

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA - UNESP
FACULDADE DE CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS - Campus de Araraquara

CELSO MARTINS JUNIOR

**Desenvolvimento de uma nova geração de produtos
para alisamento capilar contendo diferentes
associações de ingredientes ativos**

**Araraquara
2024**

CELSO MARTINS JUNIOR

**Desenvolvimento de uma nova geração de produtos
para alisamento capilar contendo diferentes
associações de ingredientes ativos**

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Araraquara, para obtenção do título de Doutor em Ciências Farmacêuticas.

Área de Concentração: Pesquisa e Desenvolvimento de Fármacos e Medicamentos.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Chung Man Chin

Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Cibele R. Castro Lima

**Araraquara
2024**

M433d Martins, Junior Celso.
Desenvolvimento de uma nova geração de produtos para
alisamento capilar contendo diferentes associações de ingredientes
ativos / Celso Martins Junior. – Araraquara, 2024.
202 f. : il.

Orientador(a): Chung Man Chin.
Coorientador(a): Cibele R. Castro Lima.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista. "Júlio de
Mesquita Filho". Faculdade de Ciências Farmacêuticas. Programa de
Pós-graduação em Ciências Farmacêuticas. Área de Concentração:
Pesquisa e Desenvolvimento de Fármacos e Medicamentos

1. Alisamento capilar. 2. Cabelo. 3. Alisamento oxiredutor.
4. Descoloração capilar. 5. Avaliação de eficácia capilar. I. Man Chin,
Chung, orient. II. Lima, Cibele R. Castro, coorient. IV. Título.

Diretoria do Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação - Faculdade de Ciências Farmacêuticas
UNESP - Campus de Araraquara

CAPES: 33001014037P4
Esta ficha não pode ser modificada

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA TESE: Desenvolvimento de uma nova geração de produtos para alisamento capilar contendo diferentes associações de ingredientes ativos.

AUTOR: CELSO MARTINS JUNIOR

ORIENTADORA: CHUNG MAN CHIN

COORIENTADORA: CIBELE ROSANA RIBEIRO DE CASTRO LIMA

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Doutor em Ciências Farmacêuticas, área: Pesquisa e Desenvolvimento de Fármacos e Medicamentos pela Comissão Examinadora:

Profa. Dra. CHUNG MAN CHIN (Participação Presencial)
Departamento de Farmacos e Medicamentos / Faculdade de Ciencias Farmaceuticas do Campus de Araraquara da Unesp

Dra. YONA GARCIA SIMOM (Participação Virtual)
Secretaria de Estado da Saúde de Santa Catarina

Profa. Dra. TAIS MARIA BAUAB (Participação Presencial)
Departamento de Ciencias Biologicas / Faculdade de Ciencias Farmaceuticas do Campus de Araraquara da Unesp

Profa. Dra. ALBINA DE FATIMA SILVA RAMALHO (Participação Presencial)
Universidade Anhembi Morumbi

Profa. Dra. APARECIDA ERICA BIGHETTI (Participação Presencial)
Escola Nacional de Terapias Integrativas (ENATI)

Araraquara, 02 de agosto de 2024

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Ciências Farmacêuticas – UNESP, à minha orientadora Prof^a. Dr^a. Chung Man Chin e à minha coorientadora Dra. Cibele R. Castro Lima por possibilitarem a condução desta pesquisa e acreditarem em meu trabalho.

À Grandha[®] Professional Hair Care e à Melk[®] Cosméticos, por cederem os produtos e matérias-primas para estudo, e por apoiarem e incentivarem esta pesquisa.

À Dra. Fernanda de Sá Teixeira por me auxiliar na condução do ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura no Departamento de Física da Universidade de São Paulo.

Ao Grupo Ipclin, de meu grande amigo Cassiano Escudeiro, pela parceria e por ceder os equipamentos para a condução de ensaios clínicos de diâmetro do fio de cabelo, brilho por Samba Hair, resistência à tração e queda por quebra em ciclo térmico.

A toda a equipe do Departamento de Farmácia da Universidade de São Paulo – DEINFAR (“Laboratório de Desenvolvimento e Inovação Farmacotécnica”) pela assistência com a condução das análises térmicas.

À Professora Me. Priscila Vareschi, pela parceria na condução dos ensaios de microscopia de fluorescência.

À Dra. Viviane Pieri e sua equipe do Laboratório Atena, por toda a assistência na condução dos estudos de estabilidade dos produtos.

Aos amigos, Mestre Matheus Vieira e à Dra. Fernanda Daud Sarruf, por toda a ajuda e contribuição ao longo deste projeto de pesquisa.

Aos membros da Seção Técnica e Administrativa de Pós-graduação da Faculdade de Farmácia da UNESP por todo o apoio administrativo.

Ao apoio incondicional de minha esposa e amiga Simone Fernandes Martins e pela companhia de meu filho e amigo, Arthur Fernandes Martins.

Aos meus pais, Sr. Celso Martins e Sra. Maria de Jesus Pestana Martins, por todo o esforço do passado, pela educação e por toda a orientação de vida.

A todos que de alguma forma contribuíram para tornar essa pesquisa possível, cujos nomes, não estejam mencionados neste trabalho, mas que estão presentes em minha memória e coração.

Meu especial agradecimento a Deus, por me permitir chegar até aqui e realizar algo que para muitos parecia impossível de ser feito.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

RESUMO

Há mais de três décadas a indústria cosmética mundial aponta o Brasil como precursor de novas técnicas e produtos para redução de volume e alisamento capilar. As últimas indicações de produtos para este fim são descendentes do uso irregular do formaldeído, do glutaraldeído e, mais recentemente, do ácido glioxílico e suas derivações. Estes últimos foram proibidos pela Resolução RDC 409/2020 da ANVISA, em decorrência de sua toxicidade. A busca por novas formulações e ativos alisantes e redutores de volume dos cabelos tem motivado investimentos pela indústria, prevendo um novo ciclo mercadológico marcado pela difusão de recentes pesquisas e muito conhecimento nesta área. Além disso, a literatura disponível sobre esse tema ainda é bastante escassa. Assim, este trabalho visou comparar diferentes componentes ativos para o desenvolvimento de uma nova geração de modificadores de formas e texturas dos cabelos, além da avaliação de dano capilar e eficácia alisante. Para tanto, dez grupos de mechas submetidas a diferentes tratamentos foram comparados (incluindo um grupo virgem e um descolorido, e duas versões com diferentes concentrações de ativos e diferentes faixas de pH dos produtos alisantes) por ensaios com imagens, de resistência mecânica, térmica, morfologia cuticular, brilho capilar e diâmetro da fibra. Os resultados obtidos permitiram destacar o desempenho dos Grupos G03 (tioglicolato de amônio 13,3%) e G09 (associação do tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%), pelo maior potencial de alisamento destas preparações. Também se notou o bom desempenho dos Grupos G05 e G06 (tioglicolato de aminometil propanol, respectivamente a 12,5% e a 7,9%) quanto ao potencial de preservação da fibra capilar, acompanhado de mesmas concentrações poliméricas, comum a todos os Grupos, na emulsão carreadora, com faixa de pH mais baixa (entre 7,5 e 8,5) do que todas as demais versões propostas, quanto ao processo de modificação de formas e texturas dos cabelos. Isso permite destacar e priorizar o uso/aplicação destes ativos nas formulações idealmente para cabelos mais finos, menos resistentes, mais fragilizados e/ou já processados anteriormente por outros procedimentos. Por fim, os Grupos G07 e G08 (cisteamina de sódio a 5% e a 4% respectivamente) apresentaram particular capacidade de interferência no comportamento térmico dos cabelos, com eventos endotérmicos precoces, o que sugere maior conveniência do uso destas substâncias para modelagens e definição dos cabelos em processos de melhoria e correções da textura. Estes grupos também apresentaram bom ganho de diâmetro pós procedimento (apesar de sua faixa de pH entre 11,0 e 13,0), atribuível à influência da associação polimérica padrão aplicada na emulsão base e uma interferência mais externa (entre camadas de cutículas), conforme as imagens destacadas pela microscopia de fluorescência. A pesquisa possibilitou mostrar melhores formas de aplicação para cada substância nas concentrações e pH propostos, considerando mesma associação polimérica para todos os Grupos, capazes de controlar a cinética de liberação de cada ativo, assim como de promover a adesão de um revestimento polimérico para o ganho de diâmetro e o aumento da resistência à tração, com diminuição de quebra em máquina de ciclos térmicos.

Palavras-chave: Alisamento capilar; Cabelo; Alisamento oxiredutor; Descoloração capilar; Avaliação de eficácia capilar.

ABSTRACT

For more than three decades global cosmetic industry has pointed to Brazil as a precursor of new techniques and products for volume reduction and hair straightening. The latest product indications for this purpose descend from irregular use of formaldehyde, glutaraldehyde and, more recently, glyoxylic acid and its derivatives. The last ones were prohibited by ANVISA Resolution RDC 409/2020, due to their toxicity. The search for new straightening and hair volume reducing formulations and actives has motivated investments by the industry, predicting a new marketing cycle marked by the dissemination of recent research and vast knowledge in this area. Besides, the available literature about this theme is still very scarce. Therefore, this work aimed to compare different active components to develop a new generation of hair shape and texture modifiers, besides hair damage and straightening efficacy assessment. For this reason, ten groups of tresses submitted to different treatments were compared (including a virgin and a bleached group, and two versions with different concentrations of actives and different pH ranges of straightening products) by image assays, mechanical and thermal resistance, cuticle morphology, hair shine and fiber diameter. The obtained results allowed to highlight the performance of groups G03 (ammonium thioglycolate at 13.3%) and G09 (association of ammonium thioglycolate with sodium thioglycolate at 2%), due to their better straightening potential. The good performance of Groups G05 and G06 (amino methyl propanol thioglycolate, respectively at 12.5% and at 7.9%) was also noted in terms of the potential for preserving the hair fiber, accompanied by the same polymeric concentrations as the other groups in the carrier emulsion, with a lower pH range (between 7.5 and 8.5) compared to all other proposed versions, regarding the process of modifying hair shapes and textures. This allows highlighting and prioritizing the use/application of these actives in the formulations, ideally for hair that is thinner, less resistant, more fragile and/or previously processed by other procedures. Finally, Groups G07 and G08 (sodium cysteamine at 5% and 4% respectively) showed a particular capacity to interfere with the thermal behavior of hair, with early endothermic events, which suggests greater convenience in using these substances for modeling and defining hair in texture improvement and correction processes. These groups also presented good diameter gain after procedure (despite its pH range between 11.0 and 13.0), attributable to the influence of the standard polymeric association applied in the base emulsion and a more external interference (between cuticle layers), according to the images highlighted by fluorescence microscopy. This research allowed to find better forms of application for each substance in the proposed concentrations and pH, considering the same polymeric association for all groups, capable of controlling the release kinetics of each active, as well as promoting the adhesion of a polymeric coating for the gain in diameter and the increase in tensile strength, with reduced hair breakage by thermal cycles machine.

Keywords: Hair straightening; Hair; Oxireductor straightening; Hair discoloration; hair efficacy assessment.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estrutura da cutícula capilar.	21
Figura 2. Macro e microestrutura capilar.	22
Figura 3. Classificações dos grupos e subgrupos dos cabelos, quantos ao seu padrão e intensidade de ondulação.	23
Figura 4. Diagrama esquemático da relação entre a seção transversal formas da fibra capilar e o ângulo de sua curvatura.	25
Figura 5. Microscopia eletrônica de varredura do movimento de torção do cabelo crespo do tipo afro/negroide.	26
Figura 6. Distribuição do ortocórtex e do paracórtex no cabelo crespo do tipo afro/negroide. O movimento de torção sofre influência direta da disposição e distribuição do ortocórtex e do paracórtex, combinado com a quantificação das camadas de cutículas distribuídas lateralmente na elipse do cabelo crespo, do tipo afro/negroide.	27
Figura 7. Representação do folículo capilar encaracolado em três dimensões mostrando sua retrocurvatura.	28
Figura 8. Microscopia Eletrônica de Varredura de fibras de cabelo humano fraturadas longitudinalmente mostrando a medula.	30
Figura 9. Conversão do aminoácido cistina em lantionina por efeito alisante alcalino.	34
Figura 10. Reação de degradação do cabelo ocasionada pela reação dos componentes lantionizadores com as estruturas do aminoácido cistina	34
Figura 11. Reação de conversão da cistina em lantionina e eliminação de enxofre causada por um álcali (ativos alisantes lantionizadores; hidróxidos de sódio, guanidina, lítio e/ou potássio).	37
Figura 12. Representação da redução do aminoácido cistina em duas cisteínas, seguido da neutralização do processo e reagrupamento dos enxofres (oxiredução).	38
Figura 13. Reações do agente redutor – ácido tioglicólico com os componentes alcalinos (dilatadores das estruturas cuticulares) mais convencionais e conhecidos.	42
Figura 14. Mecanismo proposto para ação do ácido glioxílico na fibra capilar.	46
Figura 15. Imagens de microscopia eletrônica de emissão de campo com aumento de aproximadamente 2.000x: a) 3 aplicações de ácido glioxílico; b) 3 aplicações de ácido glioxílico e 1 aplicação de descolorante; c) 3 aplicações de ácido glioxílico e 3 aplicações de descolorante e; d) 3 aplicações de descolorante e 3 aplicações de ácido glioxílico.	47
Figura 16. Imagens de microscopia eletrônica de emissão de campo: a) 3 aplicações de carbocisteína; b) 3 aplicações de carbocisteína e 1 descoloração e; c) 3 aplicações de carbocisteína e 3 descolorações e; d) 3 descolorações e 3 aplicações de carbocisteína.	47
Figura 17. Formação de ácido cisteico via cisteína a partir de cistina.	48

Figura 18. Micrômetro Eletrônico Mitutoyo® Modelo IP54	62
Figura 19. Porta-amostra com os fios de cabelo de cada grupo recobertos com ouro	63
Figura 20. Imagem de MEV após análise pelo programa Image Pro Premier®	64
Figura 21. Máquina de ciclos térmicos	67
Figura 22. Equipamento Samba Hair para avaliação de brilho capilar	70
Figura 23. Resultados de diâmetro do fio de cabelo por tratamento por tempo	91
Figura 24. Resultados de área percentual da sombra cuticular das imagens dos fios de cabelo submetidos a cada tratamento após MEV e análise pelo programa Image Pro Premier®	95
Figura 25. Perfil de DSC das amostras de cabelo por grupo de tratamento.	98
Figura 26. Perfil de DSC das amostras de cabelo de diferentes tipos obtida por Lima (2016).....	101
Figura 27. Perfil de TG das amostras de cabelo por grupo de tratamento	104
Figura 28. Perfil de TG das amostras de cabelo - grupos G01 (cabelos virgens) e G02 (cabelos descoloridos).....	104
Figura 29. Sistema para avaliação da queda por quebra da fibra capilar – simulação de escovação por máquina de ciclos térmicos.....	110
Figura 30. Resultados de queda decorrente da quebra a nível de haste capilar – média de fios desprendidos por ciclo de passagens de escova.....	111
Figura 31. Resultados de queda decorrente da quebra a nível de haste capilar – número total de fios desprendidos após três ciclos de 500 passagens de escova	112
Figura 32. Exemplo da curva de tensão-deformação da fibra capilar com suas regiões características	114
Figura 33. Resultados de resistência mecânica do fio (resistência à tração) por tratamento – média de força máxima	116
Figura 34. Resultados de Brilho capilar (<i>BNT luster</i>) por tratamento após avaliação por equipamento Samba Hair.....	121

LISTA DE TABELAS E QUADROS

Quadro 1. Caracterização dos componentes químicos de alteração morfológica42

Tabela 1. Grupos das amostras estudadas: composição, faixa de pH e viscosidade	54
Tabela 2. Condições ambientais, análises realizadas e critérios de avaliação referentes ao Estudo de Estabilidade Acelerada.....	57
Tabela 3. Resultados de teor de ativos e pH obtidos para as formulações alisantes	75
Tabela 4. Resultados de viscosidade obtidos para as formulações alisantes	76
Tabela 5. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G03 (tioglicolato de amonio 13,3%)	77
Tabela 6. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G04 (tioglicolato de amonio 9,4%)	78
Tabela 7. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G05 (tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%).....	79
Tabela 8. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G06 (tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%).....	80
Tabela 9. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G07 (cisteamina de sódio 5%)	81
Tabela 10. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G08 (cisteamina de sódio 4%)	82
Tabela 11. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G09 (tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 2%).....	83
Tabela 12. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G10 (tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 1%).....	84
Tabela 13. Resultados de corrosividade obtidos para as amostras G01 a G10	86
Tabela 14. Imagens das mechas G01 a G10.....	88
Tabela 15. Imagem selecionada e resultados de área percentual da sombra cuticular dos fios capilares submetidos a cada tratamento.....	94
Tabela 16. Valores de temperatura e entalpia relacionados aos eventos térmicos obtidos por DSC de cada grupo de amostra de fibra capilar– G01 a G10	99
Tabela 17. Entalpia combinada dos eventos de desnaturação e pirólise das amostras – G01 a G10	102
Tabela 18. Resultados da termogravimetria (TG) das amostras G01 a G10.	105
Tabela 19. Resultados obtidos nos experimentos para todos os grupos de mechas avaliadas (G01 a G10)	124

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

40V = 40 volumes

AFM = microscopia de força atômica

INCI = *International Nomenclature of Cosmetic Ingredients* (nomenclatura internacional de ingredientes cosméticos)

MEV = microscopia eletrônica de varredura

ANVISA = Agência Nacional de Vigilância Sanitária

RDC = Resolução da Diretoria Colegiada

IN = instrução normativa

NaOH = Hidróxido de sódio

LiOH = Hidróxido de lítio

KOH = Hidróxido de potássio

AMP = amino metilpropanol

qsp. = quantidade suficiente para

18-MEA = ácido 18-metil eicosanóico

ROI = região de interesse

TG = termogravimetria

DTG = Termogravimetria Derivada

DSC = Calorimetria Exploratória Diferencial

BNT = *Bossa Nova Technologies*

pH = potencial hidrogeniônico

H₂O₂ = peróxido de hidrogênio

CyS-SCy = cistina

Cys = cisteína

cPs = centipoises

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. REVISÃO DE LITERATURA	20
2.1. Estrutura básica da fibra capilar	20
2.2. Classificação dos cabelos segundo a curvatura	22
2.3. Descoloração capilar	30
2.4. Fatos históricos referentes aos alisantes capilares	32
2.5. Mecanismos de alisamento da fibra capilar	33
3. OBJETIVOS	49
3.1. Objetivo geral	49
3.2. Objetivos específicos	49
4. MATERIAL E MÉTODOS	50
4.1. Material	50
4.1.1. Matérias-primas, Solventes e Reagentes	50
4.1.2. Mechas de cabelo	51
4.1.3. Equipamentos e acessórios	51
4.2. Métodos	53
4.2.1. Preparação e caracterização das amostras alisantes	53
4.2.1.1. Composição das amostras	53
4.2.1.2. Determinação do teor de ativo livre por titulação, pH e viscosidade nas amostras	55
4.2.1.3. Avaliação da Estabilidade	56
4.2.1.4. Avaliação da Corrosividade (corrosão dérmica <i>in vitro</i>)	57
4.2.2. Grupos experimentais	58
4.2.3. Seleção e preparo das mechas de cabelo para estudos de eficácia	59
4.2.4. Forma padronizada de aplicação das amostras nas mechas de cabelo	60
4.2.5. Avaliação da Eficácia dos Grupos de Tratamento	61
4.2.5.1. Avaliação do Diâmetro do fio de cabelo	61
4.2.5.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	62
4.2.5.2.1. Análise das Imagens de MEV por Image Pro Premier	63
4.2.5.3. Análise Térmica	65
4.2.5.3.1. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	65
4.2.5.3.2. Termogravimetria / Termogravimetria Derivada (TG/DTG)	66
4.2.5.4. Avaliação da Queda por Quebra do fio de cabelo	66

4.2.5.5.	Análise da Resistência à Tração dos Fios	67
4.2.5.6.	Avaliação dos Fios por Microscopia de Fluorescência.....	68
4.2.5.7.	Avaliação do Brilho Capilar por meio de equipamento Samba Hair	69
4.2.6.	Análise estatística dos dados obtidos	71
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	72
5.1.	Desenvolvimento e Caracterização das amostras contendo os ativos.....	72
5.1.1.	Composição das amostras.....	72
5.1.2.	Determinação do teor de ativo livre por titulação, pH e viscosidade.....	74
5.1.3.	Avaliação da estabilidade.....	76
5.1.4.	Avaliação da Corrosividade (corrosão dérmica <i>in vitro</i>).....	85
5.2.	Avaliação da Eficácia Comparativa entre os Grupos	87
5.2.1.	Tratamento das mechas de cabelo	87
5.2.2.	Avaliação do Diâmetro do fio de cabelo	90
5.2.3.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com análise de imagem de dano cuticular 92	
5.2.4.	Análise Térmica	97
5.2.5.	Avaliação da Queda por Quebra do fio de cabelo	109
5.2.6.	Análise da Resistência à Tração dos Fios	114
5.2.7.	Avaliação dos Fios por Microscopia de Fluorescência.....	117
5.2.8.	Avaliação do Brilho Capilar por meio de equipamento Samba Hair	120
6.	CONCLUSÕES	132
	REFERÊNCIAS	134
	ANEXO 1 – RESULTADOS BRUTOS E ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE DIÂMETRO DO FIO DE CABELO	141
	ANEXO 2 – IMAGENS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	151
	ANEXO 3 – IMAGENS ANALISADAS DE MEV.....	156
	ANEXO 4 – CURVAS DE ANÁLISE TÉRMICA	157
	ANEXO 5 – RESULTADOS BRUTOS E ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE QUEDA POR QUEBRA CAPILAR (MÁQUINA DE CICLOS TÉRMICOS)	158
	ANEXO 6 – RESULTADOS BRUTOS E ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO (FORÇA DO FIO DE CABELO)	162
	ANEXO 7 – IMAGENS OBTIDAS DE MICROSCOPIA DE FLUORESCÊNCIA.....	166
	ANEXO 8 – RESULTADOS BRUTOS E ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE BRILHO CAPILAR (SAMBA HAIR)	169
	ANEXO 9 – IMAGENS DE BRILHO EM CABELOS (SAMBA HAIR)	173

1. INTRODUÇÃO

Há muito tempo os cabelos têm sido considerados como um fator importante na autoestima das pessoas, além de exercer forte influência em sua saúde mental e autoimagem. Nos últimos anos, a indústria cosmética tem se dedicado à criação e o desenvolvimento de novos produtos para a melhoria da qualidade dos cabelos. Porém, deve-se atentar à importância de comprovar eficácia, segurança e efetividade sobre a fibra capilar destes (Fink *et al.*, 2016).

A publicação da RDC 409 de 27 de julho de 2020, que dispõe sobre os procedimentos e requisitos para a regularização de produtos cosméticos para alisar e ondular os cabelos, notavelmente acelerou a corrida pela busca de soluções para procedimentos e ativos seguros para a modificação de formas e texturas dos cabelos (Brasil, 2020). A legislação cosmética atual ainda dá destaque para a INSTRUÇÃO NORMATIVA – IN N° 220, DE 13 DE ABRIL DE 2023, que altera o Anexo da Instrução Normativa – IN N° 124, DE 24 DE MARÇO DE 2022, a qual estabelece a “Lista de Ativos permitidos em produtos cosméticos para alisar e ondular os cabelos” com requisitos para seu uso, nos termos da Resolução de Diretoria Colegiada – RDC N° 409, de 27 de julho de 2020 (Brasil, 2020, 2022, 2023).

Dificuldades técnicas relacionadas a níveis de tolerância e compatibilidade química são fatores relevantes para orientar novas formulações e suas especificidades de aplicação quanto aos tipos e condições dos cabelos. Como fatores preponderantes e fundamentais para a busca de novas propostas de ativos alisantes e para aprimoramento de produtos existentes, temos: a calibração de condições específicas quanto ao tipo e componentes de emulsões carreadoras; os padrões poliméricos que deverão controlar os fatores físicos relacionados à

viscosidade e, conseqüentemente, à cinética de liberação do ativo incorporado em questão; os intervalos das faixas de pH (“pH dependência”) onde deverão atuar; e, por fim, as concentrações de ativo livre em cada situação (Martins Junior, 2015; Sishi; Van Wyk; Khumalo, 2019).

Os serviços de alisamento e relaxamento, assim referidos antigamente, foram confundidos e citados nestes últimos 20 anos pelo termo pejorativo de “Escova Progressiva”, em alusão ao uso irregular de componentes proibidos por esta RDC 409/2020, como o formaldeído, o glutaraldeído, o ácido glicóxico e todos os *blends* propostos por associações deste mesmo ácido. Atualmente os novos e diversos tipos de componentes e associações químicas geram diferentes possibilidades para modificar a forma e a textura da fibra capilar, seja para a indução do efeito liso, para a redução do volume dos cabelos (também conhecido como “relaxamento” ou “texturização”), como para a indução dos efeitos de ondulação permanente dos cabelos (Barreto *et al.*, 2021; Frangie *et al.*, 2012; Hatsbach de Paula; Basílio; Mulinari-Brenner, 2022; Uyama *et al.*, 2023).

Estes modificadores alisantes dividem-se basicamente em dois grandes grupos químicos:

- **LANTIONIZADORES:** grupo dos hidróxidos (de sódio, de guanidina, de lítio e de potássio), que atuam na porção mais externa dos cabelos, convertendo aminoácido cistina em lantioninas (Barreto *et al.*, 2021; Robbins, 2012).
- **OXIREDUCTORES:** sais ou ésteres do ácido tioglicólico, com destaque para os tioglicolatos de amônio, de sódio, monoetanolamina e de amino metilpropanol, além da L-cistina e L-cisteína, que possuem potencial de redução de pontes de enxofre bem menor (de 1/4 a 1/5 do potencial de redução do ácido tioglicólico) (Robbins, 2012).

Desde o início da década de 1930, o tioglicolato de amônio se destaca quanto ao uso/aplicação para alisamentos capilares (Dias, 2015; Mohiuddin, 2019; Robbins, 2012). Esta matéria-prima tem sido aprimorada quanto à melhor forma de aplicação e a evolução da legislação cosmética mundial acabou estimulando e favorecendo novas pesquisas que puderam aprimorar o desenvolvimento de produtos com este ativo. Os fatores olfativos, que já foram considerados fatores de desconforto quanto ao processo de aplicação, puderam ser amenizados e melhorados ao longo da última década. Pesquisas relevantes com associações poliméricas combinadas com ativos modificadores da fibra também permitiram uma sensível melhora de desempenho do tioglicolato de amônio no que diz respeito ao potencial de alisamento, compensação de desgaste para o combate da perda de resistência mecânica e, principalmente, ao nível de tolerância de cabelos coloridos com níveis de oxidação mais baixos (De Labbey, 1994; De Labbey; Pataut, 1998; Dussaud; Rana; Lam, 2013; Frangie *et al.*, 2012; Johnson *et al.*, 2018; Leroy *et al.*, 1995; Neill *et al.*, 2004; Technical Resources International, [s.d.]; Pigiet, 1990).

O tioglicolato de aminometil propanol, já mostrou ser uma boa opção aos cabelos já processados por outros componentes químicos, ocasionalmente mais fortes (quanto à concentração de ativos e faixas de pH), e já possui registro, além de 10 anos de uso com resultados mercadológicos seguros, eficácia e confiabilidade. A patente de invenção BR 10 2013 017342 8 – INPI (Martins Junior, 2013) abrange a associação em reação ácido-base do ácido tioglicólico com o aminometil propanol para a formação deste composto ativo – o tioglicolato de aminometil propanol. Este composto objetiva viabilizar procedimentos de modificação de forma e textura em cabelos já processados quimicamente por outros ativos, viabilizado a busca pela transição capilar (processo de retorno à forma natural dos cabelos). Atua em faixa

de pH mais baixa (7,5 a 8,50), promovendo menor dilatação e baixa permeação, exercendo assim, alterações majoritárias no arco da estrutura mais externa dos cabelos, entre camadas de cutículas, tornado este processo químico mais suave e mais apropriado para cabelos mais finos, sensíveis e anteriormente processados.

