guia para validação de métodos analíticos e bioanalíticos**. Publicado no Diário Oficial da União (D.O.U.) em 02 de junho de 2003.

ANVISA. RESOLUÇÃO RDC nº 48, de 25 de outubro de 2013. **Aprova o Regulamento Técnico de Boas Práticas de Fabricação para Produtos de Higiene Pessoal, Cosméticos e Perfumes, e dá outras providências**. Publicado em diário oficial da união em 28 de outubro de 2013.

ANVISA. RESOLUÇÃO RDC Nº 03, de 20 de Janeiro de 2012. Aprova o Regulamento Técnico “**Listas de substâncias que os produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes não devem conter exceto nas condições e com as restrições estabelecidas**” e dá outras providências. Publicado no Diário Oficial da União de 20 de janeiro de 2012.

BARROS C.B. . **VALIDAÇÃO DE MÉTODOS ANALÍTICOS**. CPTI – Tecnologia & Desenvolvimento. Biológico, São Paulo, v.64, n.2, p.175-177, jul./dez., 2002.

BAILER, A.C., DOGNINI L., & MOSER D.K. **Coloração Sintética Capilar: uma abordagem sobre os conceitos, classificação e suas funções**.

<http://siaibib01.univali.br/pdf/Ana%20Claudia%20Bailer%20e%20Luana%20Dognini.pdf>.

Acesso em: 21/07/2019.

DAREZZO A. A Arte de Colorir os Cabelos. Outubro, 2018. Disponível em: <http://www.quimicadabeleza.com/a-arte-de-colorir-os-cabelos/>. Acesso em 09/12/2018.

EURACHEM: **The Fitness for Purpose of Analytical Methods; A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, second edition.** Europa, 2014.

ESTADÃO. Cresce o uso de coloração para os cabelos. Publicado em 27/07/2017. <https://abihpec.org.br/cresce-o-uso-de-coloracao-para-os-cabelos/>. Acesso 26/06/2019.

FLACÃO C.; SCHEID F. Tinturas capilares. História da Coloração. UFRGS. Faculdade de Farmácia. Disponível em: <https://www.passeidireto.com/arquivo/35525902/seminario-tinturas-capilares>. Acesso em 09/12/2018.

HARRIS, D. C.; Análise Química Quantitativa, 9ª ed., LTC: Rio de Janeiro, 2017, cap. 7.

INMETRO: **DOQ-CGCRE-008 – Orientação sobre validação de ensaios químicos, Revisão 05.** Rio de Janeiro, 2016.

METROHM. Disponível: <https://www.metrohm.com/pt-br/products-overview/titration/titrino%20plus/28483010>. Acesso: 26/07/19.

MTBRANDAO. Titulação Potenciométrica. Publicado 28/11/2013. <https://www.mtbrandao.com/editorial/artigos/titulacao-potenciometrica/>. Acesso em 26/07/2019.

OLIVEIRA, Fernando M.: **Manual do software Labwin-MV (Validação de Métodos) Guia do Usuário, Revisão 08.** Brasil: Labwin, 2019. Disponível em <http://www.Labwin.com.br/Docs/Manual-003.pdf>. Acesso em: 14 de julho de 2019.

PINHEIRO A. A Arte de colorir os cabelos. Disponível em: [http://www.belezain.com.br/detalhes\\_int.php?cod=326&titulo=A%20Arte%20de%20colorir%20os%20cabelos%20-%20Adriano%20Pinheiro](http://www.belezain.com.br/detalhes_int.php?cod=326&titulo=A%20Arte%20de%20colorir%20os%20cabelos%20-%20Adriano%20Pinheiro). Acesso em 09/12/2018.

SILVA A.P; ALVES M.C.C. Como Iniciar a Validação de Métodos Analíticos. ENQUALAB. Congresso e Feira da Qualidade em Metrologia. Rede Metrológica do Estado de São Paulo – REMESP. São Paulo, junho/ 2006.

SIMÕES, C.T.O. Validação de Métodos Analíticos. Controle Físico- químico. Disponível em: <https://www.passeidireto.com/arquivo/43945767/validacao-de-metodos-analiticos>. Acesso em 09/12/2018.

THOUGHTCO. **Example of an ANOVA Calculation.** Disponível em: <https://www.thoughtco.com/example-of-an-anova-calculation-3126404>. Acesso em: 14 de julho de 2019.

VOGEL, Arthur Israel.et. al. **Análise química quantitativa.** 6ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.