A cisteamina de sódio foi patenteada em 2018 e revisada em 2022 (Martins Junior, 2018, 2023) como novo composto químico vantajoso para redução de volume e/ou alisamento de cabelos, pois propõe uma aplicação mais qualificada com a liberação das faixas de pH pela RDC 409/2020. Com testes obrigatórios de corrosividade em conformidade e faixas de pH reposicionadas entre 11,0 e 13,00, com maior associação polimérica aplicada à emulsão carreadora, esta substância é percebida como uma alternativa relevante para a texturização de cabelos crespos (Tipo 4) e cabelos cacheados (Tipo 3). Ela contempla a redução e o controle do volume, assim como a remodelagem e delineamento das ondas, buscando por maior controle e facilidades de cuidados com estes padrões de fibra capilar. A síntese da cisteamina ocorre pela reação química de um ácido fraco, a L-cistina, com uma base forte, o hidróxido de sódio. Vale apontar o uso da L-cistina e da L-cisteína como recursos técnicos para o controle e a redução de volume dos cabelos em diversos países, sendo aprovadas pelos principais órgãos legisladores do mundo, mas comumente aplicadas e consideradas muito seguras em faixas de pH superiores a 7,0 (De Labbey; Pataut, 1998; Frangie *et al.*, 2012; Quadflieg, 2003; Robbins, 2012; Sofia; Peixoto, 2013).

Um importante movimento de saúde capilar apoiado por uma busca e valorização dos cabelos naturais desta última década resgatou hábitos e condições dos cabelos da grande maioria da população consumidora desta modalidade de produtos alisantes. Cabelos mais resistentes e bem cuidados voltaram a aparecer

nos salões, oferecendo dificuldades técnicas para as maiores concentrações de tioglicolato de amônio possíveis. Para atender a esses casos, foi proposta a associação de tioglicolato de amônio com percentuais inferiores de tioglicolato de sódio, com o objetivo de promover um potencial maior de interferência e permeação nestes cabelos mais resistentes, possuindo cinética de liberação maior e ação preliminar (início do processo do alisamento), mais intensa. Vale destacar aqui que estas associações, embora nunca antes realizadas, sempre foram possíveis e por muitas vezes citadas como possibilidade técnica para o melhoramento do desempenho do potencial alisante (Leonardi; Elias, 2015; Quadflieg, 2003).

Considerando o exposto, no presente trabalho as associações de ativos alisantes propostas com diferentes concentrações e pH foram testadas quanto a: diâmetro do fio, resistência à tração, morfologia, brilho capilar, perfil térmico e permeação, em comparação aos cabelos naturais e descoloridos, na busca de associações de ativos para alisamento que sejam seguras e menos agressivas ao cabelo.

Assim, esta pesquisa propõe uma avaliação comparativa de cabelos caucasianos ondulados (tipo 2) quanto ao desempenho de quatro componentes ativos e/ou combinações para a modificação de formas e texturas dos cabelos (tioglicolato de amônio, tioglicolato de amino metilpropanol, cisteamina de sódio e associação de tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio) em diferentes condições de força, faixa de pH e associações poliméricas, com objeto de comparação com os controles cabelo descolorido, e cabelo natural, sem qualquer alteração química.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Estrutura básica da fibra capilar

A estrutura básica do cabelo é representada por três estruturas principais: (1) as cutículas (ou camada cuticular), estrutura mais externa, com representação aproximada de 10% da fibra, disposta em camadas lamelares e sobrepostas, conectadas por um cimento intercelular, o 18-MEA; (2) o córtex, estrutura interna com as distribuições de macro e microfibrilas aonde estão as demais concentrações de proteínas - alfa hélices e todo nosso código genético; e (3) a medula, não obrigatoriamente presente e/ou visível em todos os tipos de cabelos (Cloete; Khumalo; Ngoepe, 2019; Coderch *et al.*, 2023; Robbins, 2012).

É fundamental destacar que as subestruturas das cutículas – a epicutícula, a endocutícula e exocutícula – estão repletas de ligações covalentes de enxofre (ponte dissulfeto) e serão, portanto, as primeiras ligações a terem contato com os produtos químicos responsáveis por qualquer transformação química que possa ocorrer nos cabelos. A condição eletrostática desta estrutura interna define a característica isoelétrica da fibra capilar, influenciada diretamente pela integridade, assim como, pelo desgaste, do 18-MEA disponível na fibra. Foi confirmado que as camadas de exocutículas são ricas em cistina (aminoácidos com ligações duplas de enxofre, S-S) e as camadas de endocutículas são pobres em cistina (Fellows; Casford; Davies, 2020; Robbins, 2012). A Figura 1 a seguir ilustra a estrutura cuticular.

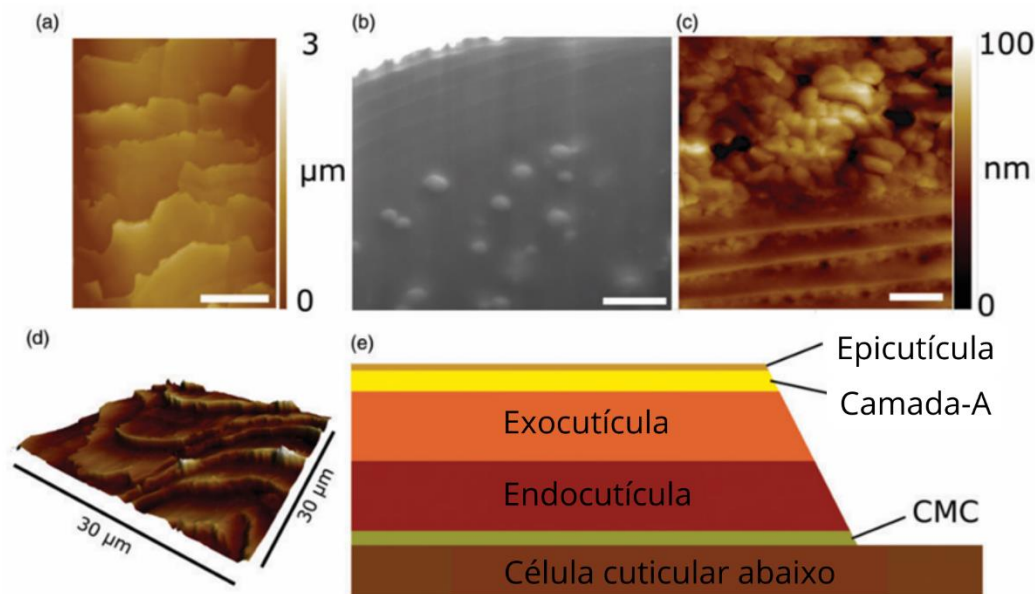


Figura 1. Estrutura da cutícula capilar.

Legenda: (a) topografia AFM em toda a superfície externa do cabelo, (b) imagem MEV de um cabelo seccionado mostrando seis células da cutícula sobrepostas e uma região do córtex, (c) topografia AFM de uma seção transversal de cabelo mostrando a estrutura em camadas dentro cada célula da cutícula, bem como as células sobrepostas que compõem a cutícula, (d) topografia 3D da superfície mostrando a sobreposição e natureza espalhada das células da cutícula e (e) representação diagramática da subestrutura em camadas da célula da cutícula. As barras de escala em (a) – (c) representam 10, 1 e 1 mm na superfície, respectivamente.

Fonte: Adaptado de (Fellows; Casford; Davies, 2020)

Em relação ao córtex, vale destacar a diferença de concentração proteica em diferentes bandas que pode se acentuar nos casos de cabelos do tipo 4 (crespos ou afro/negroides), o que justamente define a diferença entre ortocórtex (menor concentração proteica, portanto mais flexível) e paracórtex (maior concentração proteica, portanto mais rígido) (Breakspear; Noecker; Popescu, 2018; Deb-Choudhury, 2018; Harland *et al.*, 2018; Lima *et al.*, 2023; Martins Junior, 2015; Robbins, 2012).

A Figura 2 abaixo representa a macro e microestruturas da fibra capilar.

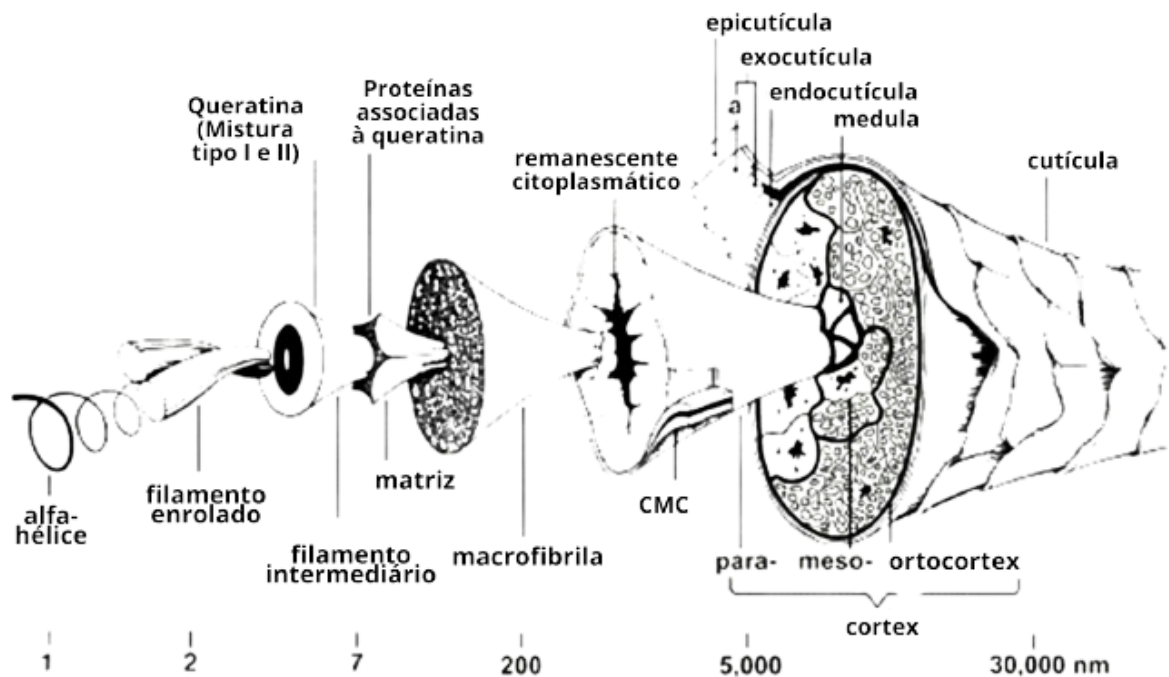


Figura 2. Macro e microestrutura capilar.

Fonte: Adaptado de (Deb-Choudhury, 2018)

2.2. Classificação dos cabelos segundo a curvatura

Existem diversas formas de classificação dos cabelos adotadas na atualidade. Contudo, a mais amplamente adotada e com maior praticidade foi inicialmente sugerida pelo estilista André Walker e envolve a subdivisão dos cabelos em grupos e subgrupos de acordo com o padrão e intensidade de sua ondulação (Figura 3). Esta nomenclatura tem facilitado não apenas a compreensão dos profissionais de desenvolvimento cosmético e da comunidade científica, mas também tem sido objeto de interpretação dos consumidores para compreenderem os seus próprios tipos de cabelo (Stanborough, 2019).

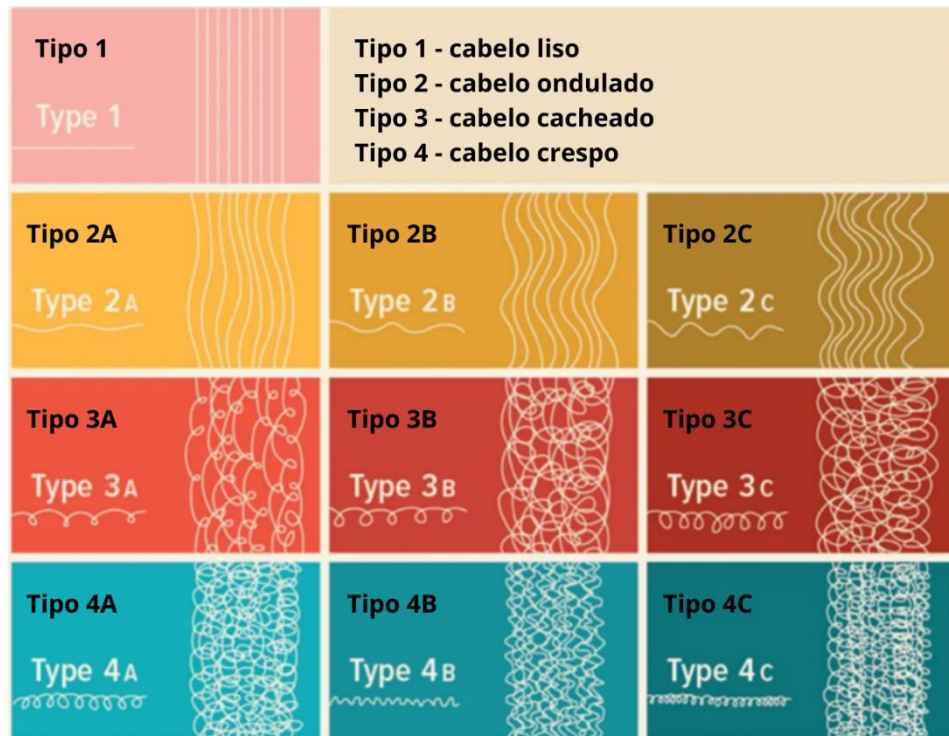


Figura 3. Classificações dos grupos e subgrupos dos cabelos, quantos ao seu padrão e intensidade de ondulação.

Fonte: Adaptado de (Stanborough, 2019)

Essa classificação ordena prioritariamente a divisão dos cabelos quanto ao seu padrão de ondulação em grupos (Stanborough, 2019), como segue: 1 = cabelos lisos; 2 = cabelos ondulados; 3 = cabelos cacheados; 4 = cabelos crespos.

Esta nomenclatura ainda contempla três possíveis letras adicionais, A, B e C, como simbologia de identificação de subgrupos, identificando desta forma a intensidade e o padrão da modulação da onda, do friso ou do cacho dos cabelos em questão. Essa classificação se dá da seguinte maneira (Stanborough, 2019): A = sugere uma ondulação em movimento de “S”, com curvas; B = sugere uma ondulação em movimento de “Z” com frisos; C = sugere um movimento de mola em espiral.

As diferenças de características entre os cabelos são construídas em seu processo morfológico no folículo piloso, e moldadas pelas condições genéticas estabelecidas, sugerindo que há um nível de "controle fino" no processo de formação da fibra capilar, com ampla influência da angulação do folículo, sob a distribuição de proteínas (queratina) e determinação da oscilação da simetria e do efeito de torção da fibra capilar, ainda em seu processo de formação, dentro do folículo (Westgate; Ginger; Green, 2017).

Qualquer processo químico de tratamento para alisamento capilar afeta a estrutura química das fibras de queratina, embora as fibras capilares sejam compostas por células epidérmicas mortas, quando emergem do couro cabeludo, existe uma grande variação em sua onda natural e sua resposta aos ativos capilares. Além disso, o desenvolvimento do cabelo é um processo dinâmico e cíclico, onde a duração dos ciclos de crescimento, dependem não apenas de onde o cabelo cresce, mas também de questões como idade do indivíduo, hábitos alimentares, fatores hormonais, entre outros fatores epigenéticos. Assim, embora seja possível conferir ao cabelo uma aparência esteticamente favorável através do uso de produtos cosméticos, é necessário levar em conta essas questões e entender primeiro a morfologia dos cabelos para que o tratamento seja feito de forma adequada, evitando a efeitos colaterais indesejáveis (Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014). A Figura 4 mostra a relação entre a seção transversal formas da fibra capilar e o ângulo de sua curvatura.

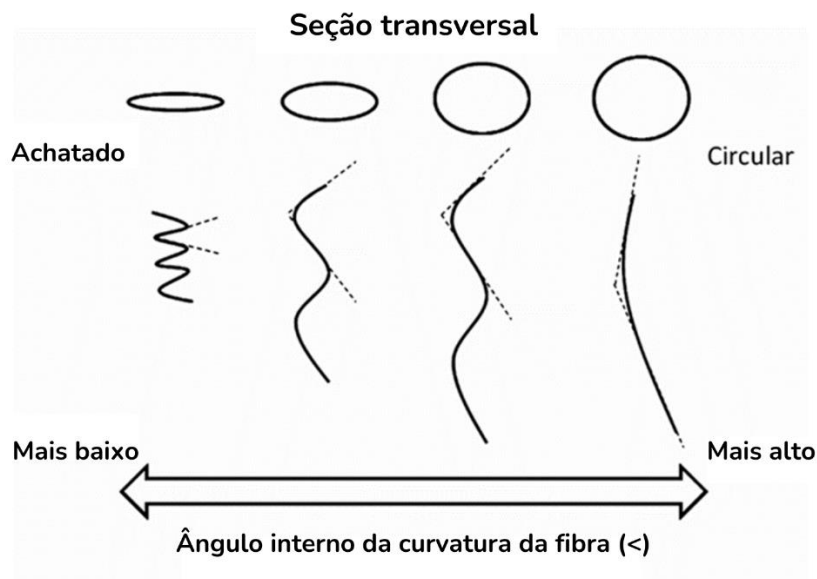


Figura 4. Diagrama esquemático da relação entre a seção transversal formas da fibra capilar e o ângulo de sua curvatura.

Fonte: Adaptado de (Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014)

O cabelo de fio crespo do tipo afro/negroide tem as ondas e cachos mais firmes do que qualquer tipo de cabelo que o cabeleireiro e outros profissionais devem encontrar. À medida que o cabelo cresce para fora do folículo, ele endurece e desenvolve as curvas, ondulações e cachos característicos deste tipo de cabelo, acompanhando um movimento de torção, diretamente proporcional e relacionado às questões genéticas com alguma influência epigenética (Figura 5) (Nissimov; Das Chaudhuri, 2014; Quadflieg, 2003).

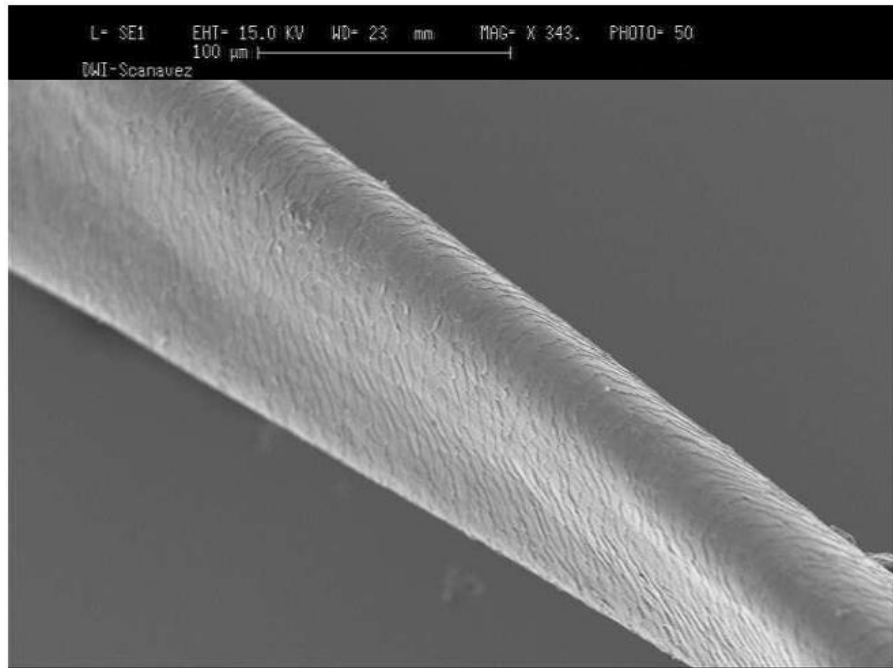


Figura 5. Microscopia eletrônica de varredura do movimento de torção do cabelo crespo do tipo afro/negroide.

Fonte: (Quadflieg, 2003)

O cabelo contém principalmente dois tipos de córtex: orto e paracórtex. O ortocórtex tem uma estrutura menos densa e de menor teor de enxofre (menor concentração cortical) que o paracórtex (maior concentração cortical) (Breakspear; Noecker; Popescu, 2018; Deb-Choudhury, 2018; Harland *et al.*, 2018; Lima *et al.*, 2023; Nissimov; Das Chaudhuri, 2014; Quadflieg, 2003). Durante muito tempo acreditou-se que o paracórtex sempre ficava do lado de fora da curva de uma onda, mas pesquisas mostraram que uma distribuição bilateral de células do orto e paracórtex (assim como ocorre nas fibras de lã) sofre influência direta do movimento da torção da fibra e não pode, assim, seguir sempre o mesmo padrão de distribuição (Figura 6) (Breakspear; Noecker; Popescu, 2018; Deb-Choudhury, 2018; Harland *et al.*, 2018; Lima *et al.*, 2023; Nissimov; Das Chaudhuri, 2014; Quadflieg, 2003). Em vez da distribuição bilateral, uma distribuição estatística das diferentes células do

córtex pode ser vista ao visualizar uma seção transversal de um cabelo afro no Microscópio Eletrônico de Transmissão (TEM) (Breakspear; Noecker; Popescu, 2018; Deb-Choudhury, 2018; Harland *et al.*, 2018; Lima *et al.*, 2023; Nissimov; Das Chaudhuri, 2014; Quadflieg, 2003).

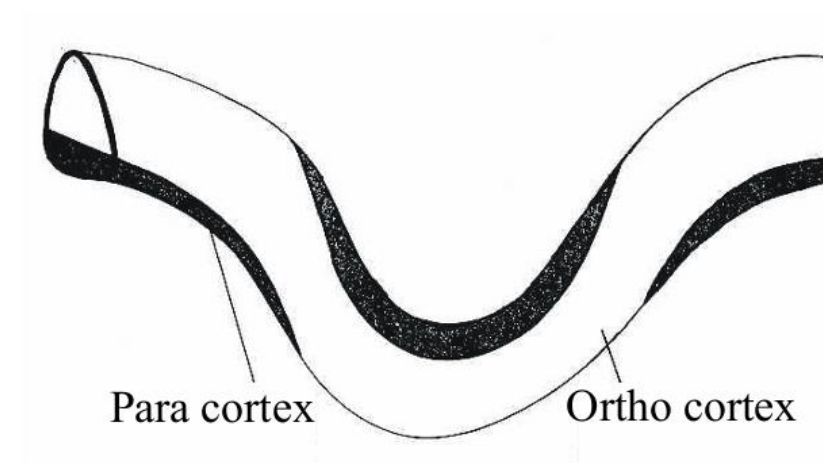


Figura 6. Distribuição do ortocórtex e do paracórtex no cabelo crespo do tipo afro/negroide. O movimento de torção sofre influência direta da disposição e distribuição do ortocórtex e do paracórtex, combinado com a quantificação das camadas de cutículas distribuídas lateralmente na elipse do cabelo crespo, do tipo afro/negroide.

Fonte: (Quadflieg, 2003)

Conforme mostrado na Figura 7, a angulação do folículo exerce influência na distribuição das formas de cabelos crespos. Uma inspeção mais detalhada revela que as fibras do cabelo crespo raramente se comportam como uma “bobina”, mas exibem heterogeneidade na direção da ondulação em todos os tipos, com exceção dos que possuem ondulações mais suaves (Nissimov; Das Chaudhuri, 2014; Quadflieg, 2003).

Os cabelos cacheados/crespos têm uma forma elíptica na seção transversal. Isso permite rigidez de flexão bidirecional, dobrando mais facilmente em a direção do eixo achatado. A relação entre o eixo do comprimento e o diâmetro também muda, gerando variações no comportamento, na dinâmica e, principalmente, na cinética das reações químicas dos produtos que entram em contato com estes cabelos. Portanto, quanto maior for a influência da intensidade da elipse na condição do diâmetro, mais lento será o crescimento capilar e maior será a dificuldade de gerenciamento de reações químicas, por conta da heterogeneidade da estrutura e sua assimetria proteica (Westgate; Ginger; Green, 2017).

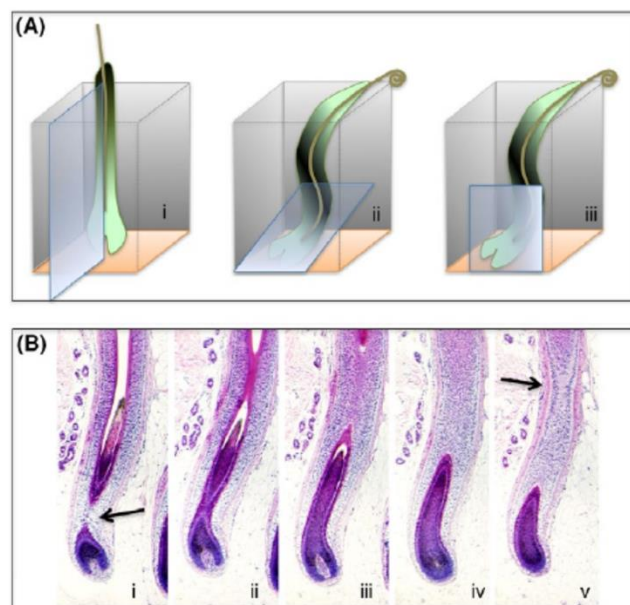


Figura 7. Representação do folículo capilar encaracolado em três dimensões mostrando sua retrocurvatura.

Fonte: (Westgate; Ginger; Green, 2017)

Legenda: Na imagem **(A)**: (i) Linhas de simetria em torno do longo eixo do cabelo em um folículo piloso reto; (ii) o longo eixo simétrico através da papila dérmica de um folículo capilar encaracolado, onde a haste do cabelo não está mais em plano com a papila dérmica; (iii) seção através do bulbo representando a forma do folículo inferior. Na imagem **(B)** temos imagens seccionadas de uma amostra de couro cabeludo de um indivíduo com cabelos muito cacheados. O folículo de cabelo crespo é curvo em duas direções - esquerda para a direita, e para frente e para trás. Da esquerda para a direita: (i) a haste da fibra seccionada através do bulbo superior; (ii) bulbo seccionado através

da papila dérmica média; (iii) a haste está para fora do plano da seção; (v) a papila dérmica está quase fora de seção e a curva no folículo superior revela o tecido conjuntivo da bainha (seta preta na imagem).

A medula está normalmente localizada no centro da fibra capilar, composta por vários tipos de células pouco compactadas. Porém, no cabelo humano é presente de forma variável e pode assumir uma forma intermitente se for encontrada (Nakano, 2006; Wagner, 2006). Estudos de espectroscopia por infravermelho, Raman confocal e difração de raio X Saxs mostraram que, em alguns tipos de cabelo crespos do tipo afro/negroides, a medula contém uma alta concentração de lipídios (18-MEA), enquanto outros tipos de cabelo não mostram presença tão expressiva de lipídios no canal medular (Essendoubi *et al.*, 2019; Jeon *et al.*, 2008; Kuzuhara, 2006). Um estudo de microscopia eletrônica revelou que pode haver dois tipos de classificação medular com base em observações usando MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) e Microscopia Eletrônica de Transmitância. O relatório propôs que havia uma medula do tipo fina e uma medula do tipo espessa. O estudo também revelou a presença de três componentes claros na medula; estruturas globulares, desorganizadas células corticais e uma fina camada lisa semelhante em composição à do Complexo de Membrana Celular (Figura 8) (Coderch *et al.*, 2023; Wade, 2013).

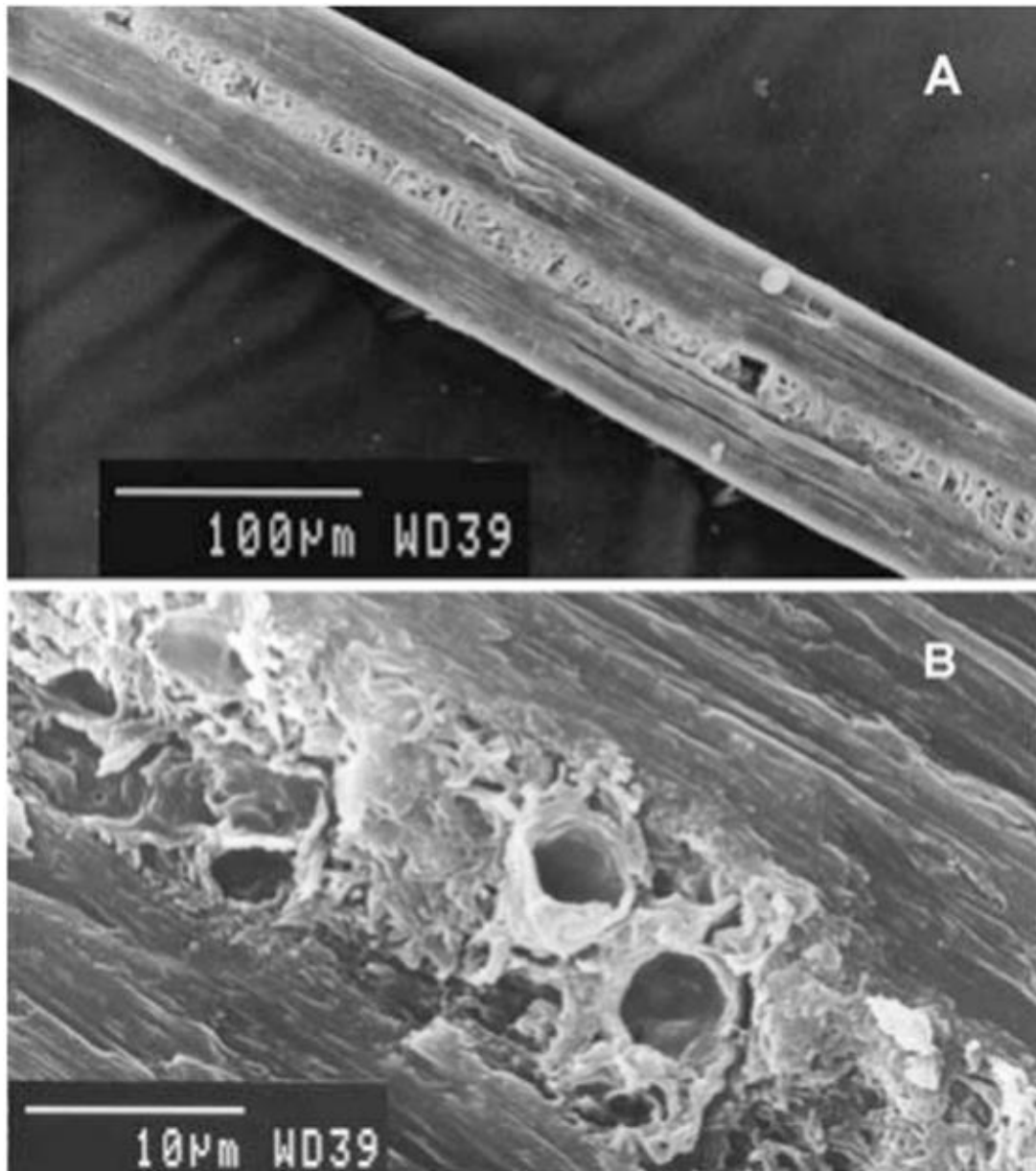


Figura 8. Microscopia Eletrônica de Varredura de fibras de cabelo humano fraturadas longitudinalmente mostrando a medula.

Fonte: (Wade, 2013)

Legenda: As duas imagens de cortes por MEV das fibras capilares humanas fraturadas longitudinalmente mostram a região da medula. A imagem **(A)** apresenta uma medula do tipo fina, e a imagem **(B)** mostra a medula da fibra capilar de (A) em maior ampliação.

2.3. Descoloração capilar

A fibra capilar pode ser descolorida em diferentes níveis, usando associações de pó descolorantes (mistura de diferentes tipos de persulfatos, geralmente de

amônio e de potássio) com creme oxidante (emulsão cremosa com 12% de H_2O_2 , também denominada como sendo de 40 Volumes, para descolorações de níveis máximos). Esta mistura, geralmente tem proporção de 1 parte de pó descolorante para 2 partes de creme oxidante (1:2) para um tempo de permanência/contato com os cabelos de até 1 hora. Nos anos 70, Wolfram e Lindemann detalharam os níveis e todo o perfil e a cinética de degradação proteica da fibra, fornecendo, assim, parâmetros de previsibilidade para o controle do clareamento e do nível de desgaste dos cabelos. Este trabalho contribuiu de modo importante para o campo do desenvolvimento e do aprimoramento de produtos para este fim (Wolfram; Lindemann, 1971).

A descoloração química com associação de persulfatos (pó descolorante) e peróxido de hidrogênio (creme oxidante) em meio alcalino (pH aproximado de 11,00) atinge primeiramente os grupos tioéster, que ligam os lipídios principais do cabelo (Lima *et al.*, 2023; Martí *et al.*, 2016; Watanabe *et al.*, 2015). Esses lipídeos, conhecidos como 18-MEA, são encontrados inicialmente entre camadas de cutículas, ligados às proteínas de superfície. Esta reação remove parcialmente a barreira hidrofóbica da superfície capilar e origina ácidos de enxofre (principalmente grupos sulfonato) na superfície da fibra, elevando a formação de ácido cisteico residual como produto de degradação da estrutura proteica, e modificando sua condição eletrostática como deslocamento (solubilização) deste lipídio natural (Lima *et al.*, 2023; Martí *et al.*, 2016; Robbins, 2012; Watanabe *et al.*, 2015).

Compreender as variações morfológicas e a distribuição proteica de cada tipo (grupos e subgrupos) da fibra capilar nos ajuda a prever seu comportamento quanto ao contato com a mistura descolorante e, conseqüentemente, a conceituar e propor potenciais ativos e/ou novas formulações alisantes em emulsões ajustadas

exclusivamente para a finalidade de alisar cabelos descoloridos (Martins Junior, 2015).

Além da condição final da fibra capilar descolorida, deve-se levar em consideração, outras características físico-químicas relacionadas ao produtos, como; (1) o padrão médio da viscosidade da emulsão que será escolhida para carrear o ativo cosmético de escolha (por interferir na cinética de liberação do ativo para o cabelo); (2) a faixa de pH, (3) o percentual do ativo redutor livre, (4) o percentual do dilatador da estrutura da fibra capilar (por exemplo, o hidróxido de amônio); e por fim, (5) a participação ou não de um polímero na formulação, com a intenção de controle e moderação da velocidade de liberação do ativo para os cabelos (Martins Junior, 2015).

2.4. Fatos históricos referentes aos alisantes capilares

A primeira pessoa a “tropeçar” em um produto químico para alisar permanentemente os cabelos no início de 1900 foi o inventor, empresário e líder comunitário americano Garrett Augustus Morgan Sênior (4 de março de 1877 - 27 de julho de 1963). Suas invenções mais notáveis incluem um tipo de semáforo de mão dupla e uma “coifa” protetora usada em um resgate de desastre na construção de um túnel em 1916 (Bryant *et al.*, 2010).

Enquanto Garrett trabalhava em uma oficina de conserto de máquinas de costura tentando inventar um novo líquido lubrificante para a agulha da máquina, acredita-se que ele limpou as mãos em um pano de lã, voltou no dia seguinte e descobriu que a textura lanosa do pano havia “suavizado”. Então, Garrett experimentou sua invenção do líquido lubrificante em si mesmo, chamou-o de

“creme refinador de cabelo” e, assim, patenteou o primeiro alisador químico de cabelo (Bryant *et al.*, 2010).

Ele fundou uma empresa de produtos de higiene pessoal que incluía pomadas para tingir o cabelo, xampu, “*gloss*” para prensar o cabelo e aquele que deu início a tudo: o “G.A. Creme Refinador de Cabelo Morgan” (anunciado como “Alisante Corretivo de Cabelos em 15 Minutos”) (Bryant *et al.*, 2010).

Sabe-se que a primeira composição do alisante para o cabelo foi formulada em cozinhas domésticas na década de 1930. O produto continha uma mistura química de amido de batata, banha, ovo e hidróxido de sódio ou potássio. Devido à sua natureza corrosiva, foi aconselhado proteger ou basear o couro cabeludo com petrolato antes do tratamento. O uso dessa mistura levou ao desenvolvimento de relaxantes/alisantes à base de hidróxidos de sódio e potássio. O primeiro relaxador disponível comercialmente, baseado em hidróxido de sódio, foi introduzido na década de 1950 pela empresa Johnson & Johnson. No final da década de 1970, foi comercializado o primeiro relaxante sem soda (hidróxidos de lítio e de guanidina), que reduziu significativamente a quantidade de irritação durante o tratamento. A tecnologia usava um sistema de duas partes (bifásico), onde um creme de hidróxido de cálcio era misturado com um líquido ativador de carbonato de guanidina para produzir o Hidróxido de Guanidina (Bryant *et al.*, 2010).

2.5. Mecanismos de alisamento da fibra capilar

Atualmente os grupos alisantes e/ou redutores de volume capilar disponíveis no mercado dividem-se em três grupos básicos, classificando-se quanto aos tipos de reações químicas (mecanismo de ação):

geralmente incorporado em emulsões de alta viscosidade. Sua aplicabilidade está relacionada à necessidade de tração, um protocolo reconhecido como “enluvamento” no meio profissional da beleza. Devido à sua atividade ser promovida em faixas de pH elevados, limita-se o seu contato com cabelos já processados por outros produtos químicos (Barreto *et al.*, 2021; Leite; Garbossa; Campos, 2018; Robbins, 2012; Van Wyk *et al.*, 2014).

Hidróxido de lítio (LiOH): base alcalina, por muito tempo usada por importantes marcas americanas para suavizar e diminuir a velocidade da reação química nos cabelos. Hoje está caindo em desuso, sendo utilizada apenas por poucas empresas em decorrência do declínio de uso de bases alisantes mais alcalinas. Apesar da pouca diferença de comportamento comparado ao NaOH quando na mesma emulsão e faixa de pH, a LiOH foi utilizada por muito tempo para alisamento de cabelos afro, para viabilizar a combinação de colorações permanentes por oxidação com baixa volumagem (10 a 20 volumes – 3 a 6% de H₂O₂) (Frangie *et al.*, 2012; Robbins, 2012).

Hidróxido de potássio (KOH): foi usado por certo tempo como alternativa ao NaOH e considerado como um diferencial de mercado. Tem sido pouco utilizado, mas ainda é mantido por algumas empresas tradicionais nos Estados Unidos. Apresenta eficácia semelhante ao NaOH, porém custo mais elevado (Brasil, 2020; Frangie *et al.*, 2012; Leite; Garbossa; Campos, 2018; Robbins, 2012).

Hidróxido de guanidina: este ativo destacou-se no final da década de 90 e, durante quase uma década, teve produção superior ao NaOH devido à sua reação no cabelo ser mais lenta, favorecendo profissionais com menos perícia e cabelos já sensibilizados pelos outros alisantes lantionizadores. Este componente é formado pela mistura de hidróxido de cálcio, geralmente em emulsão, com carbonato de

guanidina, geralmente em forma de “líquido ativador”. É muito efetivo, mas tornou-se caro e tem ficado inviável com o passar dos últimos anos (Fellows; Casford; Davies, 2020; Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Quadflieg, 2003; Robbins, 2012).

Os danos causados por um tratamento alcalino (como um tratamento relaxante, alisante, clareador ou descolorante) são detectados por mudanças químicas permanentes nos cabelos. Em primeira etapa, a cistina (CyS-SCy) reage para formar resíduos de desidroalanina e cisteína (Cys) em uma reação de eliminação β . Numa segunda etapa, a desidroalanina e a cisteína (Cys) são capazes de reagir entre si para formar lantionina. Um resíduo de aminoácido cistina (CyS-SCy) pode gerar, no máximo, um resíduo lantionina (Figura 11). Esta reação possui um comportamento cinético específico, portanto, o potencial de redução das pontes do enxofre (potencial de alisamento) estará diretamente ligado ao padrão de viscosidade da emulsão carreadora do ativo alisante/modificador (neste caso, os lantionizadores, hidróxidos de sódio, guanidina, lítio ou potássio) que deverão ter maior potencial cinético de liberação do ativo modificador à medida que a viscosidade da emulsão carreadora for mais baixa, assim como, terá menor potencial cinético de liberação do ativo modificador à medida que a viscosidade da emulsão carreadora for mais alta. Isso deverá impactar nas condições gerais da estrutura capilar, pós-procedimento químico (Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Quadflieg, 2003).

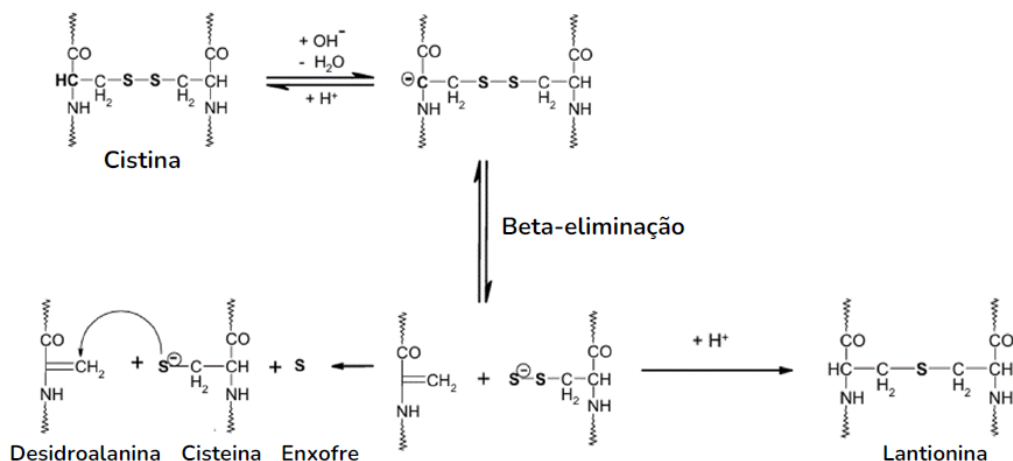


Figura 11. Reação de conversão da cistina em lantionina e eliminação de enxofre causada por um álcali (ativos alisantes lantionizadores; hidróxidos de sódio, guanidina, lítio e/ou potássio).

Fonte: Adaptado de (Quadflieg, 2003)

Grupo dos Oxiredutores: correspondem aos tióis (sais de tioglicolato), formados por reações químicas do tipo ácido-base. A reação é dada pela mistura de uma substância alcalina (comumente o hidróxido de amônio, a monoetanolamina e muito recentemente o amino metilpropanol) com o ácido tioglicólico, promovendo uma reação de oxiredução das estruturas de enxofre, contidas no aminoácido cistina. Este processo é dependente de taxas de dilatações específicas, pré-determinadas pelos dilatadores (componentes alcalinos) usados em cada um dos componentes tióis. Os sulfitos e bissulfitos também podem entrar nesta categoria, além das misturas de L-Cisteína (Barreto *et al.*, 2021; Frangie *et al.*, 2012; Halal, 2016; Martins Junior, 2015; Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Wade, 2013).

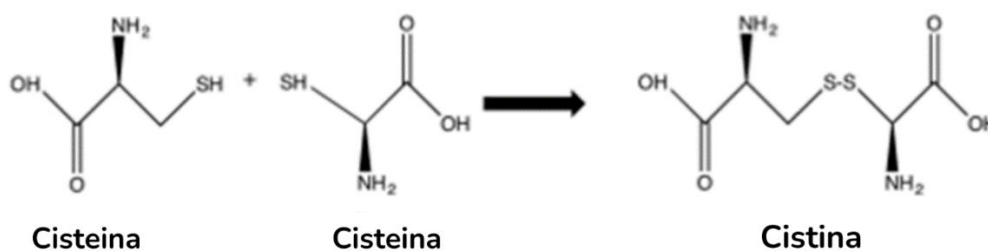


Figura 12. Representação da redução do aminoácido cistina em duas cisteínas, seguido da neutralização do processo e reagrupamento dos enxofres (oxiredução).

Fonte: Adaptado de (Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014)

Tioglicolato de amônio: componente cosmético clássico e consagrado, muito utilizado na indústria cosmética, presente no portfólio de algumas das maiores empresas do mundo. É um ativo seguro e amplamente estado em situações diversas por conta de sua previsibilidade, disponibilidade industrial, preço competitivo e boa compatibilidade com cabelos coloridos em baixo nível de oxidação (entre 10 e 20 volumes). O tioglicolato de amônio é um produto composto da associação do ácido tioglicólico (ácido forte) com o hidróxido de amônio (base forte com alto potencial de dilatação das camadas de cutículas dos cabelos). Tem limitação de 11% de ácido tioglicólico livre na composição e o pH final de seu produto não deve ultrapassar 9,50% (Frangie *et al*, 2012).

Tioglicolato de monoetanolamina: formado pela reação ácido-base entre o ácido tioglicólico (ácido forte) e a monoetanolamina (base de força moderada), com potencial moderado de dilatação das cutículas. Tem limitação de 11% de ácido tioglicólico livre na composição e o pH final de seu produto não deve ultrapassar 9,50% (Frangie *et al*, 2012).

Tioglicolato de aminometil propanol (AMP): é um ativo com 10 anos de mercado, e ainda pouco difundido, mas com enorme potencial de aplicação em

cabelos previamente processados quimicamente. É composto pela associação do ácido tioglicólico (ácido forte) como o aminometil propanol (base fraca), possuindo boa funcionalidade em pH 7,50-8,50. Apresenta menor eficácia em cabelos muito resistentes (Frangie *et al*, 2012; Martins Junior, 2015).

Tioglicolato de sódio: corresponde ao sal obtido pela reação do ácido tioglicólico (ácido forte) com o hidróxido de sódio (base forte). É um agente oxiredutor forte e de cinética muito acelerada comparado aos demais supracitados. É amplamente utilizado no desenvolvimento de depilatórios por sua capacidade de consumir e degradar rapidamente completamente o pelo. Portanto, para seu uso em alisantes indicam-se pequenos percentuais (1 a 2%), normalmente associados a outros sais de tioglicolato (mais comumente o tioglicolato de amônio), com objetivo de acelerar a cinética inicial do descolamento das placas cuticulares no início do processo de dilatação das camadas de cutículas (Leonardi; Elias, 2015).

Monotioglicolato de Glicerila: enquadra-se na categoria de “ésteres do ácido tioglicólico”, com pH final de 6,00 a 9,50 (Brasil, 2020). É obtido por reação de esterificação entre o ácido tioglicólico e a glicerina, sendo atualmente usado por empresas americanas para gerar o efeito “*booster*” (efeito de força auxiliar e/ou ampliação da capacidade de permeação do ativo na fibra do cabelo) em procedimento de ondulação permanente, promovendo um aumento final da disponibilidade de ácido tioglicólico na mistura e aumentando a taxa da reação. Como consequência, eleva o potencial de indução e transformação dos cabelos (Robbins, 2012).

Cisteaminas: podem ser encontradas em diferentes composições. Possuem aproximadamente 5 vezes menos poder de redução das pontes dissulfeto comparado ao ácido tioglicólico (Robbins, 2012). Podem estar em meio ácido (pH

2,00-3,00), associadas a processos térmicos e combinadas a componentes que a auxiliam (como, por exemplo, a polilisina). Podem também estar neutralizadas com bases fortes e estabilizadas em pH alto (por exemplo a Cisteamina de sódio – pH 10,00-11,00) (Quadflieg, 2003).

A Cisteamina de sódio é uma nova substância ativa em potencial, produzida pela associação ácido-base entre L-Cisteína (um ácido fraco) e o NaOH (uma base forte). É aplicada em faixa de pH entre 11,00 e 12,50, pela predominância da força da base em sua reação. É considerada como um modificador híbrido de formas e texturas dos cabelos, justamente por associar um oxiredutor a um ativo lantionizador, possibilitando as duas reações em equilíbrio dinâmico (Quadflieg, 2003).

Sulfitos e Bissulfitos: ativos usados desde a década de 90 para redução e controle de volume capilar. Os sulfitos são uma classe adicional de agentes redutores que podem ser usados para ondular ou alisar em procedimentos geralmente térmicos. Possuem baixo potencial de redução e interferência, e o limite de concentração estabelecido na Resolução RDC 409/2020 é insuficiente para atingir potencial alisante nos cabelos. É comum encontrar produtos no mercado europeu com pequenas concentrações destes ativos (entre 1% e 2%), normalmente orientados para cabelos finos e claros (González, 2012; López, 2016).

Embora os alisantes à base de sulfito já existem há décadas, eles são menos comuns que os relaxantes de hidróxido, porque tendem a resultar em alisamento menos eficaz de cabelos com curvaturas e ondulações mais acentuadas. No entanto, pode-se dizer que eles sejam menos irritantes para o couro cabeludo. A diminuição da eficácia do efeito modificador da estrutura pode estar relacionada à reatividade das ligações dissulfeto, que depende do pH da solução ativa. A

reatividade máxima é atingida em pH 4,00 a 6,00, mas os sulfitos não são estáveis em condições tão inferiores a um pH de 8,90 e por causa disso, os produtos comerciais geralmente variam de pH de 6,50 a 7,50. No pH 7,00, apenas cerca de 15 % dos resíduos de cistina podem ser reduzidos. Para neutralizar o cabelo, é usada uma solução neutralizante que normalmente contém carbonato de sódio ou bicarbonato de sódio em solução (Bryant *et al.*, 2010; González, 2012; López, 2016).

De forma geral, tanto os hidróxidos como os tióis promovem alisamento permanente por reduzirem as ligações dissulfeto de queratina (S-S) entre camadas cuticulares e no córtex (Barreto *et al.*, 2021; Wade, 2013). Os hidróxidos reagem majoritariamente nas insaturações de enxofre mais preliminares e externas (cutículas) convertendo 1/4 a 1/3 dos aminoácidos cistina mais superficiais em lantionina (Barreto *et al.*, 2021; Wade, 2013).

Diferentes tipos de tioglicolatos (tioglicolato de amônio, de monoetanolamina e de aminometil propanol) podem ser usados como alisantes em cabelos previamente tingidos ou quimicamente ondulados, sendo indicados para alisar cabelos tipo 2 (Barreto *et al.*, 2021; Wade, 2013).

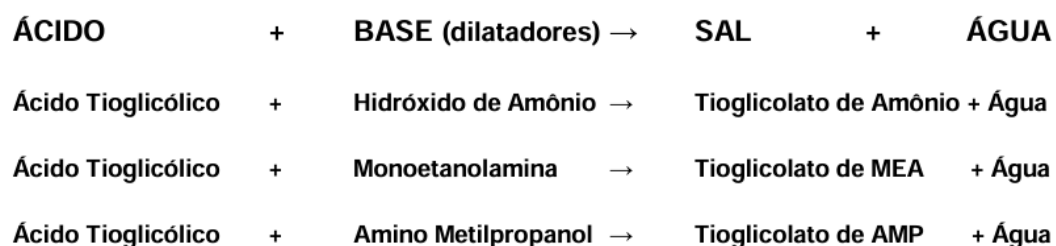
O AMP possui cinética de liberação muito mais baixa quando comparado com o hidróxido de amônio ou com a monoetanolamina (Barreto *et al.*, 2021). É possível associar o peso molecular a esta condição, ou seja, quanto menor o peso molecular da substância dilatadora (álcali dilatador), maior será a sua volatilidade, bem como será maior também o seu potencial de dilatação (Quadro 1).

Quadro 1. Caracterização dos componentes químicos de alteração morfológica

Mecanismo Dilatador	Fórmula molecular	Massa molar (g/mol)¹	Faixa de pH	Potencial de dilatação
Hidróxido de amônio	NH ₄ OH	35,05	9,00 – 9,50	Alto
Monoetanolamina	C ₂ H ₇ NO	61,08	8,00 – 9,00	Médio
Aminometil propanol	C ₄ H ₁₁ NO	89,14	7,00 – 8,00	Baixo

Fonte: (Martins Junior, 2015)

A reação destas bases dilatadoras com o ácido tioglicólico está baseada na clássica reação do tipo ácido base, formando um sal e moléculas de água (Figura 12) (Martins Junior, 2015).

**Figura 13.** Reações do agente redutor – ácido tioglicólico com os componentes alcalinos (dilatadores das estruturas cuticulares) mais convencionais e conhecidos.

Fonte: (Martins Junior, 2015)

O processo é concluído com a neutralização, feita através do uso de um agente oxidante (geralmente peróxido de hidrogênio ou bromato de sódio) em base de emulsão condicionadora (catiônica). Esta parte do processo propõe uma redução do pH fisiológico do cabelo por influência do contato com o produto condicionador neutralizante de natureza ácida (pH geralmente entre 3,00 e 4,00), além do

¹ Dado extraído da Tabela Periódica.

oferecimento de um componente oxidante (geralmente o peróxido de hidrogênio), que deverá reagrupar os enxofres que foram reduzidos pelo componente redutor recuperando resistência mecânica e a força dos cabelos (Neill *et al.*, 2004).

Estes procedimentos são chamados de relaxamento, quando relacionados a uma taxa maior de redução de volume e controle dos cabelos e geralmente relacionados ao procedimento de alisamento quando alcançam de alteração máxima para esta condição de liso, onde muitas vezes são condicionados à procedimentos térmicos secundários (complementares) (Wade, 2013).

Grupo dos Ácidos orgânicos: formaldeído, glutaraldeído, ácido glioxílico e seus compostos. Apesar deste grupo de ativos ter sido formalmente proibido pela ANVISA após publicação da RDC 409/2020 (Brasil, 2020), ainda são encontrados e utilizados ilegalmente. Em decorrência da sua proibição, não possuem orientação de aplicação quanto ao percentual de ativo livre na formulação, nem de faixa de pH. São formadores de pontes metilênicas e/ou etilênicas, promovendo formação de poliacetais na estrutura da fibra capilar (Colenci, 2017).

Os resultados obtidos com a espectroscopia de fluorescência em cabelos processados pelo ácido glioxílico em concentração 10% com faixa de pH 1,00 (média) mostraram que este sistema de alisamento afetou de forma irreparável à matriz da alfa hélice da fibra capilar, onde se situa o triptofano, aminoácido essencial relacionado à resistência e a proteção natural da cor dos cabelos. Os cabelos alisados e descoloridos mostraram um aumento na emissão/degradação do triptofano, fato decorrente da formação de subprodutos da degradação do triptofano e da melanina. A degradação do triptofano é bastante intensa quando se alisa os

cabelos e os descolorem, mostrando que, ambos os processos de forma concomitantes, afetam drasticamente a matriz amorfa (Colenci, 2017).

Em mesma concentração, o ácido glioílico é mais efetivo quanto ao potencial de alisamento, quando aplicado em faixa de pH aproximada de 1,00, em relação ao pH 2,00. A condição de maior nível de acidez (pH 1,00) potencializa o efeito alisante, na mesma medida em que aumenta a taxa de degradação, quantificada pela formação de ácido cisteico, assim como pelo reconhecimento de lesões e fraturas na fibra capilar, identificadas por microscopia eletrônica de varredura, também caracterizadas como “tricorrexe nodosa” (Goshiyama, 2019; Kodaíra, 2014).

O ácido glioílico e suas variantes, também chamado de ácido fórmico ou ácido oxoacético, é um composto orgânico e o mais simples dos ácidos aldeídicos. Após a proibição de formaldeído como um ativo/mecanismo alisante em vários países, a ácido glioílico tornou -se amplamente utilizado em produtos de alisamento de cabelo. De acordo com a literatura, o ácido glioílico é capaz de liberar formaldeído quando submetido a altas temperaturas (Barreto *et al.*, 2021).

O efeito alisante deste componente químico geralmente tem resultados semipermanentes quando em concentrações menores, quando geralmente próximos de 5%, promovendo durações de efeito liso temporário que podem variar de 5 a 10 lavagens e efeitos de liso permanentes quando em concentrações maiores, geralmente próximo de 15% de concentração. Essa desnaturação de proteínas ocorre através da reação entre o ácido e a estrutura dos aminoácidos que permeia através das cutículas, solubilizando o cimento intercelular (18-MEA) e reagindo no aminoácido tirosinase e outros aminoácidos também presentes no córtex. Embora não haja quebra as pontes de dissulfeto, há uma mudança na forma de reações e interações com o cabelo, quando associadas ao aquecimento (das chapinhas), originando uma

estrutura bio-polimerizada que influenciará diretamente no alisamento dos cabelos. O ácido glicoxílico e suas associações, blends e outros derivados, como o glicoxilloil de carbocisteína e a oxoacetamida de glioxiloil de carbocisteína, foram usados na última década, como propostas de blends alisantes, embora tenham sido contestadas no Parecer - Ofício nº 11/2020/SEI/CCOSM/GHCOS/DIRE3/ANVISA de 03 de junho de 2020 e logo depois proibidas pela RDC 409/2020 (Barreto *et al.*, 2021).

Efeitos adversos:

O formaldeído pode causar vários tipos de reações, incluindo as dermatites de contato com aspectos pustulares, a urticária, irritação da membrana mucosa, alopecias cicatriciais e especialmente lesões do trato respiratório, incluindo lesões pulmonares graves. Eflúvios telógenos também podem ocorrer, por conta da permeação do formaldeído na pele. A alopecia de tração, especialmente ao longo da linha do cabelo, está relacionada à força de tração aplicada ao cabelo durante o processo. Pode ser agudo ou crônico, e é uma preocupação particular em crianças (Barreto *et al.*, 2021).

A dermatite de contato irritante e alérgica está entre os efeitos adversos mais comuns do ácido glicoxílico e seus derivados, assim como disfunções severas de couro cabeludo, relacionadas à disbiose da microbiota desta região, visto que a taxa da acidez relacionada (por volta de pH 1.00), será de fácil permeação no couro cabeludo e deverá promover um desarranjo fisiológico da pele desta região. A presença de resíduos de glioxal (componente mutagênico residual da produção do ácido glicoxílico presente em sua composição), dá caráter toxicológico de alto risco para o ácido glicoxílico, aumentando o risco de efeitos colaterais danosos do ativo. Embora o percentual do resíduo de glioxal no ácido glicoxílico possa ser controlado a

ponto de classificá-lo como sendo de alta pureza, quando o residual de glioal é zero, este processo o torna caro e inviabiliza sua aplicação industrial para este fim, visto que ainda sim, será preciso e obrigatório, seguir a exigência regulatória mundial, onde o produto final deverá ter pH superior a 2,00, onde o potencial alisante do ácido glioílico já não é o mesmo (Barreto *et al.*, 2021).

A Figura 15 apresenta o mecanismo de ação proposto do ácido glioílico na fibra capilar. A Figura 16 contempla imagens de microscopia eletrônica de emissão de campo após aplicações de ácido glioílico na fibra capilar. Já a Figura 17 contempla imagens de microscopia de emissão de campo após aplicações de carbocisteína e descolorações.

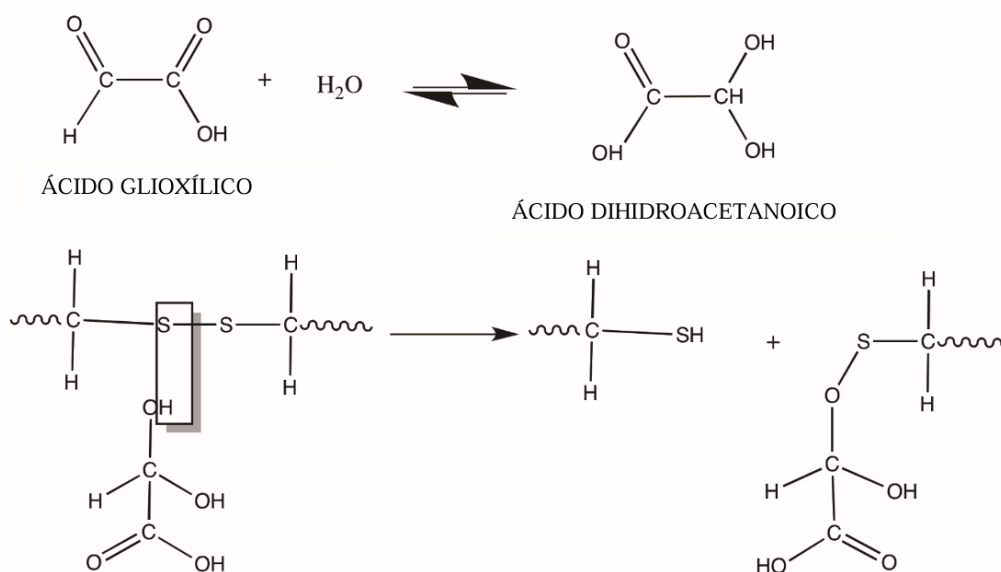


Figura 14. Mecanismo proposto para ação do ácido glioílico na fibra capilar.

Fonte: (Colenci, 2017)

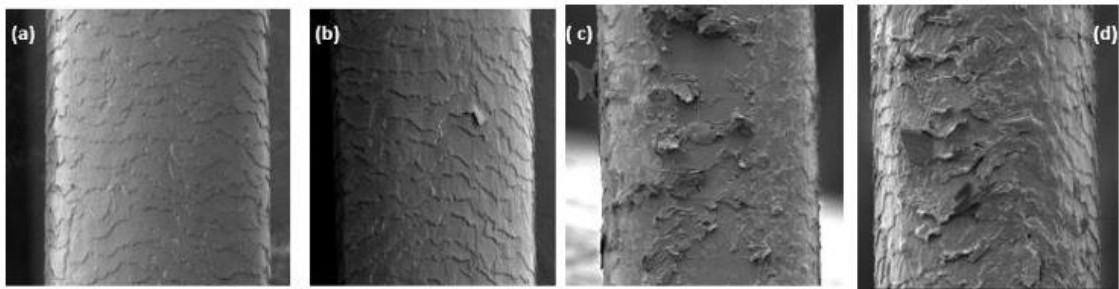


Figura 15. Imagens de microscopia eletrônica de emissão de campo com aumento de aproximadamente 2.000x: a) 3 aplicações de ácido glioixílico; b) 3 aplicações de ácido glioixílico e 1 aplicação de descolorante; c) 3 aplicações de ácido glioixílico e 3 aplicações de descolorante e; d) 3 aplicações de descolorante e 3 aplicações de ácido glioixílico.

Fonte: (Colenci, 2017)

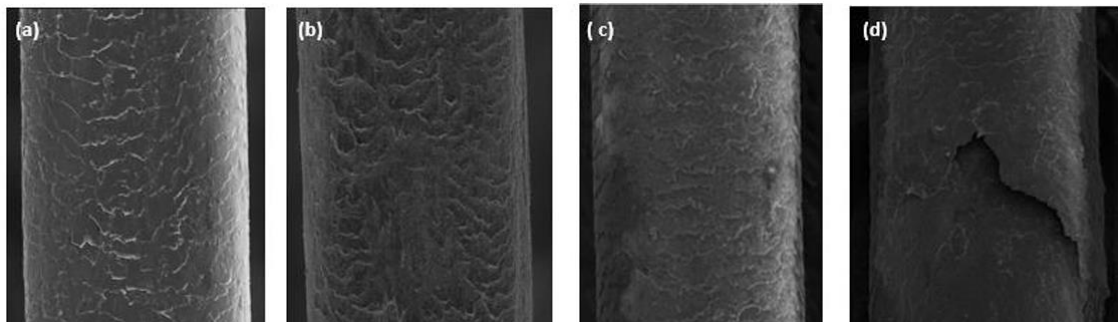


Figura 16. Imagens de microscopia eletrônica de emissão de campo: a) 3 aplicações de carbocisteína; b) 3 aplicações de carbocisteína e 1 descoloração e; c) 3 aplicações de carbocisteína e 3 descolorações e; d) 3 descolorações e 3 aplicações de carbocisteína.

Fonte: (Colenci, 2017)

É comum associar níveis de danos capilares a percentuais de ácido cisteico geralmente aumentados por processos químicos como descolorações, alisamentos,

e outros modificadores de formas e cores da fibra. Assim, torna-se importante entender a dinâmica de formação do ácido cisteico.

Formação de ácido cisteico:

O cabelo seco é composto por 90 a 95% de proteínas e pode conter até 20 aminoácidos diferentes, que podem ser identificados por processos químicos de hidrólise. Uma alteração na composição de aminoácidos indica danos ao cabelo, especialmente alterações nas quantidades de ácido cisteico (CySO₃H), cistina (CyS-SCy) e lantionina (Lan). Danos causados por agentes oxidantes (como aqueles usados durante os procedimentos de ondulações permanente ou processos clareadores) são indicados por um aumento no CySO₃H (ácido cisteico), originário de CyS-SCy oxidação forçada deste aminoácido cistina, que são subsequentemente convertidas em duas cisteínas para seguir se convertendo em ácido cisteico, indicando, assim, o aumento do processo de degradação da fibra capilar (Lima *et al.*, 2023; Quadflieg, 2003; Watanabe *et al.*, 2015; Wolfram; Lindemann, 1971). A Figura 14 mostra o processo de formação do ácido cisteico.

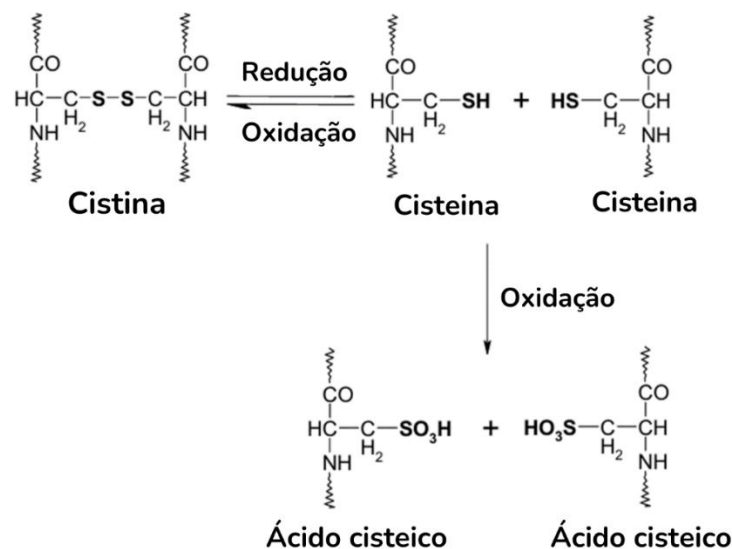


Figura 17. Formação de ácido cisteico via cisteína a partir de cistina.

Fonte: (Quadflieg, 2003)

3. OBJETIVOS

3.1. Objetivo geral

Esta pesquisa teve como objetivo estudar a eficácia de alisamento e potenciais danos de diferentes associações de ativos alisantes, em cabelo caucasiano ondulado, em comparação aos cabelos virgens e descoloridos.

3.2. Objetivos específicos

Os objetivos específicos da pesquisa foram:

- a) Preparar alisantes em base emulsionada com duas concentrações de ativo, sendo uma mais forte e uma mais branda.
- b) Analisar o teor de ativo livre.
- c) Realizar os ensaios de determinação de eficácia e danos dos ativos em mechas de cabelo caucasiano naturalmente ondulado:
 - c1) determinação de diâmetro do fio por micrômetro;
 - c2) determinação da resistência à tração por dinamômetro;
 - c3) estudo da morfologia capilar por microscopia eletrônica de varredura;
 - c4) determinação de brilho capilar por Samba Hair;
 - c5) análise térmica por termogravimetria e calorimetria exploratória diferencial;
 - c6) determinação da penetração das amostras no cabelo por microscopia de fluorescência;
 - c7) determinação da redução na quebra dos fios por máquina de ciclos térmicos.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Material

4.1.1. Matérias-primas, Solventes e Reagentes

- a) Tioglicolato de amônio – INCI: *Ammonium thioglycolate* – Lote: 81265 (Multiquim[®])
- b) Ácido tioglicólico – INCI: *Thioglycolic acid* – Lote: 81264 (Multiquim[®])
- c) Aminometil propanol – INCI: *Aminometil propanol* – Lote: AUTO026832 (Angus Chemical[®])
- d) Cisteína – INCI: *Cysteine* – Lote: 258266 (Synth[®])
- e) Hidróxido de sódio – INCI: *Sodium Hydroxide* – Lote: 257947 (Synth[®])
- f) Metabissulfito de sódio – INCI: *Sodium Metabisulfite* – Lote: 258683 (Synth[®])
- g) Hidróxido de amônio – INCI: *Ammonium Hydroxide* – Lote: 258421 (Synth[®])
- h) Lauril éter sulfato de sódio – INCI: *Sodium Lauryl Ether Sulfate* – Lote: 1780123 (Embacaps[®])
- i) pó descolorante blond extreme Grandha – número do processo na ANVISA: 25351.617259/2022-59
- j) Grandha creme oxidante OX acqua 40 volumes – número do processo na ANVISA: 25351.568673/2022-27
- k) Grandha Neutralizing Shampoo (xampu neutralizante) – número do processo na ANVISA: 25351.372516/2010-84
- l) Grandha Complex Balm Neutralizer (balm neutralizante) – número do processo na ANVISA: 25351.441716/2010-48
- m) Rodamina (ThermoFisher[®])

- n) Hidróxido de sódio 0,1N (Synth[®])
- o) Ácido clorídrico (Synth[®])
- p) Vermelho de metila (Synth[®])
- q) Solução padronizada de iodo 0,1N (Synth[®])
- r) Fenolftaleína (Synth[®])
- s) Ácido sulfúrico 1N (Synth[®])
- t) Alaranjado de metila (Synth[®])
- u) Água purificada
- v) Hidróxido de potássio 8N (Synth[®])
- w) Corante vital MTT brometo de 3-(4,5-dimetil-2-tiazolil)-2, 5-difenil-2H-tetrazólio (Merck[®])
- x) Sal de azul de formazan (Merck[®])

4.1.2. Mechas de cabelo

- a) Mechas de cabelo caucasiano virgem naturalmente ondulado, castanho-escuro, marca De Meo Brothers Inc.[®], pesando aproximadamente cerca de 3 gramas e medindo 15 ± 2 cm cada uma. Replicatas descritas no método correspondente.

4.1.3. Equipamentos e acessórios

- a) pHmetro – Modelo: PG 1800 – Gehaka[®]
- b) Balança semi-analítica – Modelo: 3400/1 – Toledo[®]
- c) Secador de cabelo profissional 220 ~240V – Modelo: AC-9096 – Remington[®]
- d) Micrômetro eletrônico – Modelo: IP54 – Mitutoyo[®]
- e) Dinamômetro Instron 4505 com célula de carga de 1,0 kgf
- f) Software Tracomp Windows TRC v61288

- g) Microscópio eletrônico de varredura (MEV) – JSM-6460LV – JEOL®
- h) Sputtering – Denton Vacuum Desk II
- i) Software Image Pro Premier – Media Cybernetics®
- j) Samba Hair – Bossa Nova Technologies®
- k) Máquina de ciclos térmicos – BLPA 100
- l) Calorímetro Diferencial de Varredura (DSC) Exstar DSC 7020 (Hitachi, Tóquio, Japão)
- m) Analisador TG/DTA Discovery TGA 5500 (TA Instruments, New Castle, EUA)
- n) Balança analítica Shimadzu® – Modelo: AUW220D
- o) Cadinho para análise de DSC: Hitachi High Tech Science Corporation (Aluminum Sealed Cover (P/N GCA – 0052) e Hitachi High Tech Science Corporation (Aluminum Sealed Pan (P/N GCA – 0052)
- p) Cadinho para análise de TG: cadinhos de platina Hitachi High-Tech Science Corporation, CSF6411 (5,2 mm de diâmetro e 5,0 mm de altura)
- q) Software TRIOS versão 5.5.1.5 – TA Instruments®.
- r) Microscópio confocal de fluorescência – Modelo: LSM 700 (Zeiss®)
- s) Viscosímetro Brookfield DV-I Prime – Modelo: Model D
- t) Spindle S63 Brookfield
- u) Câmara climática (45°C estabilidade) – Ethik – Série 48101
- v) Geladeira Cônsul (5°C estabilidade)
- w) Estufa (25°C estabilidade) Cienlab – mod ce 300/350
- x) Modelo tridimensional de epiderme reconstituída (SkinEthic™ RHE)

4.2. Métodos

4.2.1. Preparação e caracterização das amostras alisantes

Para a pesquisa foram preparados oito grupos de alisantes veiculados em sistema emulsionado variando-se o componente ativo e suas respectivas concentrações, assegurando-se o cumprimento dos requisitos regulatórios da Instrução Normativa – IN N° 124, de 24 de março de 2022 (Brasil, 2022).

4.2.1.1. Composição das amostras

Na Tabela 1 encontram-se as concentrações de ativos de cada grupo amostral utilizados no estudo, viscosidade e pH.

Tabela 1. Grupos das amostras estudadas: composição, faixa de pH e viscosidade

Grupo	Ativo (%)	Composição (INCI)
G01	Cabelo natural (virgem)	Não se aplica (controle)
G02	Pó descolorante (associação de persulfatos de amônio, sódio e potássio)	Associação de persulfatos de amônio, sódio e potássio + creme oxidante 40 volumes (12% de H ₂ O ₂)
G03	Alisante com tioglicolato de amônio 13,3%	Formulação-base (emulsão): qsp. 100% <i>Ammonium thioglycolate</i> 59%: 22,50% <i>Ammonium Hydroxide</i> 29%: 2,50% Faixa de viscosidade: 80000-120000 cPs Faixa de pH: 9,0 – 9,5
G04	Alisante com tioglicolato de amônio 9,4%	Formulação-base (emulsão): qsp. 100% <i>Ammonium thioglycolate</i> 59%: 16,00% <i>Ammonium Hydroxide</i> 29%: 1,50% Faixa de viscosidade: 80000-120000 cPs Faixa de pH: 9,0 – 9,5
G05	Alisante com tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%	Formulação-base (emulsão): qsp. 100% <i>Aminometil propanol</i> : 12,50% <i>Thioglycolic acid</i> P.A: 11,00% Faixa de viscosidade: 100000-200000 cPs Faixa de pH: 7,5 – 8,5
G06	Alisante com tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%	Formulação-base (emulsão): qsp. 100% <i>Aminometil propanol</i> : 7,90% <i>Thioglycolic acid</i> P.A: 7,50% Faixa de viscosidade: 100000-200000 cPs Faixa de pH: 7,5 – 8,5
G07	Alisante com cisteamina de sódio 5%	Formulação-base (emulsão): qsp. 100% <i>Cysteine</i> : 5,00% <i>Sodium Hydroxide</i> P.A: 4,05% <i>Sodium Metabisulfite</i> : 0,50% Faixa de viscosidade: 50000-100000 cPs Faixa de pH: 11,0 – 13,0
G08	Alisante com cisteamina de sódio 4%	Formulação-base (emulsão): qsp. 100% <i>Cysteine</i> : 4,00% <i>Sodium Hydroxide</i> P.A: 3,00% <i>Sodium Metabisulfite</i> : 0,50% Faixa de viscosidade: 200000-300000 cPs Faixa de pH: 11,0 – 13,0
G09	Alisante com tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 2%	Formulação-base (emulsão): qsp. 100% <i>Ammonium thioglycolate</i> 59%: 18,00% <i>Sodium Hydroxide</i> P.A: 2,75% <i>Thioglycolic acid</i> P.A: 2,00% Faixa de viscosidade: 100000-200000 cPs Faixa de pH: 8,5 – 9,5
G10	Alisante com tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 1%	Formulação-base (emulsão): qsp. 100% <i>Ammonium thioglycolate</i> 59%: 20,00% <i>Sodium Hydroxide</i> P.A: 2,20% <i>Thioglycolic acid</i> P.A: 1,00 Faixa de viscosidade: 45000-80000 cPs Faixa de pH: 8,5 – 9,5

Legenda: INCI = *International Nomenclature of Cosmetic Ingredients* (nomenclatura internacional de ingredientes cosméticos); qsp. = quantidade suficiente para.

4.2.1.2. Determinação do teor de ativo livre por titulação, pH e viscosidade nas amostras

O teor de ativo livre das amostras foi determinado por meio de titulação, com detecção visual do ponto de viragem. As análises foram realizadas conforme a metodologia descrita no Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos da ANVISA (2008) para os grupos G03, G04, G05, G06, G09 e G010; e a Farmacopeia Americana (United States Pharmacopeial Convention, 2023) para os grupos G07 e G08.

Para os grupos G03, G04, G05, G06, G09 e G010: utilizou-se o método de determinação de teor do ácido tioglicólico por iodometria para formulações cosméticas. Procedimento: pesou-se quantidade de amostra contendo 100-200 mg de ácido tioglicólico, para frasco de iodo de 250 mL e adicionou-se 50 mL de água destilada; acidificou-se com ácido clorídrico 0,1N, e adicionou-se 2 a 3 gotas de indicador vermelho de metila; então, titulou-se com solução padronizada de iodo 0,1N até a obtenção de coloração castanha-clara. O cálculo foi realizado de acordo com a Equação 1 (ANVISA, 2008).

$$C = \frac{V \times f_c \times 0,921}{m} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

C = concentração de ácido tioglicólico (p/p)

V = volume da solução de iodo consumida na titulação

Fc = fator de correção da solução de iodo

m = massa da amostra em gramas

Para os grupos G07 e G08: solubilizou-se a amostra (quantidade para 1,5g de hidróxido de sódio) em aproximadamente cerca de 40 mL de água. Resfriou-se a solução para temperatura ambiente e adicionou-se indicador fenolftaleína; titulou-se a mistura com ácido sulfúrico a 1N até a obtenção de coloração rósea. Cada 1 mL de ácido sulfúrico corresponde a 40,00 mg de NaOH.

O pH das amostras G03 a G10 foi determinado utilizando-se pHmetro PG 1800 (Gehaka®) com eletrodo de medida direta, de acordo com a metodologia descrita na Farmacopeia brasileira (ANVISA, 2019).

A viscosidade dos grupos de alisantes foi avaliada a 25°C, 24 horas após a preparação das amostras, utilizando viscosímetro Brookfield, equipado com Spindle Brookfield S63. A velocidade de rotação variou entre os tratamentos de acordo com a respectiva viscosidade.

4.2.1.3. Avaliação da Estabilidade

Todos os grupos amostrais (G03 a G10) foram submetidos ao Estudo de Estabilidade Acelerada durante 120 dias, no Laboratório Atena, de acordo com o Guia da ANVISA e de modo a atender a legislação vigente para produtos cosméticos (ANVISA, 2004).

Para as análises, as amostras foram manipuladas e transferidas para frascos de vidro neutro devidamente identificados, com tamanho padronizado, transparente e com tampa. Estas, então, foram acondicionados em condições ambientais padronizadas (temperatura ambiente, estufa e geladeira) para a condução das avaliações de estabilidade.

As amostras foram avaliadas quanto às características organolépticas (cor, odor e aspecto), pH e teor percentual de ativo alisante nos seguintes tempos

experimentais: t_0 (inicial), $t_{30\pm 2}$ (após 28 a 32 dias), $t_{60\pm 2}$ (após 58 a 62 dias), $t_{90\pm 2}$ (após 88 a 92 dias), e $t_{120\pm 2}$ (após 118 a 122 dias). As condições ambientais a que os produtos foram submetidos são: temperatura ambiente ($25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$), geladeira ($5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) e estufa ($45^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$).

As avaliações realizadas para cada amostra e os critérios de avaliação estão listados na Tabela 2.

Tabela 2. Condições ambientais, análises realizadas e critérios de avaliação referentes ao Estudo de Estabilidade Acelerada

Parâmetros avaliados		Condições ambientais			Critérios de avaliação
		T. Ambiente ($25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)	Geladeira ($5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)	Estufa ($45^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)	
Características organolépticas	Cor	X	X	X	A = sem modificação B = leve modificação C = modificação aceitável D = Modificação inaceitável E = Modificação total (irreconhecível) X = não aplicável NT = não avaliado
	Odor	X	X	X	
	Aspecto	X	X	X	
Valor de pH		X	X	X	Escrever valor e verificar se está dentro do critério de aceite
Teor de ativo alisante		X	X	X	

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico. T. = temperatura. O "X" representa as avaliações realizadas.
 Fonte: Autoria própria.

4.2.1.4. Avaliação da Corrosividade (corrosão dérmica *in vitro*)

As amostras alisantes de maior intensidade de força foram submetidas à avaliação da corrosividade, conforme determinado na Resolução RDC 409/2020, nos Laboratórios Ecolyzer. Para os demais, foi adotada análise de similaridade, conforme previsto no Guia de Avaliação de Segurança de Produtos Cosméticos da

ANVISA (2012). Este ensaio é obrigatório para atender à legislação vigente referente à categoria de produtos cosméticos alisantes capilares.

O estudo foi conduzido conforme a metodologia OECD 431 de 2019 (OECD, 2019), em modelo tridimensional de epiderme reconstituída (SkinEthic™ RHE). Este modelo é constituído por queratinócitos epidérmicos não transformados, cultivados para formação de modelo de epiderme humana em multicamadas. O método de ensaio baseia-se na premissa de que produtos corrosivos penetram no estrato córneo por difusão ou erosão e são citotóxicas para as células adjacentes.

No ensaio, as amostras foram aplicadas puras (tal e qual) na epiderme humana reconstituída, em comparação aos controlos (1) água purificada e (2) KOH 8N (CAS 1310-58-3) – este último foi utilizado como controle positivo. As aplicações foram realizadas em duplicata, com tempos de exposição de 03 e 60 minutos. A viabilidade celular foi determinada por conversão enzimática do corante MTT brometo de 3-(4,5-dimetil-2-tiazolil)-2, 5-difenil-2H- tetrazólio em sal de azul de formazan (OECD, 2019).

Segundo a metodologia, para ser considerado como “não corrosivo” (aprovado no ensaio), a amostra deve possuir viabilidade tecidual média maior ou igual a 50% após 3 min de exposição e maior ou igual a 15% após 60 min de exposição (OECD, 2019).

4.2.2. Grupos experimentais

Os tratamentos e controlos foram divididos em um total de dez grupos (G01 a G10), identificados como segue. Os tratamentos estão detalhadamente descritos no item 4.2.4.

- a) Grupo 01 (G01) – mechas virgens (controle)
- b) Grupo 02 (G02) – mechas descoloridas com pó descolorante e água oxigenada 40 volumes (controle positivo)
- c) Grupo 03 (G03) – mechas alisadas com tioglicolato de amônio 13,3%
- d) Grupo 04 (G04) – mechas alisadas com tioglicolato de amônio 9,4%
- e) Grupo 05 (G05) – mechas alisadas com tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%
- f) Grupo 06 (G06) – mechas alisadas com tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%
- g) Grupo 07 (G07) – mechas alisadas com cisteamina de sódio 5%
- h) Grupo 08 (G08) – mechas alisadas com cisteamina de sódio 4%
- i) Grupo 09 (G09) – mechas alisadas com associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%
- j) Grupo 10 (G10) – mechas alisadas com associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%

4.2.3. Seleção e preparo das mechas de cabelo para estudos de eficácia

Foram selecionadas mechas de cabelo caucasiano virgem natural ondulado (considerados resistentes), pesando aproximadamente cerca de 3 gramas e medindo 15 ± 2 cm cada uma. As mechas apresentavam uma das extremidades coladas, na região da raiz. As mechas foram devidamente identificadas de acordo com o grupo de tratamento (G01 a G10), por meio de etiqueta e caneta marcadora resistentes à lavagem dos cabelos.

4.2.4. Forma padronizada de aplicação das amostras nas mechas de cabelo

As amostras de cada grupo de tratamento foram aplicadas de forma padronizada nas mechas de cabelo, conforme procedimentos descritos abaixo, antes da realização dos ensaios:

a) Grupo G01: Mechas virgens

- Pré-lavagem: Foi realizada lavagem com solução de lauril éter sulfato de sódio 10% a 0,5ml/g, massageado por 1 min e enxaguado totalmente. Os cabelos foram secos à quente com secador a 15 cm de distância, até a secagem total dos fios.

b) Grupo G02: mechas descoloridas

- As mechas foram pré-lavadas conforme G01.
- Tratamento: Em um recipiente não metálico, foi misturada 1 medida de pó descolorante para 2 medidas do creme oxidante 40V até obter um creme homogêneo. A mistura foi aplicada nas mechas de cabelo até recobri-las totalmente e permaneceu em contato por 60 minutos. Após, as mechas foram lavadas em água corrente até remoção completa, e secas com secador a quente a 15 cm de distância, até secagem total.

• Grupos G03 a G10: mechas tratadas com as amostras (alisadas)

- As mechas foram pré-lavadas conforme G01.
- Passo 1: Foi aplicada quantidade suficiente da amostra para recobrir toda a mecha, permanecendo em contato por 60 min. Após este período, as mechas foram enxaguadas totalmente com água corrente morna.

- Passo 2: Foi aplicado o xampu neutralizante nos cabelos ainda molhados (0,5 ml/g), massageando até obter espuma. Após 5 min de contato, os cabelos foram enxaguados por 1 min. O processo do passo 2 foi repetido mais uma vez.
- Passo 3: O neutralizante Complex Balm Neutralizer (0,5 ml/g) foi aplicado nos cabelos ainda molhados, massageando por 1 min. Após 15 min de contato em repouso, os cabelos foram totalmente enxaguados.
- Ao final, as mechas foram secas com secador a quente, a 15 cm de distância, até secagem total.

4.2.5. Avaliação da Eficácia dos Grupos de Tratamento

4.2.5.1. Avaliação do Diâmetro do fio de cabelo

Prepararam-se três mechas para cada grupo de tratamento conforme procedimento descrito no item 4.2.4. Destas, selecionaram-se 100 fios de cabelo no total, para a medida de diâmetro do fio com auxílio de micrômetro eletrônico Mitutoyo® - Modelo IP54 (Figura 18). Os diâmetros dos fios de cada grupo de tratamento foram comparados para verificar o potencial de oscilação, permitindo estabelecer correlação com o nível de interferência química das fórmulas propostas e suas concentrações (Martins Junior, 2015).



Figura 18. Micrômetro Eletrônico Mitutoyo® Modelo IP54

Além disso, o diâmetro do fio tende a ter correlação direta com a resistência mecânica deste, sendo diretamente proporcional, ou seja, quanto maior o diâmetro, maior tende a ser a resistência à tração (resistência mecânica) do fio, denotando maior força.

4.2.5.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para cada grupo de tratamento foi preparada uma mecha de cabelo, conforme procedimento descrito no item 4.2.4.

As mechas foram submetidas à análise de MEV utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura JSM-6460LV (Jeol®), para determinação dos danos à superfície da haste capilar. A MEV é capaz de gerar imagens com alta magnitude de ampliação, permitindo avaliação morfológica da fibra capilar (Velasco *et al.*, 2009).

Para tanto, 3 fios de cada mecha foram selecionados e cortados com tesoura em sua porção central. Os fios foram transferidos para fita dupla face de carbono com auxílio de pinça de precisão, a qual foi colada sobre o porta-amostras do MEV. Então, os fios foram devidamente codificados de acordo com cada um dos grupos de tratamento.

O porta-amostras contendo os fios foi submetido ao procedimento de recobrimento com ouro no equipamento *Sputtering* para melhorar a condutividade

dos elétrons (Figura 19). Então, o porta-amostras foi inserido no MEV para obtenção das imagens da superfície da fibra capilar. Foram obtidas 3 imagens de cada fio de cabelo com aumento de 1000x, totalizando 9 imagens por tratamento. As imagens foram obtidas já de maneira alinhada (sentido raiz-ponta com a lateral do fio em ângulo de 90° em relação à base da imagem), para melhorar o processo de análise das imagens, que foi realizado posteriormente.

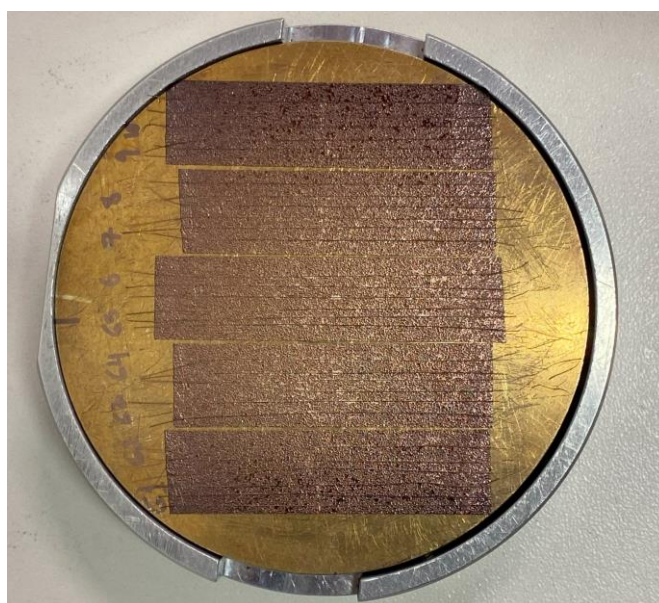


Figura 19. Porta-amostra com os fios de cabelo de cada grupo recobertos com ouro

4.2.5.2.1. Análise das Imagens de MEV por Image Pro Premier

Dentre as 9 imagens obtidas por grupo, uma foi selecionada para realizar a análise quantitativa de dano cuticular por meio de análise de imagem empregando-se o programa Image Pro Premier (Media Cybernetics®).

As imagens foram processadas no programa Image Pro Premier (Media Cybernetics®), no Laboratório do Grupo IPclin® (Instituto de Pesquisa Clínica Integrada Ltda.), do seguinte modo: (1) conversão da imagem obtida para

monocromática de modo a reduzir interferências; (2) tratamento da imagem por meio da aplicação de sistemas de filtros para reduzir ruídos da imagem e salientar os contornos das cutículas; (3) seleção da região de interesse; (4) aplicação da ferramenta de contagem para determinação da área percentual da sombra cuticular (Pixels²). A área percentual determinada na análise corresponde à área acometida com dano, em relação à área total da região de interesse (ROI) selecionada na imagem de microscopia. O dano é caracterizado pela abertura das bordas das células cuticulares promovida pela alteração na morfologia. (Martins Junior, 2015).

Essa análise permite avaliar o nível de dano na superfície das amostras de cabelo por avaliação dos resultados da somatória de área ocupada pelas aberturas das bordas das células cuticulares, promovida pela alteração morfológica pós procedimentos químicos, simulando ainda o potencial de contração e reorganização da estrutura capilar, indiretamente determinando o nível de danos de cada amostra e respectiva condição de teste (Martins Junior, 2015).

Um exemplo da imagem no programa Image Pro Premier[®] tratada consta na Figura 20 abaixo.

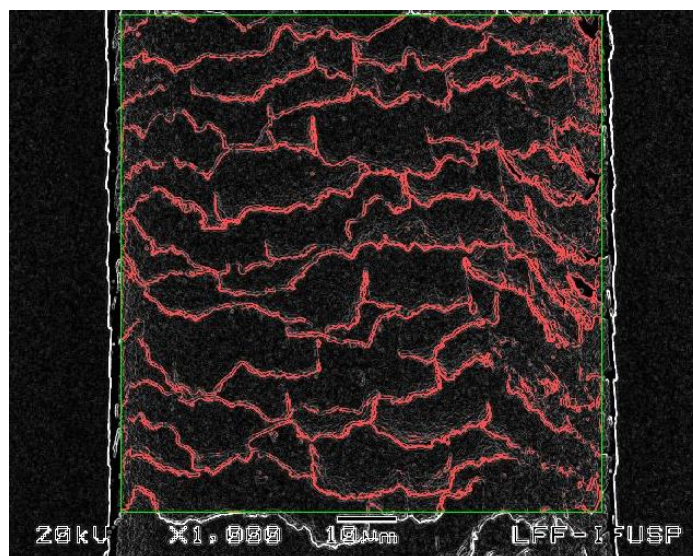


Figura 20. Imagem de MEV após análise pelo programa Image Pro Premier[®]

4.2.5.3. Análise Térmica

Foi realizada análise térmica dos fios de cabelo por técnicas de Termogravimetria / Termogravimetria Derivada (TG/DTG) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), no laboratório DEINFAR da Universidade de São Paulo (Laboratório de Desenvolvimento e Inovação Farmacotécnica). Seções centrais dos fios de cabelo previamente tratado de cada grupo experimental foram cortados em fragmentos com cerca de 2 mm de comprimento e armazenados em condições ambientes antes da realização das análises.

4.2.5.3.1. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A análise de DSC a seco foi realizada por meio do equipamento Calorímetro Diferencial de Varredura Exstar DSC 7020 (Hitachi, Tóquio, Japão), com rampa de aquecimento de 25 a 300°C e taxa de aquecimento de 10°C/min.

Para tanto, as mechas de cabelo tratadas foram cortadas em pequenos pedaços com auxílio de tesoura, pesadas em balança analítica (Shimadzu AUW220D) e transferidas para cadinhos "pin hole" de alumínio (parcialmente fechados – não herméticos), utilizando-se massas de cerca de 2 mg. Como atmosfera dinâmica inerte, utilizou-se nitrogênio a um fluxo de 50 mL/min (LIMA, 2016). Ao final, os registros dos dados e a análise dos eventos térmicos, foram realizados no programa TRIOS versão 5.5.1.5 (TA Instruments).

A finalidade da análise de DSC a seco (cadinho não hermético sem água) foi a determinação dos parâmetros de desidratação capilar (perda de água) e denaturação das cadeias de alfa-hélice. É válido ressaltar que neste método (a seco) a pirólise ocorre simultaneamente a pirólise de estruturas da fibra capilar (Lima, 2016).

4.2.5.3.2. Termogravimetria / Termogravimetria Derivada (TG/DTG)

As análises de termogravimetria (TG) e análise térmica diferencial (DTA) foram realizadas com o equipamento analisador TG/DTA Discovery TGA 5500 (TA Instruments, New Castle, EUA), com rampa de aquecimento de 25 a 500°C e taxa de aquecimento de 10°C/min.

Para tanto, as mechas de cabelo tratadas foram cortadas em pequenos pedaços com auxílio de tesoura, pesadas em balança analítica (Shimadzu AUW220D) e transferidas para cadinhos herméticos de platina, utilizando-se massas entre 2 e 5 mg. Como atmosfera dinâmica inerte, utilizou-se nitrogênio a um fluxo de 100 mL/min (LIMA, 2016). Ao final, os registros dos dados e a análise dos eventos térmicos, foram realizados no programa TRIOS versão 5.5.1.5 (TA Instruments).

O equipamento foi previamente calibrado quanto à temperatura utilizando padrão de Níquel (ponto de Curie de 358,0 °C) e verificado em função da perda de massa apresentada por amostra de oxalato de cálcio.

4.2.5.4. Avaliação da Queda por Quebra do fio de cabelo

As mechas de cabelo tratadas (triplicata) foram inseridas em máquina de ciclos térmicos (Figura 21) e submetidas a 1500 passagens de escova com secador a quente, divididas em 3 ciclos de 500 passagens. As condições de ensaio foram padronizadas quanto à velocidade das escovas, distância e temperatura do secador de cabelos. Este ensaio tem como objetivo simular a escovação realizada por cabeleireiros e verificar a queda de fios decorrente de quebra na haste.

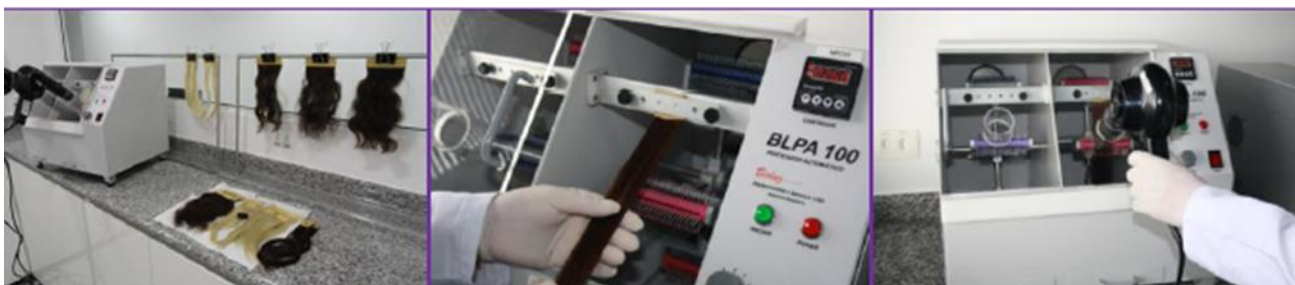


Figura 21. Máquina de ciclos térmicos

Ao término de cada ciclo de escovação automática, os fios quebrados foram contabilizados manualmente para cada mecha, sendo eles: (1) fios que caíram nas gavetas coletoras do equipamento; (2) fios que ficaram retidos nas escovas do carrossel. Então, verificou-se o número total de fios quebrados somando-se as três mechas de cada tratamento, e a média aritmética de número de fios entre as três mechas da triplicata.

Ao final, os dez grupos de tratamento foram comparados estatisticamente para avaliar a diferença na queda decorrente de quebra.

4.2.5.5. Análise da Resistência à Tração dos Fios

Foram coletados 30 fios de cabelo por grupo para análise da resistência à tração.

Para avaliar comparativamente a resistência mecânica dos cabelos submetidos a cada tratamento, utilizou-se o equipamento Instron 4505 com acessório para avaliação de resistência à tração acoplado (*tensile grips*), e célula de carga de 1,0 kgf. As garras foram posicionadas a 5 cm de distância, e a velocidade de tração foi estabelecida em 50 mm/min. O software utilizado para a obtenção dos dados foi o Tracomp Windows TRC v61288 (Martins Junior, 2015).

Ao longo da análise, cada fio foi devidamente preso entre as garras, sendo a tração aplicada de maneira padronizada e controlada pelo equipamento. A tensão foi aplicada até a ruptura do fio. Após a análise, os dados de alongamento máximo e força máxima foram coletados por fio de cabelo para cada tratamento, e foram comparados estatisticamente entre os grupos.

4.2.5.6. Avaliação dos Fios por Microscopia de Fluorescência

A microscopia confocal de fluorescência foi utilizada para detecção de fluorescência nos cabelos previamente tratados com os produtos investigacionais adicionados de marcador rodamina, com intuito de analisar a permeação de partículas de ingredientes cosméticos no interior da fibra capilar.

Os grupos G03 a G10 foram avaliados em dois subgrupos:

- “Virgem”: mechas virgens tratadas com as amostras alisantes impregnadas com marcador rodamina;
- “Descolorida”: mechas previamente descoloridas (conforme procedimento descrito para o G02 no item 4.2.4) tratadas as amostras alisantes impregnadas com marcador rodamina.

Os subgrupos (“virgem” e “descolorido”) foram, então, tratados conforme descrito no item 4.2.4 antes das análises de microscopia. Durante o ensaio, as mechas foram acondicionadas e mantidas em ambiente padronizado a $50 \pm 5\%$ de umidade relativa e $21 \pm 2^\circ\text{C}$.

Para as análises de microscopia, selecionaram-se 30 fios de cabelo de cada grupo e subgrupo de tratamento com 10 cm de comprimento. Os fios foram submetidos a cortes transversais com auxílio de navalha, e os cortes foram

posicionados em lâminas para introdução no microscópio confocal de fluorescência LSM 700 (Zeiss®).

4.2.5.7. Avaliação do Brilho Capilar por meio de equipamento

Samba Hair

O equipamento Samba Hair (Bossa Nova Technologies®) é um dispositivo exclusivo e robusto para a avaliação do brilho capilar em cabelos lisos, tanto *in vitro* quanto *in vivo*, sendo amplamente difundido na indústria cosmética para avaliar a eficácia frente ao brilho de formulações cosméticas capilares.

Trata-se de um sistema pronto para uso que inclui uma cabeça do sensor de imagem, um invólucro *in vitro* com um cilindro deslizante, bem como um computador com software dedicado e fácil de usar. As amostras de cabelo são posicionadas em uma montagem cilíndrica que desliza para dentro do instrumento (Figura 22). O Samba Hair utiliza luz polarizada para obter duas imagens: uma imagem pura - direta e uma imagem difusa, permitindo assim calcular um índice de brilho (denominado “*Luster*”) (Bossa Nova Vision, 2023).

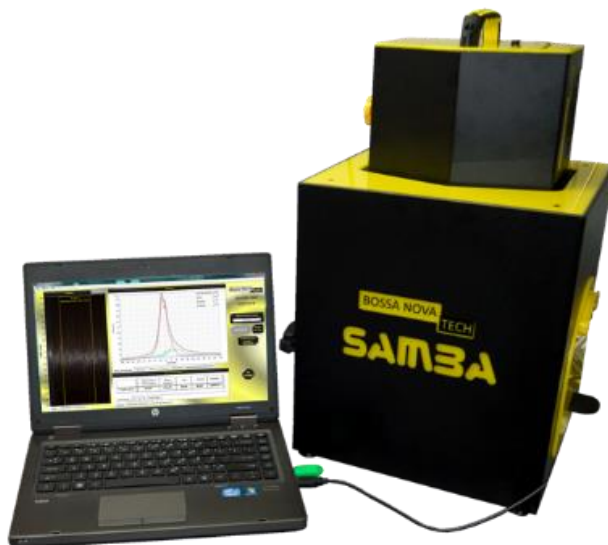


Figura 22. Equipamento Samba Hair para avaliação de brilho capilar

Fonte: <https://www.bossanovavision.com/homepage/cosmetic-testing/samba-hair/>

Cada grupo foi submetido à análise em triplicata (3 mechas por grupo), com 10 pontos de leitura por mecha, o que totalizou um “n” de 30 por grupo (G01 a G10). As mechas de cabelo naturalmente ondulado pesando 3 gramas e medindo 15 cm de comprimento selecionadas para essa análise foram previamente identificadas e preparadas conforme o procedimento descrito no item 4.2.4, antes de efetuar as medidas de brilho. Durante a execução das medidas, as mechas foram mantidas em condições ambientais controladas, à temperatura de $22 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa do ar de $55 \pm 5\%$.

A avaliação de brilho capilar por Samba Hair® foi realizada utilizando as propriedades de polarização da luz com uma câmera polarimétrica, permitindo analisar separadamente a luz difusa (que se dispersa no cabelo e traz a informação de cor), e a luz especular (a qual reflete o brilho capilar). Os valores de brilho dados pelo equipamento são calculados conforme a Equação 2 abaixo (Bossa Nova Vision, 2023):

$$L_{BNT} = 100 \times \frac{S_{in}}{(D+S_{out})} \times \frac{1}{W_{visual}} \quad \text{Equação 2}$$

Onde:

L_{BNT} = Bossa Nova Technologies Luster (valor de brilho capilar)

S_{in} = valor do perfil especular na distribuição de luz central

S_{out} = valor do perfil especular para ângulo extremo

D = valor integral do perfil difuso

W_{visual} = largura média da faixa de brilho

4.2.6. Análise estatística dos dados obtidos

Os dados foram estatisticamente avaliados por análise de variância (ANOVA) com pós-teste de Tukey e intervalo de confiança de 95%, para comparação dos diferentes grupos de tratamento utilizando-se o programa Minitab versão 19.0.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Desenvolvimento e Caracterização das amostras contendo os ativos

5.1.1. Composição das amostras

No presente trabalho foram desenvolvidas oito amostras contendo alisantes tioglicolato de amônio, tioglicolato de amino metilpropanol, cisteamina de sódio, e tioglicolato de amônio associado ao tioglicolato de sódio, em veículo emulsionado, selecionados em acordo com a RDC 409 de 2020 da ANVISA.

As formulações testadas foram selecionadas pela aplicabilidade e eficiência do potencial de oxiredução em diferentes condições de concentrações e faixas de pH, levando em consideração as associações poliméricas aplicadas à formulação base de cada fórmula, uma informação protegida pela propriedade intelectual das patentes em questão (tioglicolato de amino metilpropanol e da cisteamina de sódio).

A pesquisa estabeleceu inicialmente duas referências comparativas para o processo de avaliação dos resultados de cada Grupo alisante, além da própria comparação entre os grupos; as mechas de cabelo natural do tipo 2, de ondulação forte e marcada, referenciadas pelo Grupo G01 e as mechas descoloridas a 40 Volumes (12% de H_2O_2) por 60 minutos de exposição, referenciadas pelo Grupo G02, conforme o procedimento já descrito anteriormente.

Os Grupos G03 e G04 referenciam os resultados do tioglicolato de amônio, o ativo oxiredutor mais antigo (1932) e estudado desta classe de alisantes (Frangie *et al*, 2012). O tioglicolato de amônio tem sido estudado quanto ao potencial de melhorias organolépticas e principalmente quanto ao desempenho quando associado a polímeros controladores da reologia das emulsões carreadoras, com o propósito de interferir na viscosidade e por consequências controlar a cinética de liberação do ácido tioglicólico para a redução das pontes de enxofre. Novos

protocolos de neutralização e tratamento pós-processo químico também têm gerado a oportunidade de resultados mais satisfatórios e seguros. Sua faixa de pH intermediária, entre 8,5 e 9,5, também possibilita algumas combinações com colorações permanentes e demi-permanente, uma vantagem técnica e mercadológica para este ativo (Robbins, 2012).

Os Grupos G05 e G06 referenciam os resultados do tioglicolato de amino metilpropanol, um oxiredutor de baixa intensidade, de nova geração, resultado de uma associação ácido – base, entre o ácido tioglicólico e o dilatador (agente alcalino) amino metilpropanol. Este ativo vigora como opção no mercado brasileiro e europeu desde 2013 (Martins Junior, 2015), protegido por patente brasileira intitulada “carta patente Nº BR 102013017342-8 - composto químico útil para redução progressiva do volume de cabelos, processo de obtenção de composto químico útil para redução progressiva do volume de cabelos, formulação de produto redutor de volume para os cabelos” (Martins Junior, 2013), foi criado como opção à cabelos mais fragilizados, finos e/ou já processado por outros componentes anteriormente a ele. Apresentado como opção a cabelos sensíveis para o mercado profissional de beleza, pode apresentar bons resultados em situações que exigem maior gestão de risco por parte do profissional cabeleireiro. Atua em faixas de pH entre 7,5 e 8,5, oferecendo maior condição de níveis de tolerância aos processos de transição capilar (Frangie *et al*, 2012).

Os Grupos G07 e G08 referenciam os resultados da cisteamina de sódio, considerada uma opção de oxiredução parcial com reações secundárias de lantionização, com reações comprovadamente eficientes e protegidas por patente. Esta formulação atua de forma híbrida, promovendo mudanças leves e parciais na estrutura preliminar do paracórtex e mudanças majoritárias na estrutura externa das

camadas das cutículas. É, também, citada a partir das reações de redução da L-cisteína. (Frangie *et al*, 2012). A L-cisteína possui potencial de redução das pontes de enxofre notavelmente menor do que o ácido tioglicólico, por isso é sugerido aqui, associado em reação com o hidróxido de sódio, promovendo a formação da cisteamina de sódio, que atua em faixa de pH entre 11,0 e 13,00 (Robbins, 2012).

Os Grupos G09 e G10 referenciam os resultados da associação do tioglicolato de amônio, potencializado com tioglicolato de sódio, em percentuais de 2% e 1% respectivamente. A intensão desta associação propõe um aumento do potencial alisante dado pela presença do tioglicolato de sódio, um ativo comumente usado para a formulação de depilatórios que vem sendo proposto em muitas pesquisas nos últimos anos para associações que possam auxiliar processos alisantes de cabelos mais resistentes (Leonardi; Elias, 2015).

5.1.2. Determinação do teor de ativo livre por titulação, pH e viscosidade

A categoria de produtos cosméticos alisantes tem passado recentemente por atualizações regulatórias, levando a exigências de novos ensaios de caracterização para possibilitar seu registro junto aos órgãos regulatórios. Segundo a RDC 409 de 2020 da ANVISA, no artigo 7º da sessão III temos que: “No processo de registro de produtos de que trata esta Resolução devem constar: I – certificado de análise com o(s) teor(es) do(s) ingrediente(s) ativo(s) e pH do lote da amostra do produto acabado submetida aos testes de segurança e eficácia [...]”.

A fim de atender a tais requisitos, para as oito formulações com alisantes inovadores desenvolvidas no presente trabalho (G03 a G10), foram avaliados os parâmetros de: (1) teor de ativo livre por meio de ensaio de titulação; (2) potencial

hidrogeniônico (pH) por pHmetria com eletrodo de medida direta. Os resultados obtidos estão descritos na Tabela 3.

Tabela 3. Resultados de teor de ativos e pH obtidos para as formulações alisantes

Grupo	Ativo	Teor de ativo (%)	Ativo determinado na análise de teor	Valor de pH	Faixa de pH (especificação)
G03	Tioglicolato de amônio 13,3%	10,90	Ácido tioglicólico	9,32	9,0 – 9,5
G04	Tioglicolato de amônio 9,4%	8,54	Ácido tioglicólico	9,23	9,0 – 9,5
G05	Tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%	10,76	Ácido tioglicólico	8,44	7,5 – 8,5
G06	Tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%	7,65	Ácido tioglicólico	7,84	7,5 – 8,5
G07	Cisteamina de sódio 5%	1,66	Hidróxido de sódio	12,71	11 – 13
G08	Cisteamina de sódio 4%	1,03	Hidróxido de sódio	11,27	11 – 13
G09	Tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 2%	10,90	Ácido tioglicólico	8,80	8,5 – 9,5
G10	Tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 1%	10,11	Ácido tioglicólico	9,00	8,5 – 9,5

Fonte: Autoria própria.

A avaliação de viscosidade com uso de equipamento viscosímetro, por sua vez, foi realizada em decorrência de sua importância relacionada à dinâmica de permeação e eficácia do ativo alisante na fibra capilar (Martins Junior, 2015). Os resultados obtidos de viscosidade, bem como as condições de análise por grupo de tratamento (tipo de *spindle* e velocidade de rotação) e a faixa determinada de aceite constam na Tabela 4. Todos os produtos avaliados obtiveram valores de viscosidade dentro da faixa de aceite estabelecida.

Tabela 4. Resultados de viscosidade obtidos para as formulações alisantes

Grupo	Ativo	Spindle	Rotação (rpm)	Faixa de viscosidade (cPs)	Valor obtido (cPs)
G03	Tioglicolato de amônio 13,3%	S63	0,6	80000-120000	95180
G04	Tioglicolato de amônio 9,4%	S63	1,0	80000-120000	112000
G05	Tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%	S63	0,6	100000-200000	118000
G06	Tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%	S63	0,6	100000-200000	174000
G07	Cisteamina de sódio 5%	S63	1,5	50000-100000	60707
G08	Cisteamina de sódio 4%	S63	0,3	200000-300000	250000
G09	Tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 2%	S63	6,0	100000-200000	12157
G10	Tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 1%	S63	1,5	45000-80000	51269

Fonte: Autoria própria.

5.1.3. Avaliação da estabilidade

Todas as amostras (G03 a G10) foram submetidas ao Estudo de Estabilidade Acelerada durante 120 dias, de acordo com o Guia da ANVISA (2004) e de modo a atender a legislação vigente para produtos cosméticos. Os resultados obtidos estão descritos nas Tabelas 5 até 12 a seguir.

Tabela 5. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G03 (tioglicolato de amonio 13,3%)

Produto	Condições ambientais	Parâmetros avaliados	Tempo Experimental				
			t0	t30±2	t60±2	t90±2	t120±2
G03	Temperatura ambiente (25°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,32	9,29	9,32	9,37	9,37
		Teor (%)	10,90	10,71	10,22	10,19	9,95
	Geladeira (5°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,32	9,32	9,35	9,37	9,40
		Teor (%)	10,90	10,67	10,27	9,58	10,49
	Estufa (45°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,32	9,34	9,36	9,37	9,48
		Teor (%)	10,90	10,87	10,27	9,13	10,49

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico; teor = referente à determinação do teor do ativo alisante. Tempos experimentais: t0 = avaliação inicial; t30±2 = avaliação após 28 a 32 dias; t60±2 = avaliação após 58 a 62 dias; t90±2 = avaliação após 88 a 92 dias; e t120±2 = avaliação após 118 a 122 dias. Critérios de avaliação para características organolépticas (cor, odor e aspecto): A = sem modificação; B = leve modificação; C = modificação aceitável; D = Modificação inaceitável; E = Modificação total (irreconhecível); X = não aplicável; NT = não avaliado.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 6. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G04 (tioglicolato de amonio 9,4%)

Produto	Condições ambientais	Parâmetros avaliados	Tempo Experimental				
			t0	t30±2	t60±2	t90±2	t120±2
G04	Temperatura ambiente (25°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,23	9,12	9,19	9,44	9,44
		Teor (%)	8,54	8,21	7,98	8,21	8,26
	Geladeira (5°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,23	9,13	9,18	9,53	9,46
		Teor (%)	8,54	8,43	8,43	7,98	8,21
	Estufa (45°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,23	9,17	9,19	9,43	9,42
		Teor (%)	8,54	8,43	8,21	7,75	8,06

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico; teor = referente à determinação do teor do ativo alisante. Tempos experimentais: t0 = avaliação inicial; t30±2 = avaliação após 28 a 32 dias; t60±2 = avaliação após 58 a 62 dias; t90±2 = avaliação após 88 a 92 dias; e t120±2 = avaliação após 118 a 122 dias. Critérios de avaliação para características organolépticas (cor, odor e aspecto): A = sem modificação; B = leve modificação; C = modificação aceitável; D = Modificação inaceitável; E = Modificação total (irreconhecível); X = não aplicável; NT = não avaliado.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 7. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G05 (tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%)

Produto	Condições ambientais	Parâmetros avaliados	Tempo Experimental				
			t0	t30±2	t60±2	t90±2	t120±2
G05	Temperatura ambiente (25°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	8,44	8,42	8,40	8,44	8,46
		Teor (%)	10,76	10,49	10,72	10,04	9,58
	Geladeira (5°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	8,44	8,40	8,40	8,44	8,46
		Teor (%)	10,76	10,49	10,72	9,58	10,04
	Estufa (45°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	8,44	8,32	8,32	8,47	8,53
		Teor (%)	10,76	10,90	10,72	9,13	9,58

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico; teor = referente à determinação do teor do ativo alisante. Tempos experimentais: t0 = avaliação inicial; t30±2 = avaliação após 28 a 32 dias; t60±2 = avaliação após 58 a 62 dias; t90±2 = avaliação após 88 a 92 dias; e t120±2 = avaliação após 118 a 122 dias. Critérios de avaliação para características organolépticas (cor, odor e aspecto): A = sem modificação; B = leve modificação; C = modificação aceitável; D = Modificação inaceitável; E = Modificação total (irreconhecível); X = não aplicável; NT = não avaliado.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 8. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G06 (tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%)

Produto	Condições ambientais	Parâmetros avaliados	Tempo Experimental				
			t0	t30±2	t60±2	t90±2	t120±2
G06	Temperatura ambiente (25°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	7,84	7,86	8,05	8,08	8,09
		Teor (%)	7,65	7,52	7,75	7,29	7,75
	Geladeira (5°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	7,84	7,91	8,05	8,21	8,11
		Teor (%)	7,65	7,20	7,29	7,75	8,01
	Estufa (45°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	7,84	7,88	8,05	8,22	8,15
		Teor (%)	7,65	7,29	7,98	7,98	7,75

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico; teor = referente à determinação do teor do ativo alisante. Tempos experimentais: t0 = avaliação inicial; t30±2 = avaliação após 28 a 32 dias; t60±2 = avaliação após 58 a 62 dias; t90±2 = avaliação após 88 a 92 dias; e t120±2 = avaliação após 118 a 122 dias. Critérios de avaliação para características organolépticas (cor, odor e aspecto): A = sem modificação; B = leve modificação; C = modificação aceitável; D = Modificação inaceitável; E = Modificação total (irreconhecível); X = não aplicável; NT = não avaliado.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 9. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G07 (cisteamina de sódio 5%)

Produto	Condições ambientais	Parâmetros avaliados	Tempo Experimental				
			t0	t30±2	t60±2	t90±2	t120±2
G07	Temperatura ambiente (25°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	12,71	12,54	12,54	12,97	12,92
		Teor (%)	1,66	1,54	1,66	1,66	1,66
	Geladeira (5°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	12,71	12,45	12,54	12,98	12,94
		Teor (%)	1,66	1,65	1,66	1,66	1,54
	Estufa (45°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	B	C
		pH	12,71	12,57	12,54	12,77	12,38
		Teor (%)	1,66	1,54	1,54	1,62	1,54

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico; teor = referente à determinação do teor do ativo alisante. Tempos experimentais: t0 = avaliação inicial; t30±2 = avaliação após 28 a 32 dias; t60±2 = avaliação após 58 a 62 dias; t90±2 = avaliação após 88 a 92 dias; e t120±2 = avaliação após 118 a 122 dias. Critérios de avaliação para características organolépticas (cor, odor e aspecto): A = sem modificação; B = leve modificação; C = modificação aceitável; D = Modificação inaceitável; E = Modificação total (irreconhecível); X = não aplicável; NT = não avaliado.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 10. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G08
(cisteamina de sódio 4%)

Produto	Condições ambientais	Parâmetros avaliados	Tempo Experimental				
			t0	t30±2	t60±2	t90±2	t120±2
G08	Temperatura ambiente (25°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	11,27	11,44	11,60	12,43	12,95
		Teor (%)	1,03	1,02	1,02	0,99	1,02
	Geladeira (5°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	11,27	11,40	11,64	12,43	12,97
		Teor (%)	1,03	1,03	1,02	1,02	1,02
	Estufa (45°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	11,27	11,53	11,76	11,84	12,90
		Teor (%)	1,03	1,03	0,90	1,01	0,90

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico; teor = referente à determinação do teor do ativo alisante. Tempos experimentais: t0 = avaliação inicial; t30±2 = avaliação após 28 a 32 dias; t60±2 = avaliação após 58 a 62 dias; t90±2 = avaliação após 88 a 92 dias; e t120±2 = avaliação após 118 a 122 dias. Critérios de avaliação para características organolépticas (cor, odor e aspecto): A = sem modificação; B = leve modificação; C = modificação aceitável; D = Modificação inaceitável; E = Modificação total (irreconhecível); X = não aplicável; NT = não avaliado.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 11. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G09 (tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 2%)

Produto	Condições ambientais	Parâmetros avaliados	Tempo Experimental				
			t0	t30±2	t60±2	t90±2	t120±2
G09	Temperatura ambiente (25°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	8,80	8,72	8,67	9,00	8,97
		Teor (%)	10,90	10,34	9,81	9,63	9,37
	Geladeira (5°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	8,80	8,72	8,67	9,09	9,02
		Teor (%)	10,90	10,43	9,13	9,58	9,58
	Estufa (45°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	8,80	8,66	8,69	9,01	8,94
		Teor (%)	10,90	10,52	9,58	10,04	9,13

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico; teor = referente à determinação do teor do ativo alisante. Tempos experimentais: t0 = avaliação inicial; t30±2 = avaliação após 28 a 32 dias; t60±2 = avaliação após 58 a 62 dias; t90±2 = avaliação após 88 a 92 dias; e t120±2 = avaliação após 118 a 122 dias. Critérios de avaliação para características organolépticas (cor, odor e aspecto): A = sem modificação; B = leve modificação; C = modificação aceitável; D = Modificação inaceitável; E = Modificação total (irreconhecível); X = não aplicável; NT = não avaliado.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 12. Resultados do Estudo de Estabilidade Acelerada de G10 (tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 1%)

Produto	Condições ambientais	Parâmetros avaliados	Tempo Experimental				
			t0	t30±2	t60±2	t90±2	t120±2
G10	Temperatura ambiente (25°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,00	9,25	9,13	9,38	9,40
		Teor (%)	10,11	10,27	9,58	9,81	10,04
	Geladeira (5°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,00	9,27	9,13	9,48	9,41
		Teor (%)	10,11	10,46	9,13	10,04	10,49
	Estufa (45°C ± 2°C)	Cor	Branco	A	A	A	A
		Odor	Característico	A	A	A	A
		Aspecto	Emulsão homogênea	A	A	A	A
		pH	9,00	9,08	9,13	9,42	9,39
		Teor (%)	10,11	10,76	9,81	10,04	9,60

Legenda: pH = potencial hidrogeniônico; teor = referente à determinação do teor do ativo alisante. Tempos experimentais: t0 = avaliação inicial; t30±2 = avaliação após 28 a 32 dias; t60±2 = avaliação após 58 a 62 dias; t90±2 = avaliação após 88 a 92 dias; e t120±2 = avaliação após 118 a 122 dias. Critérios de avaliação para características organolépticas (cor, odor e aspecto): A = sem modificação; B = leve modificação; C = modificação aceitável; D = Modificação inaceitável; E = Modificação total (irreconhecível); X = não aplicável; NT = não avaliado.

Fonte: Autoria própria.

De acordo com os resultados obtidos no Estudo de Estabilidade Acelerada, todas as amostras avaliadas foram consideradas como estáveis por 120 dias, pois mantiveram suas características dentro dos limites aceitáveis em todos os pontos avaliados.

Apenas o produto G07 (cisteamina de sódio 5%) apresentou ligeira modificação no aspecto nas análises de t90 e t120 dias, somente na condição de estufa. Por tratar-se de uma modificação leve em t90 (B) e aceitável em t120 (C), em uma

condição mais drástica (estufa), o produto não foi considerado como reprovado no Estudo de Estabilidade.

5.1.4. Avaliação da Corrosividade (corrosão dérmica *in vitro*)

Na avaliação de corrosividade, para atender à legislação vigente para produtos alisantes capilares, os produtos devem ser classificados como “não corrosivos”, ou seja, devem possuir viabilidade tecidual média de 50% ou mais após 3 minutos de contato, e de 15% ou mais após 60 minutos de contato, em cultura celular de queratinócitos humanos (epiderme reconstituída) (Brasil, 2020; OECD, 2019).

Os grupos de tratamento avaliados foram os de maior força (maior concentração de ativo alisante), visto que a probabilidade de reprovação nesses casos seria mais elevada. A aprovação destes naturalmente implicaria na aprovação das versões mais brandas, o que foi obtido por meio de carta de similaridade, em conformidade com o Guia de Avaliação de Segurança de Produtos Cosméticos da ANVISA (2012).

Os resultados obtidos de corrosividade constam na Tabela 13 a seguir.

Tabela 13. Resultados de corrosividade obtidos para as amostras G01 a G10

Resultados de porcentagem média de viabilidade tecidual				
Grupo	Tratamento / ativo alisante	3 min (%)	60 min (%)	Status
Controle 1	Água purificada	100	100	De acordo
Controle 2	Hidróxido de potássio 8N	5,29	9,79	De acordo
G03	Tioglicolato de amônio 13,3%	95,97*	98,42*	NC
G04	Tioglicolato de amônio 9,4%	S	S	NC
G05	Tioglicolato de AMP 12,5%	73,94*	90,93*	NC
G06	Tioglicolato de AMP 7,9%	S	S	NC
G07	Cisteamina de sódio 5%	129,56*	107,51*	NC
G08	Cisteamina de sódio 4%	S	S	NC
G09	Tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 2%	106,61*	93,69*	NC
G10	Tioglicolato de amônio e tioglicolato de sódio 1%	S	S	NC

Legenda: AMP = amino metilpropanol; S = aprovado por similaridade; NC = não corrosivo.

*Viabilidade final corrigida em decorrência de interação com o corante MTT.

Fonte: Autoria própria.

Com base nos resultados obtidos, pode-se verificar que todos os produtos foram classificados como “não corrosivos”, estando, portanto, de acordo com a legislação vigente. Segundo a RDC nº 409 de 2020, para possibilitar o registro de produtos da categoria de alisantes, deve-se comprovar que o produto acabado não é corrosivo para a pele, o que é comprovado pelo estudo de corrosividade *in vitro*. O resultado de corrosividade obtido para todos os grupos de tratamento permite inferir que todas as formulações desenvolvidas se mostraram seguras e não corrosivas

para a pele, tornando-se aptas para avaliação de segurança em humanos (dados não publicados).

Os alisantes capilares podem ocasionar efeitos adversos se aplicados e/ou gerenciados incorretamente. Tais efeitos podem ser decorrentes de fatores individuais como também pelo uso inadequado, como se registra na maioria das vezes (Silva, 2015; Sishi; Van Wyk; Khumalo, 2019; Van Wyk *et al.*, 2014). Logo, a avaliação de segurança deve preceder a colocação do produto cosmético no mercado, conforme exigidos em todas as legislações do mundo e em particular na RDC 409/2020 da ANVISA. Historicamente, estes testes de segurança eram realizados com animais (*in vivo*), mas atualmente os centros de pesquisa estão adotando novas alternativas (*in vitro*) que visam a substituição dos testes com animais para os testes de sensibilidade e corrosividade, conforme adotados nesta pesquisa (ANVISA, 2012, Brasil, 2020). A nova demanda e dinâmica de consumo com foco em segurança propõe uma nova prática técnica e comercial para esta modalidade de produtos, que poderia, a partir das últimas pesquisas propostas, restringir estes produtos para o uso/aplicação por profissionais da área de saúde, beleza e bem-estar, que estiverem habilitados para o trabalho (Asbeck *et al.*, 2022; Brasil, 2020; Burnett *et al.*, 2021; Chorilli *et al.*, 2007; George; Potlapati, 2021).

5.2. Avaliação da Eficácia Comparativa entre os Grupos

5.2.1. Tratamento das mechas de cabelo

A Tabela 14 contempla as imagens capturadas das mechas G01 a G10 tratadas, permitindo a comparação visual.

Tabela 14. Imagens das mechas G01 a G10

Grupo (código)	Tratamento	Imagem
G01	Virgens (não tratadas)	
G02	Descoloração	
G03	Tioglicolato de amônio 13,3%	
G04	Tioglicolato de amônio 9,4%	
G05	Tioglicolato de AMP 12,5%	
G06	Tioglicolato de AMP 7,9%	
G07	Cisteamina de sódio 5%	
G08	Cisteamina de sódio 4%	
G09	Tioglicolato de amônio + sódio 2%	
G10	Tioglicolato de amônio + sódio 1%	

Fonte: Autoria própria.

Ao comparar visualmente as imagens das mechas após tratamentos alisantes, podemos verificar que os tratamentos apresentaram potenciais alisantes distintos. Como esperado, as mechas tratadas com maiores concentrações de ativos

apresentaram maior alisamento quando comparadas às tratadas com menor concentração, sendo mais notadamente discrepante nos grupos G07 e G08 (cisteamina de sódio). É possível notar maior potencial alisante no tioglicolato de amônio 13,3% (G03) e na associação do tioglicolato de amônio + tioglicolato de sódio 2% (G09), assim como também é possível notar menor potencial alisante no tioglicolato de amino metilpropanol 7,9% (G06) e na cisteamina de sódio 4% (G08). É importante destacar que as mechas descoloridas (G02) não apresentaram diferença visual quanto à forma ou efeito alisante deste grupo de mechas. Conforme citado em literatura por Leonardi e Elias (2015), o tioglicolato de sódio já vinha sendo estudado pela indústria como possível potencializador da reação de oxiredução já estabelecida pelo tioglicolato de amônio, em combinação calculada, com o objetivo de promover maior efeito de alisamento para cabelos mais resistentes. Segundo os autores, a cisteamina combinada a um componente alcalino, pode ser apresentada como opção para modificação de formas e texturas dos cabelos, com destaque para procedimentos químicos e modelagem de cabelos crespos e cacheados (Leonardi; Elias, 2015; Quadflieg, 2003). Em Frangie *et al.* (2012) é possível encontrar, no quadro de sugestões para sistemas de ondulações permanentes, os ativos que aqui apresentaram menor potencial alisante, o tioglicolato de amino metilpropanol, geralmente dedicado a cabelos de natureza caucasiana e também a cisteamina de sódio em faixas maiores de pH, geralmente orientada para cabelos crespos – afro/negróide (Tipo 4), assim como para os cabelos cacheados (Tipo 3), com o objetivo de remodelagem, afirmação e definição dos padrões de ondulação deste tipo de cabelo. Devido à difusão de ativos irregulares para a modificação de fibra capilar como o formaldeído e o ácido glioxílico, tornaram-se escassas as pesquisas de novos ativos para a função de modificação de formas e texturas dos cabelos

nestes últimos anos. É esperado que novas linhas de pesquisa dedicadas a este tema possam ressurgir em âmbito mundial e em nova profundidade de conhecimento em função das novas condições regulatórias que têm sido estabelecidas mundialmente.

5.2.2. Avaliação do Diâmetro do fio de cabelo

A avaliação do diâmetro médio da haste capilar permite a determinação de potencial filmógeno (deposição de substâncias na superfície) e/ou de intumescimento da fibra em decorrência da aplicação de tratamento. Permite, também, inferir a respeito da resistência mecânica da fibra: quanto maior o diâmetro do fio, maior tende a ser a resistência mecânica/força dos cabelos (Fellows; Casford; Davies, 2020; Ji *et al.*, 2013; Martins Junior, 2015).

Os diâmetros médios dos fios de cada grupo de tratamento foram estatisticamente comparados, com avaliação de 100 fios por grupo (distribuídos entre três mechas), para verificar o potencial de oscilação, permitindo estabelecer correlação com o nível de interferência química das formulações de tratamento propostas e suas concentrações (Fellows; Casford; Davies, 2020; Ji *et al.*, 2013; Martins Junior, 2015). Os resultados médios por tempo experimental por grupo constam na Figura 23.

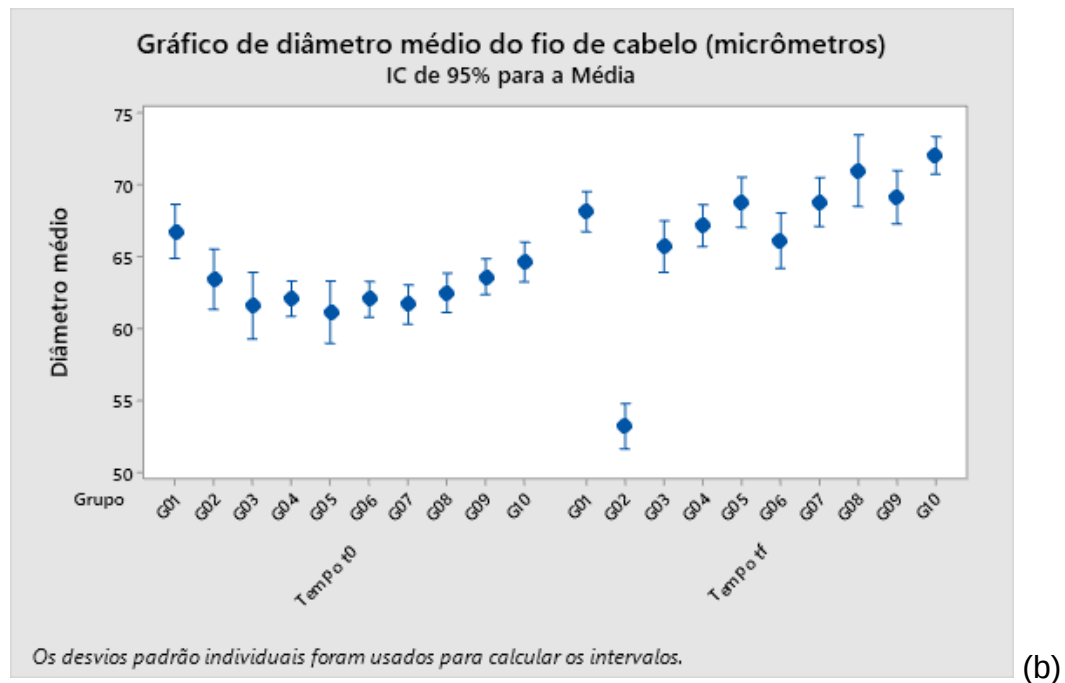
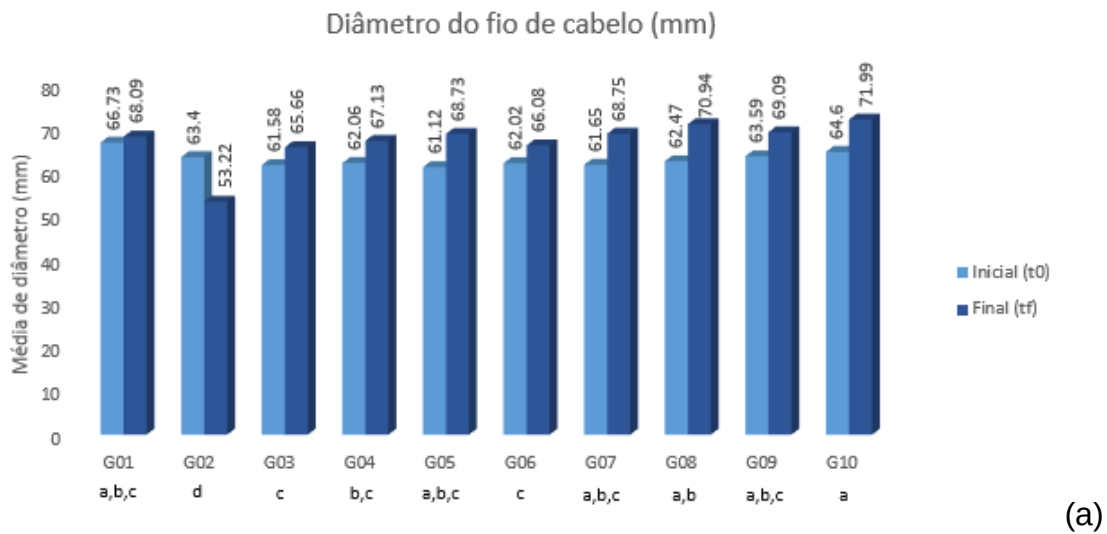


Figura 23. Resultados de diâmetro do fio de cabelo por tratamento por tempo

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de AMP 12,5%; G06 = tioglicolato de AMP 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%. Em (a), as letras correspondem às variáveis de agrupamento da análise ANOVA com pós-teste de Tukey, sendo que médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes. Variáveis “a”: G01, G05, G07, G08, G09, G10; “b”: G01, G04, G05, G07, G08, G09; “c”: G01, G03, G04, G05, G06, G07, G09; “d”: G02.

Ao verificar o agrupamento dos tratamentos, podemos verificar que houve diferença estatisticamente significativa entre o grupo G02 (cabelos descoloridos) e

todos os demais, demonstrando que G02 ocasionou significativa redução no diâmetro. Este fato corresponde ao esperado, pois o processo de descoloração tende a fragilizar a haste capilar e promover desgaste cuticular, alterando a morfologia da fibra (Robbins, 2012). Ao comparar os alisamentos aos cabelos virgens (G01), podemos observar que não houve diferença estatisticamente significativa para nenhum dos tratamentos, sendo que alguns apresentaram ligeiro aumento no diâmetro médio (principalmente G08 e G10).

Segundo Robbins, processos de descoloração podem modificar em média, 20% da estrutura da fibra capilar, comprometendo até 45% da resistência mecânica, associada à desnaturação das pontes de enxofre, da estrutura externa (camadas de cutículas) em sua maioria, aumentando desta forma a taxa de permeação de produtos cosméticos nestes cabelos (Robbins, 2012).

Segundo dados apresentados nos testes realizados com a ação do pó descolorante, representado aqui pelo grupo G02, houve perda média de 21,88% do diâmetro da fibra do cabelo, quando comparada ao grupo G01, cabelo natural. O G02 ainda apresentou significativa redução de resistência mecânica à tração, na ordem de 41,44%, com testes de microscopia de fluorescência mostrando aumento da taxa de permeação dos produtos testados em mechas descoloridas.

5.2.3. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com análise de imagem de dano cuticular

A MEV permite a obtenção de imagens ampliadas e tridimensionais de objetos, e fornece informações visuais sobre as condições estruturais das amostras. Esta técnica possibilita a visualização de amostras com aparência opalescente e opaca,

ampliações das imagens e a determinação das medidas das partes que a compõem (Da Gama; Baby; Velasco, 2017; Velasco *et al.*, 2009).

Os fios de cabelo selecionados das mechas após cada tratamento foram submetidos à obtenção das imagens de microscopia com aumento de 1000x (as quais constam na íntegra no ANEXO 2), permitindo a visualização da integridade e/ou dano cuticular em cada condição experimental.

Dentre as nove imagens obtidas por tratamento, uma foi selecionada por critério de seleção visual para ser submetida à análise de imagem utilizando o programa Image Pro Premier®. A seleção das imagens foi realizada baseando-se nas necessidades do programa para permitir uma análise confiável, robusta e coerente com a observação visual morfológica, permitindo a quantificação de área percentual da sombra cuticular. A área da sombra cuticular pode ser relacionada à porosidade dos cabelos: quanto maior a área de sombra das cutículas, maiores os pontos de dano observados na morfologia do fio e, conseqüentemente, mais poroso o cabelo avaliado. A exceção a essa condição se dá quando o dano à cutícula é tão extenso que esta é removida dos cabelos, ocasionando exposição total do córtex. Nesta última situação, a área percentual observada será inferior à dos cabelos íntegros.

A Tabela 15 contempla a relação das imagens selecionadas de cada grupo de tratamento, bem como os valores obtidos de área percentual. Estes últimos estão também expressos no gráfico da Figura 24. As imagens tratadas pelo programa constam no ANEXO 3.

Tabela 15. Imagem selecionada e resultados de área percentual da sombra cuticular dos fios capilares submetidos a cada tratamento

Fio selecionado	Imagem selecionada	Tratamento	Área percentual da sombra da cutícula (%)
3	3	G01	9,06%
1	3	G02	8,09%
2	1	G03	5,38%
1	1	G04	7,35%
3	1	G05	6,10%
1	3	G06	7,08%
2	3	G07	7,82%
2	2	G08	5,95%
2	3	G09	7,04%
2	1	G10	5,51%

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Fonte: Autoria própria.

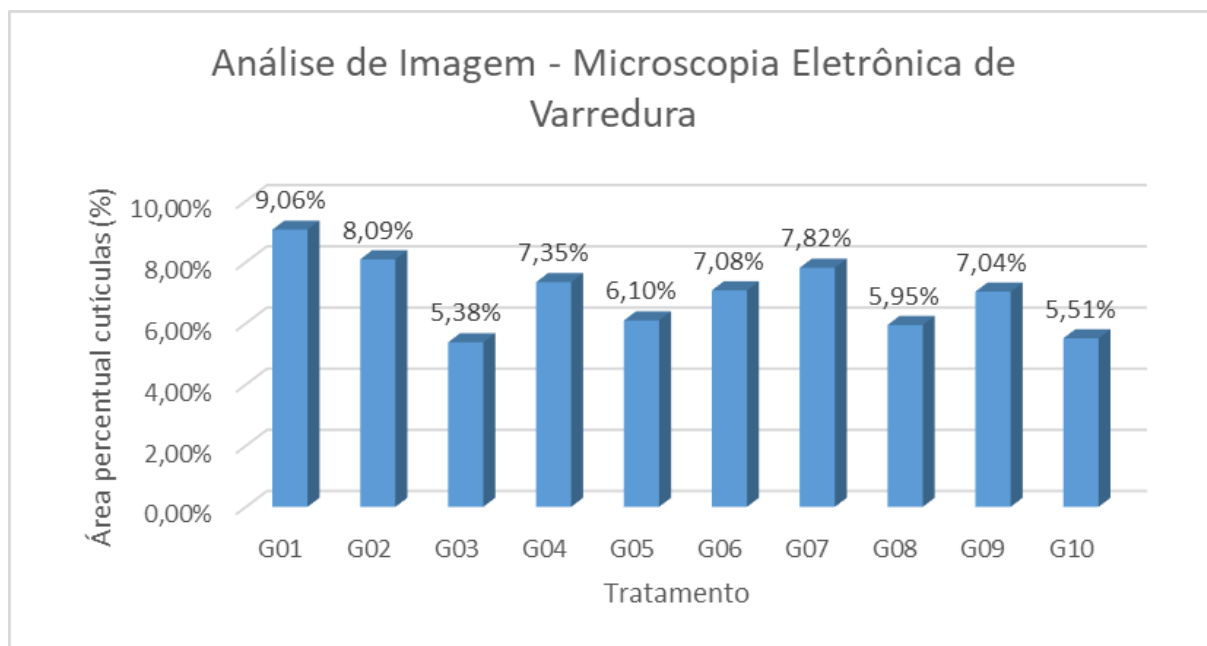


Figura 24. Resultados de área percentual da sombra cuticular das imagens dos fios de cabelo submetidos a cada tratamento após MEV e análise pelo programa Image

Pro Premier®

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Após análise visual da morfologia dos fios de todos os Grupos processados quimicamente com as amostras dos alisantes (G03 a G10) pode-se observar boa uniformidade de superfície com cutículas bem contraídas e preservadas. Vale destacar, a maior leitura de porosidade nas amostras do Grupo G01 – mechas de cabelos naturais (padrão), em função da dupla lavagem com a solução de LESS – Lauril Éter Sulfato de Sódio à 10%. A partir do Grupo G02 – mechas descoloridas a 40 volumes (12% de H₂O₂), foi possível perceber intensa lixiviação e desgaste das camadas de cutículas, confirmada e justificada por resultados de outros métodos, como a perda de diâmetro e de resistência mecânica à tração. Para todos os demais grupos não houve alteração significativa e os desgastes associados e convertidos

em “taxa de porosidade”, podem ser considerados normais e previsíveis, segundo Robbins (2012), para um procedimento de modificação de formas e texturas dos cabelos, confirmando o equilíbrio proposto nas formulações testadas no projeto de pesquisa. É previsto melhor condição de contração das camadas de cutículas para os Grupos das Amostras alisadas (G03 a G10), quando comparado com a condição inicial de G01 (da mecha lavada) em função do processo/procedimento de Neutralização, que também melhoram os aspectos gerais da estrutura dos fios.

No caso de taxas de porosidade menores, encontradas em Grupos de maior concentração de ativos, como no Grupo G03 (tioglicolato de amônio 13,3%) e no G05 (tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%) pode-se justificar maior cobertura polimérica, dada por maior concentração de polímero nestas formulações, com o objetivo de compensar o desgaste e controlar a cinética de liberação do ativo para o cabelo, assim como pode-se justificar taxas de porosidade maiores, encontradas em Grupos de maior concentração de ativos, como no Grupo 07 (cisteamina de sódio 5%) e no Grupo 09 (associação de tioglicolato de amônio + tioglicolato de sódio 2%), levando em conta que a concentração polimérica usada na fórmulas de maior concentração foram exatamente as mesmas usadas na fórmulas de baixa concentrações do ativo em questão, além das particularidades de cada grupo, relacionadas à natureza e a previsibilidade de indução do comportamento da fibra capilar quando em contato. Para o Grupo 07 (cisteamina de sódio 5%), leva-se em consideração a faixa de pH (aproximado de 12,70) e tempo de residência deste composto químico no cabelo. Para o Grupo 09 (associação de tioglicolato de amônio + tioglicolato de sódio 2%), leva-se em consideração o potencial cinético e a força do tioglicolato de sódio. Para estes dois casos (G07 e G09), é previsível que haja uma taxa de porosidade pouco maior, pós processo químico, visto que, para estes dois

casos, a taxa de indução de modificação da estrutura capilar, relacionada à taxa de permeação do ativo, também deverão ser maiores. Segundo Robbins (2012), é previsível que haja alguma diferença entre o nível de desgaste promovido por alisantes mais alcalinos (cisteamina de sódio e os hidróxidos) e os oxiredutores (os sais e ésteres de ácido tioglicólico) (Fellows; Casford; Davies, 2020; Lima *et al.*, 2023; Robbins, 2012).

5.2.4. Análise Térmica

As técnicas utilizadas para análise térmica, tais como a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), a Termogravimetria (TG) e a Termogravimetria Derivada (DTG), utilizadas nesta pesquisa, estudam o comportamento de uma amostra submetida a um programa de temperatura controlado, fornecendo informações acerca das características físico-químicas de cada material (Bretzke, 2015; Lima *et al.*, 2023; Lima, 2016; Sarruf, 2024).

Na técnica de DSC, mede-se a diferença de energia fornecida à substância e a um material de referência em função da temperatura. Ela fornece dados sobre a temperatura dos eventos térmicos que ocorrem na amostra como, por exemplo, mudança de estado físico, transição polimórfica e decomposição. Nas curvas de DSC, os picos ascendentes correspondem aos eventos exotérmicos, e os descendentes aos endotérmicos. Já a técnica de TG permite obter informações referentes às variações de massa da amostra em função da temperatura e/ou tempo sob uma atmosfera específica. A DTG, por sua vez, corresponde à primeira derivada calculada a partir da curva TG, possibilitando melhor visualização dos eventos representados nas curvas de TG; os “desníveis” observados nos gráficos desta

análise correspondem às variações de massa (Bretzke, 2015; Lima *et al.*, 2023; Lima, 2016; Sarruf, 2024).

5.2.4.1.1. Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Foi realizada a análise de DSC em cadinho não-hermético (análise a seco) dos cabelos submetidos aos diferentes tratamentos, para determinação dos eventos de desidratação capilar (perda de água – primeiro pico na curva DSC – Figura 25) e desnaturação e pirólise (segundo pico na curva DSC – Figura 25) (Lima, 2016). Os resultados obtidos na análise estão descritos na Figura 25 e na Tabela 16 abaixo.

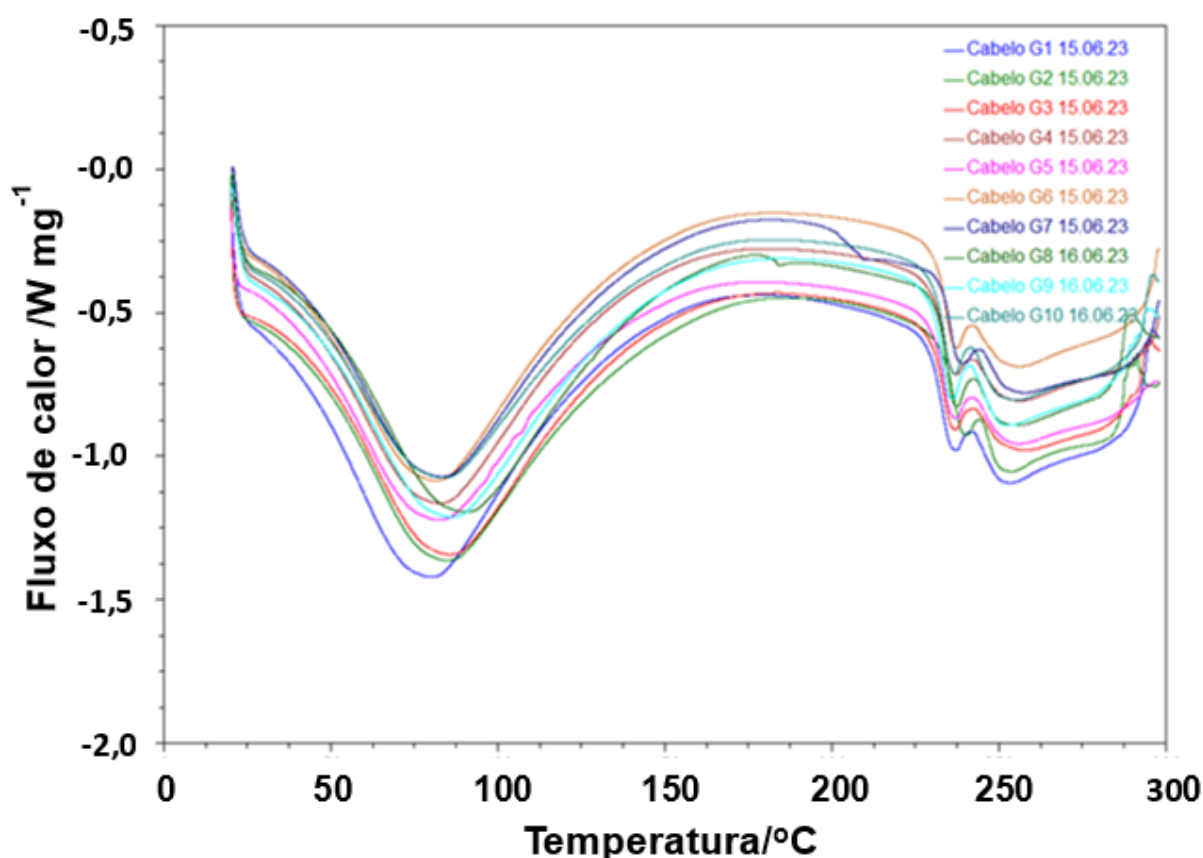


Figura 25. Perfil de DSC das amostras de cabelo por grupo de tratamento.

Tabela 16. Valores de temperatura e entalpia relacionados aos eventos térmicos obtidos por DSC de cada grupo de amostra de fibra capilar– G01 a G10

Grupo / Parâmetro		Eventos térmicos	
		1 Desidratação	2 Desnaturação/Pirólise
G01	T _{onset} (°C)	37	229
	T _{pico} (°C)	80	235
	Entalpia (J/g)	336,2	14,3
G02	T _{onset} (°C)	40	233
	T _{pico} (°C)	85	239
	Entalpia (J/g)	330,0	10,9
G03	T _{onset} (°C)	41	230
	T _{pico} (°C)	86	236
	Entalpia (J/g)	321,7	12,1
G04	T _{onset} (°C)	38	230
	T _{pico} (°C)	83	236
	Entalpia (J/g)	307,1	11,8
G05	T _{onset} (°C)	38	230
	T _{pico} (°C)	82	236
	Entalpia (J/g)	303,0	12,7
G06	T _{onset} (°C)	37,9	231
	T _{pico} (°C)	82	236
	Entalpia (J/g)	309,1	12,2
G07	T _{onset} (°C)	38,0	233
	T _{pico} (°C)	84	238
	Entalpia (J/g)	312,9	11,5
G08	T _{onset} (°C)	42	231
	T _{pico} (°C)	91	236
	Entalpia (J/g)	339,5	14,5
G09	T _{onset} (°C)	40	230
	T _{pico} (°C)	86	235
	Entalpia (J/g)	326,8	13,7
G10	T _{onset} (°C)	38	231
	T _{pico} (°C)	84	236
	Entalpia (J/g)	290,4	12,8

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Fonte: Autoria própria.

Como se pode observar nos dados das análises, as amostras obtiveram perfil térmico semelhante composto por três eventos endotérmicos: (1) perda de água entre 30°C e 160°C e (2) desnaturação e pirólise das fibras intermediárias de

queratina entre 229°C e 236°C. Em medidas utilizando o método à seco (Dry-DSC) Nas curvas DSC é possível observar, ainda, um terceiro pico em torno de 250°C para todas as amostras. Wortmann and Deutz (1998) atribuíram este pico às células do orto-córtex, que possuem uma menor temperatura de fusão do que as células do para-córtex. A endoterma dupla de desnaturação da queratina da amostra de lã, segundo os autores, se dá provavelmente ao conteúdo da cisteína e ligações dissulfídicas, que são diferentes entre estes tipos de células corticais. As células do orto-córtex possuem menor concentração de ligações dissulfídicas do que as do para-córtex (Wortmann; Deutz, 1998).

Esses dados corroboram com o artigo de Popescu e Gummer. Neste trabalho, os autores mencionam que fibras de queratina possuem um pico endotérmico característico em torno de 230°C quando aquecidas em atmosfera de nitrogênio. Este pico foi atribuído à desnaturação térmica das alfa-hélices de queratina (Popescu; Gummer, 2016).

De acordo com a Tabela 16, podemos observar que as temperaturas de pico de desnaturação térmica das mechas G02 e G07 apresentaram aumento quando comparadas com as mechas naturais (G01), de 235°C para 239 e 238°C, respectivamente. Wortmann e colaboradores (2020) atribuem a elevação da temperatura de desnaturação capilar a uma reorganização das cadeias orgânicas pós-desnaturação e a redução da entalpia de desnaturação devido à desorganização da estrutura da queratina após a descoloração (Wortmann; Wortmann; Popescu, 2020).

Lima também realizou a análise de fibra capilar por DSC, e verificou que a curva evidenciou quatro eventos para todas as amostras: (1) o primeiro evento endotérmico detectado foi relacionado à desidratação do material; (2) o segundo

evento endotérmico detectado foi relacionado à fusão do material cristalino presente na fibra capilar (“pico cristalino”), ou desnaturação térmica das fibras de queratina com desdobramento das estruturas de alfa-hélice; (3) o terceiro evento endotérmico foi atribuído à decomposição térmica do restante da matriz capilar; (4) o quarto evento foi exotérmico, e é relacionado à eliminação do material carbonáceo remanescente. A presença do quarto evento foi observado, pois a autora trabalhou com faixa de temperatura mais ampla comparada à presente pesquisa (Lima, 2016). O Gráfico obtido pela autora consta na Figura 26 a seguir.

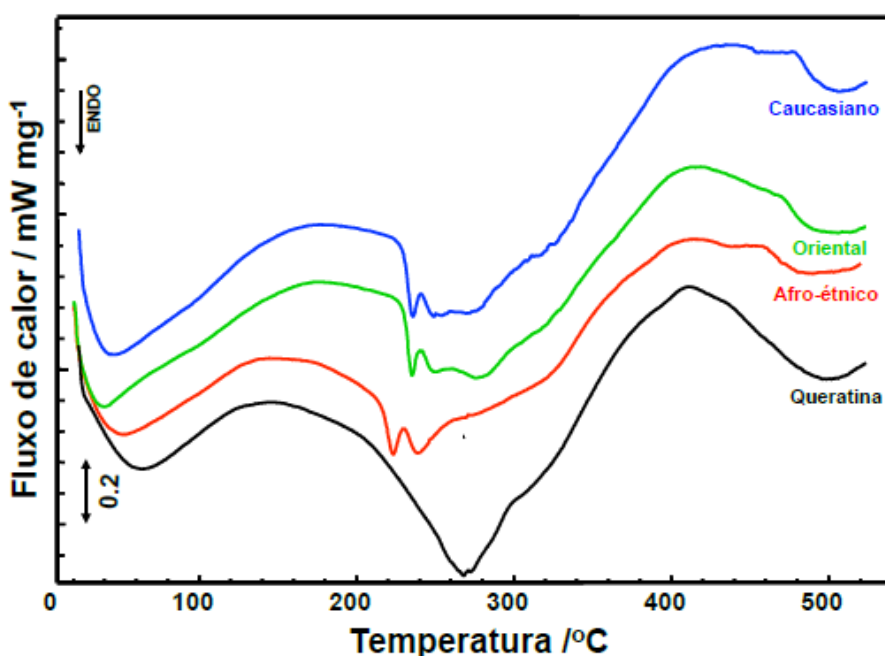


Figura 26. Perfil de DSC das amostras de cabelo de diferentes tipos obtida por Lima (2016)

Silva (2015) avaliou por técnica de DSC amostras de cabelos virgens comparado a cabelos submetidos a diferentes tratamentos, como tioglicolato, descoloração, guanidina e hidróxido de sódio. Segundo a autora, espera-se um pico endotérmico correspondente à evaporação da água com quebra de pontes de

hidrogênio. A autora observou um evento principal comum a todas as amostras: fusão da alfa-queratina.

A Tabela 17 contempla a temperatura de pico da desnaturação e a entalpia combinada da desnaturação e pirólise para cada grupo de tratamento.

Tabela 17. Entalpia combinada dos eventos de desnaturação e pirólise das amostras – G01 a G10

Grupo	Temperatura do pico (°C)	Entalpia combinada (J/g)
G01	235	24,3
G02	239	21,8
G03	236	20,3
G04	236	21,1
G05	236	21,1
G06	236	21,2
G07	238	20,4
G08	236	23,2
G09	235	24,1
G10	236	22,7

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Fonte: Autoria própria.

Observando-se os valores da Tabela acima, podemos verificar que os tratamentos G10, G08 e G09 são, nessa sequência, as amostras que apresentam comportamento mais próximo a G01 quanto à entalpia combinada. A temperatura de pico da desnaturação das amostras não apresenta diferença significativa quando comparadas com G01, com exceção das amostras G07, as quais possuem a

temperatura de desnaturação mais elevada e próxima à de G02, sugerindo uma alteração maior na organização das fibras intermediárias. Vale destacar a considerável diferença de aproximadamente 4,0 pontos na escala de pH, como sendo mais alcalino, a cisteamina de sódio (Grupos G07 e G08), que possui capacidade aumentada de desnaturação proteica, por conta de sua natureza alcalina e pela presença do excedente de hidróxido de sódio livre, como sendo uma base forte. Estes eventos endotérmicos, alcançados pela cisteamina de sódio, sugerem um maior potencial de modificação das estruturas capilares sinalizando o início das transformações da condição de proteínas cristalinas em proteínas amorfas e mais flexíveis, reduzindo maior quantidade de pontes de dissulfetos periféricas, que em âmbito técnico e mercadológico nos aponta menor necessidade do envolvimento de interferências térmicas (secadores e chapinhas) para procedimentos de modificação de formas e texturas dos cabelos, promovidos com este ativo.

5.2.4.2. Termogravimetria / Termogravimetria Derivada (TG/DTG)

A Figura 27 abaixo contempla o perfil de TG das amostras de cabelo para cada grupo de tratamento (G01 ao G10), e a Figura 28 apresenta a comparação entre os perfis de TG entre os grupos G01 (cabelos virgens) e G02 (cabelos descoloridos). A Tabela 18 contém a relação dos eventos de variação de massa para cada grupo de tratamento avaliado.

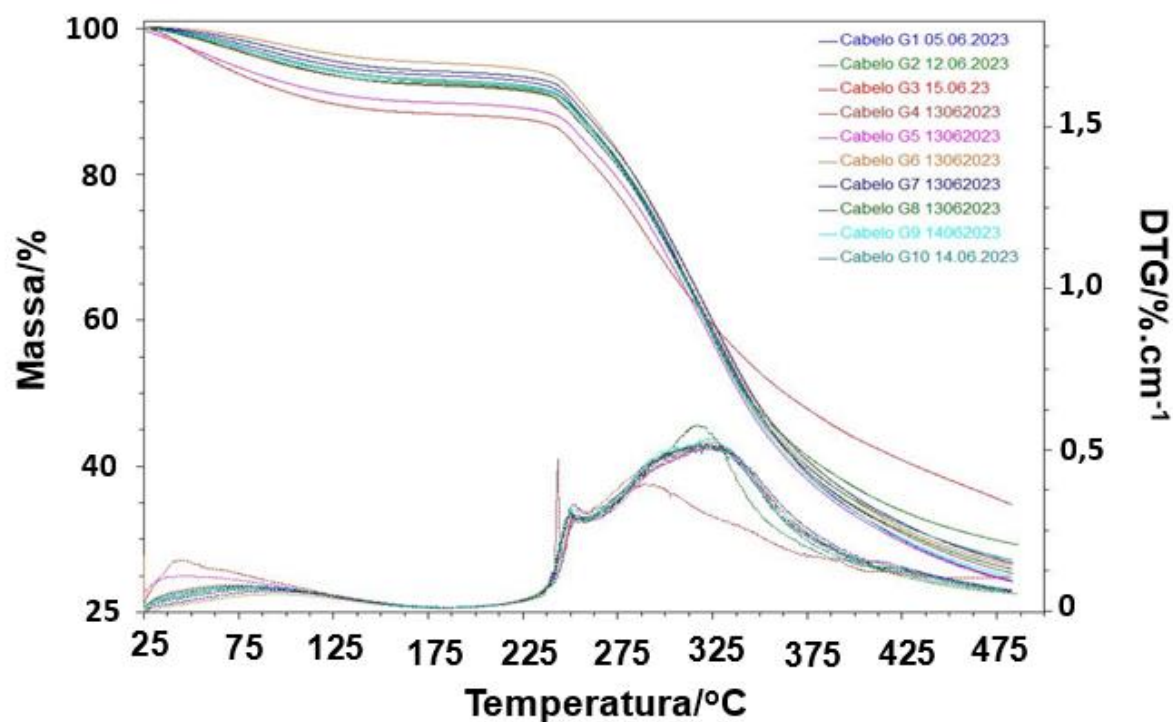


Figura 27. Perfil de TG das amostras de cabelo por grupo de tratamento

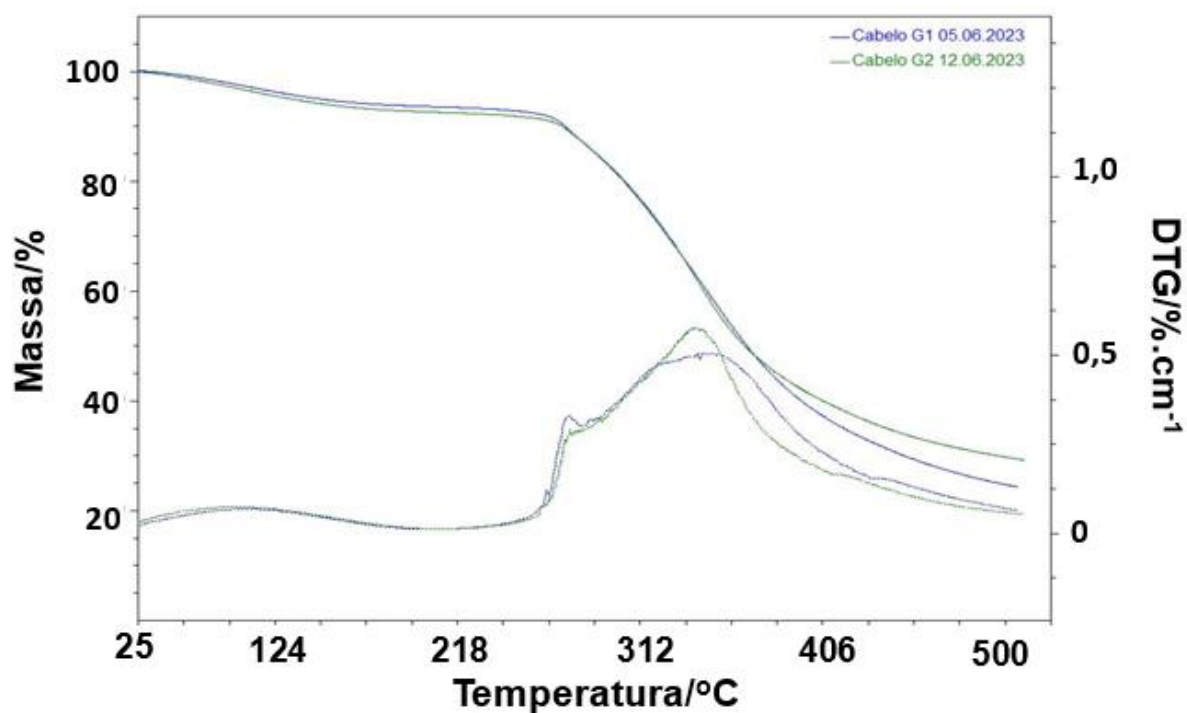


Figura 28. Perfil de TG das amostras de cabelo - grupos G01 (cabelos virgens) e G02 (cabelos descoloridos)

Tabela 18. Resultados da termogravimetria (TG) das amostras G01 a G10.

Grupo / Parâmetro		Eventos térmicos			
		1	2	3	4
		Desidratação	Degradação	Degradação	Restante (após 500°C)
G01	Perda de massa (%)	6,6	6,6	62,6	24,2
	Temperatura de pico (°C)	85,7	251,4	329,3	480,0
G02	Perda de massa (%)	7,5	8,7	54,5	29,3
	Temperatura de pico (°C)	81,8	252,4	317,0	480,0
G03	Perda de massa (%)	11,8	6,3	47,1	34,8
	Temperatura de pico (°C)	43,4	250,4	293,7	480,0
G04	Perda de massa (%)	7,7	3,8	63,2	25,3
	Temperatura de pico (°C)	70,1	243,3	326,6	480,0
G05	Perda de massa (%)	10,2	5,8	59,8	24,4
	Temperatura de pico (°C)	49,4	251,7	324,1	480,0
G06	Perda de massa (%)	4,9	10,1	58,6	26,4
	Temperatura de pico (°C)	92,1	251,2	326,2	480,0
G07	Perda de massa (%)	6,0	5,9	61,5	26,6
	Temperatura de pico (°C)	87,9	249,9	329,8	480,0
G08	Perda de massa (%)	7,9	5,9	60,3	25,9
	Temperatura de pico (°C)	78,3	248,4	326,3	480,0
G09	Perda de massa (%)	7,4	5,9	62,0	24,7
	Temperatura de pico (°C)	79,9	250,1	325,5	480,0
G10	Perda de massa (%)	7,1	5,9	59,9	27,1
	Temperatura de pico (°C)	84,2	250,3	324,0	480,0

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Fonte: Autoria própria.

Segundo resultados obtidos por Monteiro e colaboradores para amostras controle de cabelo (G01), o primeiro evento de perda de massa ocorreu na faixa de 25 a 131°C e foi atribuído à liberação de água. O segundo e o terceiro eventos de

perda de massa observados estão relacionados à desnaturação da queratina capilar, com degradação orgânica das microfibrilas e da matriz, tendo ocorrido nas temperaturas de 280 – 350°C. Na faixa de temperatura de 350 – 550°C ocorreu a degradação total das cadeias carbônicas da queratina. Os autores observaram que cabelos descoloridos apresentaram comportamento diferente em relação às mechas virgens quanto à degradação proteica, com degradação completa a temperaturas mais elevadas (Monteiro; Maciel; Longo, 2005).

Silva (2015) avaliou cabelos submetidos a diferentes tratamentos por análise térmica e observou dois eventos de perda de massa comuns a todos os tratamentos: o primeiro iniciando em 70 – 80°C e atribuído à eliminação de água. O segundo com início a 200°C inicia-se a degradação do material carbonáceo oriundo da queratina e lipídeos.

Lima (2016) avaliou comparativamente os eventos térmicos em cabelos caucasianos, orientais e afro-étnicos, e observou diferenças nas temperaturas dos eventos de perda de massa entre eles. A autora observou, para todos, três eventos térmicos, sendo:

- Evento 1 (perda de água): 25 – 200°C para cabelos caucasianos (perda de massa de 12,3%); 25 – 195°C para cabelos orientais (perda de massa de 13,3%); e 25 – 170°C para cabelos afro-étnicos (perda de massa de 10,4%).
- Evento 2 (degradação/decomposição térmica de queratina): 200 – 460°C para cabelos caucasianos (perda de massa de 42,6%); 200 – 460°C para cabelos orientais (perda de massa de 40,4%); 170 – 432°C para cabelos afro-étnicos (perda de massa de 43,7%).

- Evento 3 (degradação completa das cadeias carbônicas da queratina): 460 – 690°C para cabelos caucasianos (perda de massa de 42,6%); 460 – 685°C para cabelos orientais (perda de massa de 45,1%); 432 – 650°C para cabelos afro-étnicos (perda de massa de 44,0%).

Ao avaliar os resultados obtidos no presente trabalho, pode-se observar que as amostras apresentaram perfil termogravimétrico característico de amostras de cabelo, possuindo três eventos térmicos: (1) evento 1 - perda de água na faixa de temperatura de 50 a 150°C; (2) eventos 2 e 3 - início da pirólise da matriz e desorganização da estrutura da queratina na faixa de temperatura de 250 a 350°C; e (3) degradação da estrutura carbônica da queratina até 500°C (Lima, 2016; Monteiro; Maciel; Longo, 2005; Silva, 2015). Estes achados corroboram com as faixas de temperatura encontradas pelos autores supracitados.

Comparando-se as amostras G01 (cabelos virgens) e G02 (cabelos descoloridos), podemos verificar diferenças significativas nos eventos de perda de massa referentes à degradação (eventos 3 e 4 da Tabela). Segundo Monteiro e colaboradores (2005), ao danificar cabelos caucasianos, ocorre redução no número de estágios de perda de massa, o que é compatível com a suavização observada no pico de DTG no início da degradação da amostra G02 em comparação à G01. Além disso, nota-se o adiantamento do pico do evento 3 para a amostra G02 (evento de degradação) em comparação à G01, ou seja, o evento ocorre a uma temperatura inferior para G02 (T_{pico} 317°C) quando comparado à amostra G01 (329,3°C). Esse adiantamento de pico também é sinal de dano capilar (Monteiro; Maciel; Longo, 2005).

Na avaliação comparativa entre tratamentos observada por Silva, a autora pontuou que: “Desconsiderando a amostra tratada com ácido glioilico, devido ao

filme que atua como uma espécie de proteção, a amostra virgem é a que requer a maior temperatura para desnaturar a queratina, seguida da guanidina, tioglicolato, descolorante e hidróxido de sódio.” (Silva, 2015).

Comparando-se os demais tratamentos em relação à perda de massa no evento de degradação 3 na presente pesquisa, com exceção dos grupos G03 e G07, podemos verificar que apresentam comportamentos semelhantes em relação à proporção da perda de massa e à temperatura em que esta ocorre.

Dentre todos os grupos de tratamentos de alisamento, somente G03 (perda de massa de 47,1% e temperatura 294°C) apresentou pico de degradação no evento 3 inferior a G02 (perda de massa de 54,5% e temperatura 317°C). A menor perda de massa observada, e consequente maior resíduo ao final do ensaio (evento 4) observados para as amostras G02 e G03 referem-se à complexa estrutura da fibra capilar cortical e cuticular, com intermediários filamentosos e matriz. O tratamento aplicado aos fios pode induzir a redução da cutícula, matriz, ou de outros componentes que contribuem para uma menor perda de massa entre os eventos térmicos de degradação (2 e 3) e, portanto, maior quantidade de resíduo observada ao final após 500°C (evento 4).

As amostras G03 e G05 apresentaram maior percentual de perda de massa por evaporação em temperaturas menores, em comparação a todos os demais grupos (respectivamente 11,8% a 43°C e 10,8% a 49°C), mas ainda assim dentro do esperado para amostras de cabelo em condições não controladas de umidade. É possível considerar esta diferença de temperaturas e perdas de massa proporcionalmente relacionadas à força dos dilatadores, hidróxido de amônio em G03 e o amino metilpropanol em G05, que também são fatores determinantes para a dilatação da estrutura externa dos cabelos (camadas de cutículas) e de facilitadores

de permeação do ativo redutor em questão para estes componentes, o ácido tioglicólico. É possível notar que os oxiredutores de força maior (com ativos em maior concentração), promoveram alguma alteração de comportamento térmico, quanto à redução das temperaturas iniciais de perda de massa por desidratação. Este fato pode estar relacionado ao aumento de porosidade da fibra, dado pelos dilatadores em questão, o hidróxido de amônio (G03) e o amino metilpropanol (G05). O impacto desta questão nos protocolos de aplicação destes modificadores de formas e texturas, podem relacionar maior potencial de ressecamento (saturação da estrutura capilar e perda de água no processo), com o fator “pós-alisamento”, destacando a importância dos demais itens para o processo de manutenção destes cabelos, como os xampus, os condicionadores e os modeladores que deverão ter suas composições ajustadas para a compensação destas perdas.

5.2.5. Avaliação da Queda por Quebra do fio de cabelo

A avaliação da queda por quebra do fio de cabelo permite verificar pontos de fragilidade na haste capilar, os quais levam ao processo de quebra e desprendimento do fio. Ela é utilizada tanto para verificação de dano, quanto para determinação de eficácia de tratamentos na proteção dos fios frente à queda após escovação (dano térmico e mecânico) (Damazio; Makino, 2017).

O ensaio consiste na contagem do número de fios quebrados após ciclos de escovações repetidas e padronizadas, simulando um procedimento de escovação em cabeleireiro. O sistema utilizado nessa análise possui um carrossel de escovas que gira passando pela mecha de cabelos presa ao suporte do aparelho, em ciclos contínuos com velocidade padronizada, durante secagem concomitante com secador de cabelo. Após o número determinado de ciclos, os fios desprendidos das

mechas tratadas são manualmente contados e é realizada a comparação entre tratamentos (Damazio; Makino, 2017). A imagem do sistema consta na Figura 29 abaixo.



Figura 29. Sistema para avaliação da queda por quebra da fibra capilar – simulação de escovação por máquina de ciclos térmicos

Para o presente estudo, a velocidade da máquina foi ajustada para 25 rpm, sendo realizados no total 3 ciclos de 500 passagens de escova. A cada final de ciclo foi realizada a contagem manual de fios desprendidos, somando-se os fios da gaveta coletora com aqueles retidos nas escovas do carrossel. Os resultados brutos obtidos e a respectiva análise estatística constam no ANEXO 5. As médias de fios desprendidos constam nos gráficos das Figuras 30 (média de fios desprendidos entre os três ciclos de escovação) e 31 (número total de fios desprendidos somando-se os três ciclos de escovação). Destes resultados entende-se que quanto maior o número de fios desprendidos (maior queda por quebra), maior o dano induzido pelo tratamento capilar, por ter promovido maior fragilidade da haste.

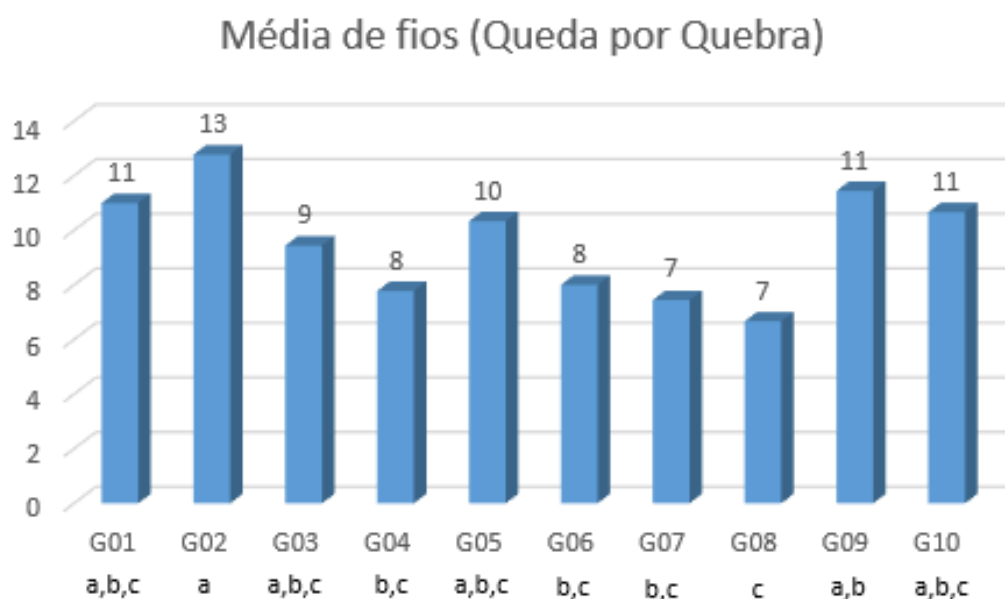


Figura 30. Resultados de queda decorrente da quebra a nível de haste capilar –
média de fios desprendidos por ciclo de passagens de escova.

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%. Em (a), as letras correspondem às variáveis de agrupamento da análise ANOVA com pós-teste de Tukey, sendo que médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes. Variáveis “a”: G01, G02, G03, G05, G09, G10; “b”: G01, G03, G04, G05, G06, G07, G09, G10; e “c”: G01, G03, G04, G05, G06, G07, G08, G10.

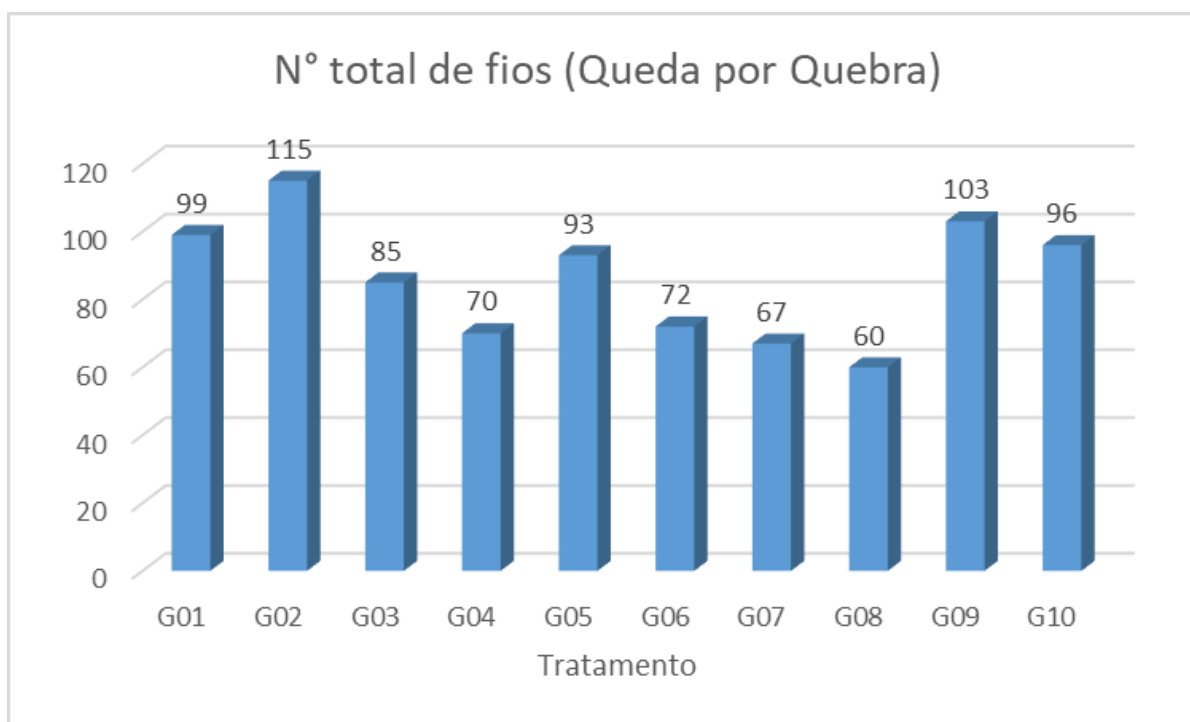


Figura 31. Resultados de queda decorrente da quebra a nível de haste capilar – número total de fios desprendidos após três ciclos de 500 passagens de escova

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Ao verificar o agrupamento dos tratamentos, podemos verificar que não houve diferença estatisticamente significativa entre os cabelos virgens (G01) e todos os tratamentos alisantes avaliados. Isso demonstra que os tratamentos alisantes não promoveram aumento na quebra de fios, permitindo preservação da haste.

Pode-se, também, verificar que houve diferença estatisticamente significativa na queda por quebra entre os cabelos descoloridos (maior incidência de dano à haste) e os cabelos alisados com os tratamentos G04, G06, G07, G08. Ao analisar o número total de fios desprendidos, nota-se que a somatória de fios para os referidos tratamentos alisantes (entre 60 e 72 fios desprendidos) foi bastante inferior ao

número de fios desprendidos no tratamento com descoloração (total de 115 fios desprendidos).

Comparando-se somente a somatória total de fios desprendidos por tratamento, temos que:

- O tratamento com maior quebra capilar foi a descoloração (G02), com o total de 115 fios desprendidos
- O cabelo virgem (G01) obteve no total 99 fios quebrados na escovação
- Dentre os tratamentos de alisamento, somente o grupo G09 obteve maior número de fios quebrados quando comparado aos cabelos virgens (total de 103 fios).
- Todos os demais alisantes apresentaram menor número total de fios quebrados comparado aos cabelos virgens, sendo os de melhor desempenho o G08 (60 fios), G07 (67 fios), G04 (70 fios) e G06 (72 fios).

Vale destacar o bom desempenho quanto as menores números de queda por quebra registrados em G04 (tioglicolato de amônio 9,4%), G06 (tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%) e G08 (cisteamina de sódio 4%), todos em baixas concentrações evidenciando não apenas uma força de indução mais suave de cada ativo proposto, mas também exaltando o excedente da associação polimérica nestas formulações, responsável, pela proteção térmica, e pelo revestimento polimérico, que corrobora com os resultados de ganho de diâmetro e aumento de resistência mecânica à tração, conforme exposto no item 5.2.6.

Pode-se destacar ainda o ganho de flexibilidade e melhoramento de outras características como a penteabilidade dos grupos G07 e G08 (cisteamina de sódio,

5% e 4%), que corroboram com dados encontrados nos testes de DSC, onde foram identificados eventos endotérmicos precoces destacados nestes grupos.

5.2.6. Análise da Resistência à Tração dos Fios

A avaliação da resistência à tração da fibra capilar permite a verificação da resistência mecânica do fio de cabelo. A análise é realizada utilizando-se um dinamômetro, o qual mensura a força necessária (tensão) para promover deformação da fibra (alongamento) até o momento de sua ruptura (Damazio; Makino, 2017; Nakano, 2006). A curva de tensão-deformação está representada na Figura 32 abaixo.

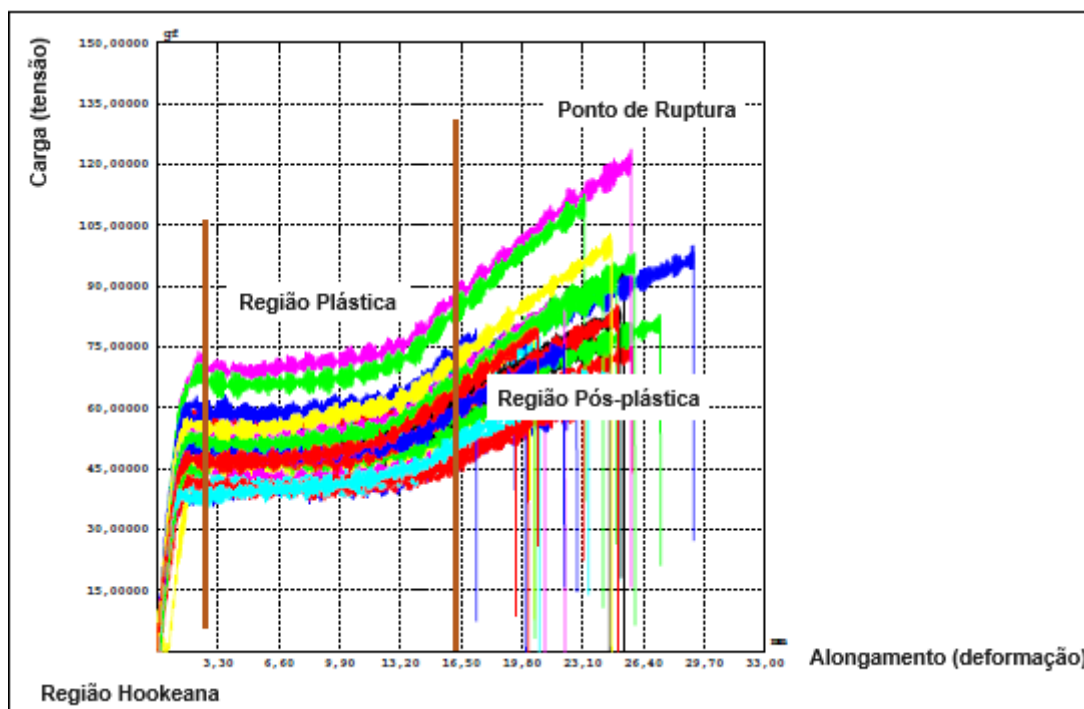


Figura 32. Exemplo da curva de tensão-deformação da fibra capilar com suas regiões características

A curva característica da fibra capilar é composta pelas seguintes regiões: (1) região elástica ou Hookeana; (2) região plástica; (3) região pós-plástica; e (4) ponto de ruptura ou quebra do fio (Damazio; Makino, 2017; Nakano, 2006).

- Na região elástica (de 0 a 2% da deformação), o cabelo mantém suas propriedades elásticas, ou seja, quanto maior a tensão aplicada, maior será a deformação ocasionada na fibra (relação proporcional).
- Na região plástica (de 2 a 30% de deformação), o alongamento da fibra aumenta notavelmente, sem a necessidade de aumentar a tensão de forma tão intensa. Isso se deve à conversão da estrutura interna das microfibrilas de alfa para beta-queratina, oferecendo menor resistência à força aplicada.
- Na região pós-plástica (acima de 30% de deformação), o alongamento se torna novamente proporcional à tensão, sendo a resistência à deformação ocasionada pela estrutura em bela-hélice.
- O estiramento da fibra continuará a ocorrer até o ponto de ruptura, em que o fio se rompe quando a força é aplicada sobre ele.

Os resultados brutos obtidos para cada tratamento e a análise estatística constam no ANEXO 6. No gráfico da Figura 33 abaixo consta o resultado de média de força máxima por grupo de tratamento.

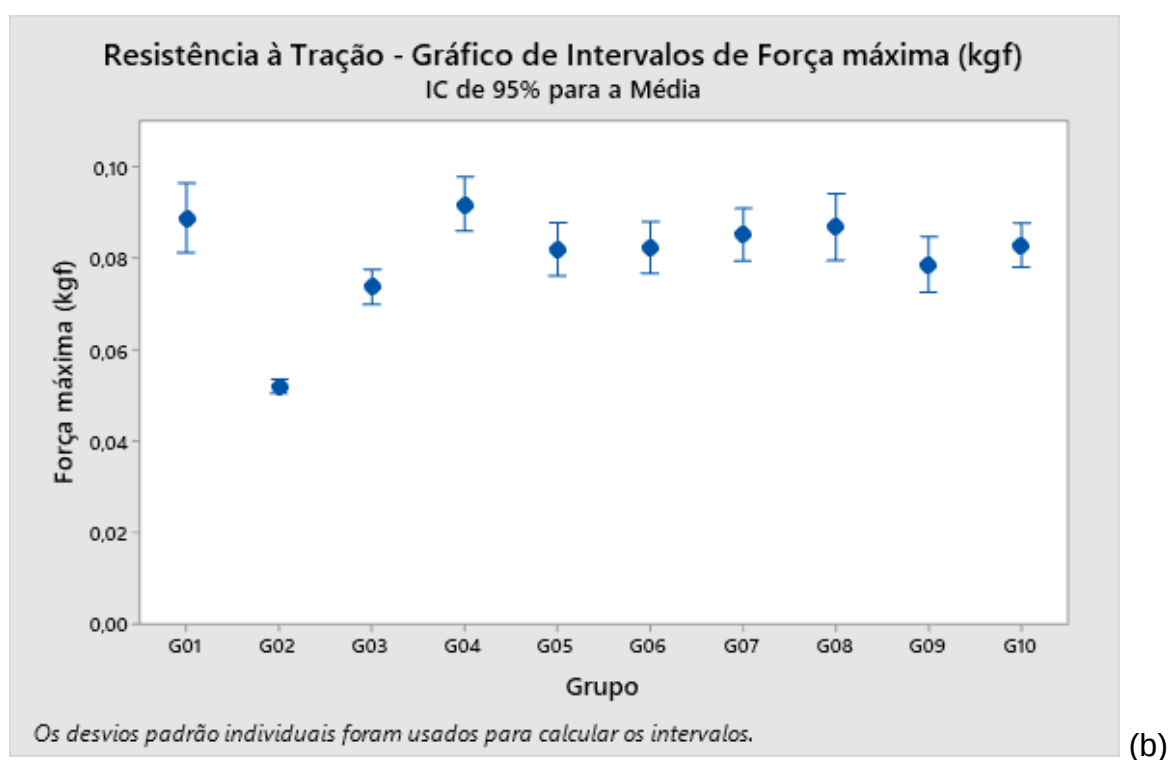
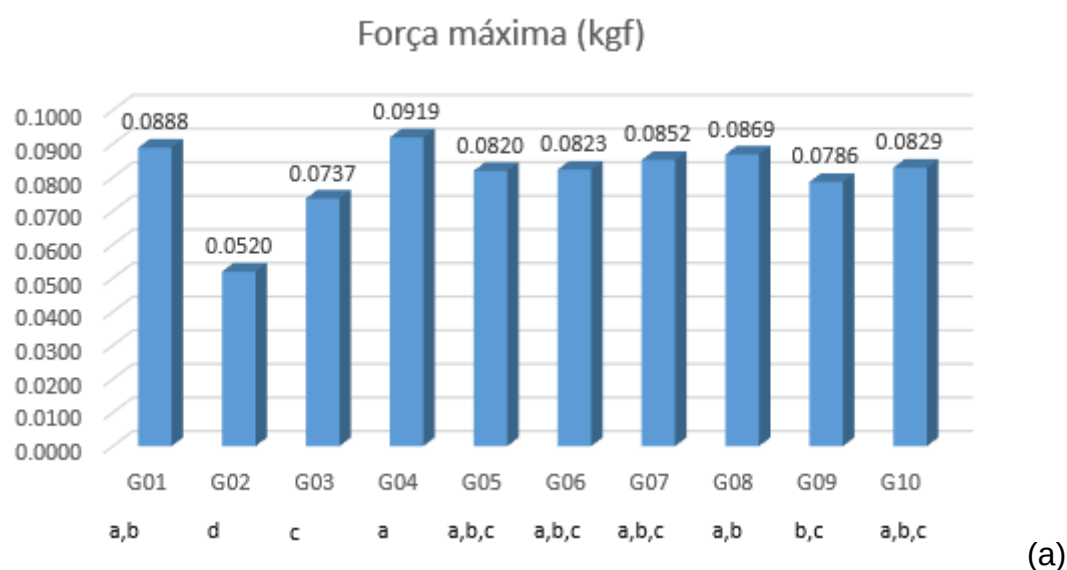


Figura 33. Resultados de resistência mecânica do fio (resistência à tração) por tratamento – média de força máxima

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%. Em (a), as letras correspondem às variáveis de agrupamento da análise ANOVA com pós-teste de Tukey, sendo que médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes. Variáveis "a": G01, G04, G05, G06, G07, G08, G10; "b": G01, G05, G06, G07, G08, G09, G10; "c": G03, G05, G06, G07, G09, G10; e "d": G02.

Ao verificar o agrupamento dos tratamentos, podemos verificar que houve diferença estatisticamente significativa entre o grupo G02 (cabelos descoloridos) e todos os demais, demonstrando que G02 ocasionou significativa redução na força do fio de cabelo. Este fato corresponde ao esperado, pois o processo de descoloração tende a fragilizar a haste capilar, tanto em nível cuticular como cortical, exercendo influência negativa sobre as propriedades mecânicas do fio.

Ao comparar os alisamentos aos cabelos virgens (G01 - controle), podemos observar que houve diferença estatisticamente significativa para o tratamento G03, e não houve para demais tratamentos. Comparando-se os dados médios de força capilar, podemos observar que o grupo G03 apresentou menor força em relação ao controle (G01), mas ainda significativamente superior aos cabelos descoloridos. Podemos verificar que, entre os procedimentos de alisamento, foi o que promoveu maior dano à fibra em se tratando de redução de força. Também vale lembrar aqui, que estes resultados podem ser emparelhados com os resultados de “perda ou ganho de diâmetro” e que ambos estão relacionados com a associação polimérica aplicada a cada a cada formulação. Esta associação polimérica pode e deve ser um fator controlador da cinética de liberação do ativo (Wang *et al.*, 2012; Wortmann *et al.*, 2023; Wortmann; Popescu; Sendelbach, 2008).

5.2.7. Avaliação dos Fios por Microscopia de Fluorescência

A avaliação da fibra capilar por microscopia de fluorescência teve como finalidade verificar a penetração das amostras no interior da fibra capilar, a nível de córtex. Na análise por microscopia de fluorescência, é requerido o uso de um corante marcador fluorescente. Após o preparo das amostras, o microscópio de fluorescência é ajustado para os comprimentos de onda de absorção e emissão do

marcador, permitindo observar a profundidade de difusão do marcador na fibra capilar após corte transversal (Dos Santos Silva; Joeques, 2005; Lourenço *et al.*, 2021).

Para a análise, foi utilizado o marcador fluorescente rodamina misturado a cada produto investigacional, o qual possui afinidade pela fibra em decorrência de sua carga positiva. Dessa forma, quanto maior a penetração dos alisantes no interior da fibra, mais a imagem irá fluorescer, o que pode ser observado pela coloração verde nas imagens (Dos Santos Silva; Joeques, 2005; Lourenço *et al.*, 2021).

Na pesquisa, foi avaliada a aplicação dos alisantes em mecha virgem, e em mecha previamente descolorida, de modo a visualizar o impacto da descoloração sobre a permeabilidade da fibra aos alisamentos. As imagens obtidas por tratamento constam no ANEXO 7. Uma vez que o tempo de contato com o produto foi o mesmo para todos os grupos de tratamento, a análise permite a verificação da intensidade de difusão dos produtos para o interior da fibra capilar.

Avaliando-se as imagens obtidas, pode-se notar que, para todos os grupos de tratamento, o procedimento de descoloração promoveu aumento da difusão dos alisantes para a região cortical da fibra capilar em comparação aos cabelos virgens alisados. Esse fato era esperado, visto que o procedimento de descoloração promove dano à fibra capilar, tornando-a mais permeável a outras substâncias. O processo de descoloração da fibra altera as propriedades físico-químicas do cabelo (como carga superficial e porosidade), modificando sua integridade (Lourenço *et al.*, 2021). Em vista desse processo, não houve diferença significativa na difusão para o interior do córtex entre os tratamentos após o uso de descoloração.

Comparando-se os grupos de tratamento para as mechas virgens, pode-se observar que houve diferença notável na difusão entre os alisantes, sendo alguns

com maior e outros com menor permeação dos ativos propostos na fibra. Na sequência da menor para a maior permeação dos alisamentos no córtex, temos:

- Foi possível notar em G03 e G04, taxas de permeação levemente diferente quanto a todas as imagens relacionadas. Onde G03, induz uma permeação pouco maior, favorecida por faixa de pH aumentada e maior presença percentual do dilatador em questão, o hidróxido de amônio.
- Foi possível notar em G05 e G06, taxas de permeação realmente muito suaves, o que já era esperado, pela ação do dilatador suave aplicado nestes grupos, sendo o amino metilpropanol, além de atuarem em faixa de pH mais baixa do que todos os demais grupos (entre 7,50 e 8,50).
- Foi possível observar em G07 e G08, taxas de permeação maiores em G07 e embora G08, também tenha atuado em faixa de pH mais alta, é possível destacar aqui a diferença de percentual do ativo livre e a diferença de concentração polimérica nestas formulações, agindo como atenuadores da cinética de liberação e da permeação do ativo em questão.
- Foi possível notar em G09 e G10, taxas de permeação levemente diferente quanto a todas as imagens relacionadas. Onde G09, induz uma permeação pouco maior, favorecida por faixa de pH aumentada e maior presença percentual do dilatador em questão, o hidróxido de amônio. Vale destacar aqui a presença do tioglicolato de sódio, como acelerador da permeação e da cinética de liberação do ativo redutor em questão, o ácido tioglicólico.

5.2.8. Avaliação do Brilho Capilar por meio de equipamento Samba Hair

O brilho capilar é um parâmetro de grande relevância para o consumidor final de produtos cosméticos capilares, e possui relação direta com a integridade cuticular, além de refletir a melhora relacionada ao atributo sensorial de maciez da fibra. A percepção subjetiva de brilho pode ser influenciada por diversos fatores, como iluminação do ambiente, cor do cabelo e alinhamento das fibras. Para redução desse tipo de interferente, optamos por mensurar o brilho capilar utilizando o equipamento Samba Hair (Bossa Nova Technologies) (Gao; Pereira; Zhu, 2009).

Na medida de brilho capilar por Samba Hair, as mechas de cabelo são iluminadas com fonte padronizada em uma câmara, e a luz refletida é captada em diversos ângulos ao longo da extensão da mecha (de -45° a $+45^\circ$). Para melhor confiabilidade na obtenção das medidas, os fios devem estar completamente alinhados no suporte. O programa acoplado ao equipamento permite a determinação concomitante do brilho capilar por diferentes fórmulas matemáticas, tais como Reich-Robbins, TRI, Stamm e BNT (Bossa Nova Technologies). Para a presente pesquisa, foi selecionada a fórmula denominada “BNT *luster*” (L_{BNT}) para análise dos dados, representada no item 4.2.5.7, com os cabelos posicionados no sentido raiz-ponta (Bossa Nova Vision, 2023; Gao; Pereira; Zhu, 2009).

Os valores brutos de brilho e análise estatística dos dados estão descritos detalhadamente no ANEXO 8; as imagens obtidas de brilho capilar com o Samba Hair por grupo de tratamento constam no ANEXO 9; e a Figura 34 abaixo contempla os resultados médios de brilho (BNT *luster*) por grupo de tratamento.

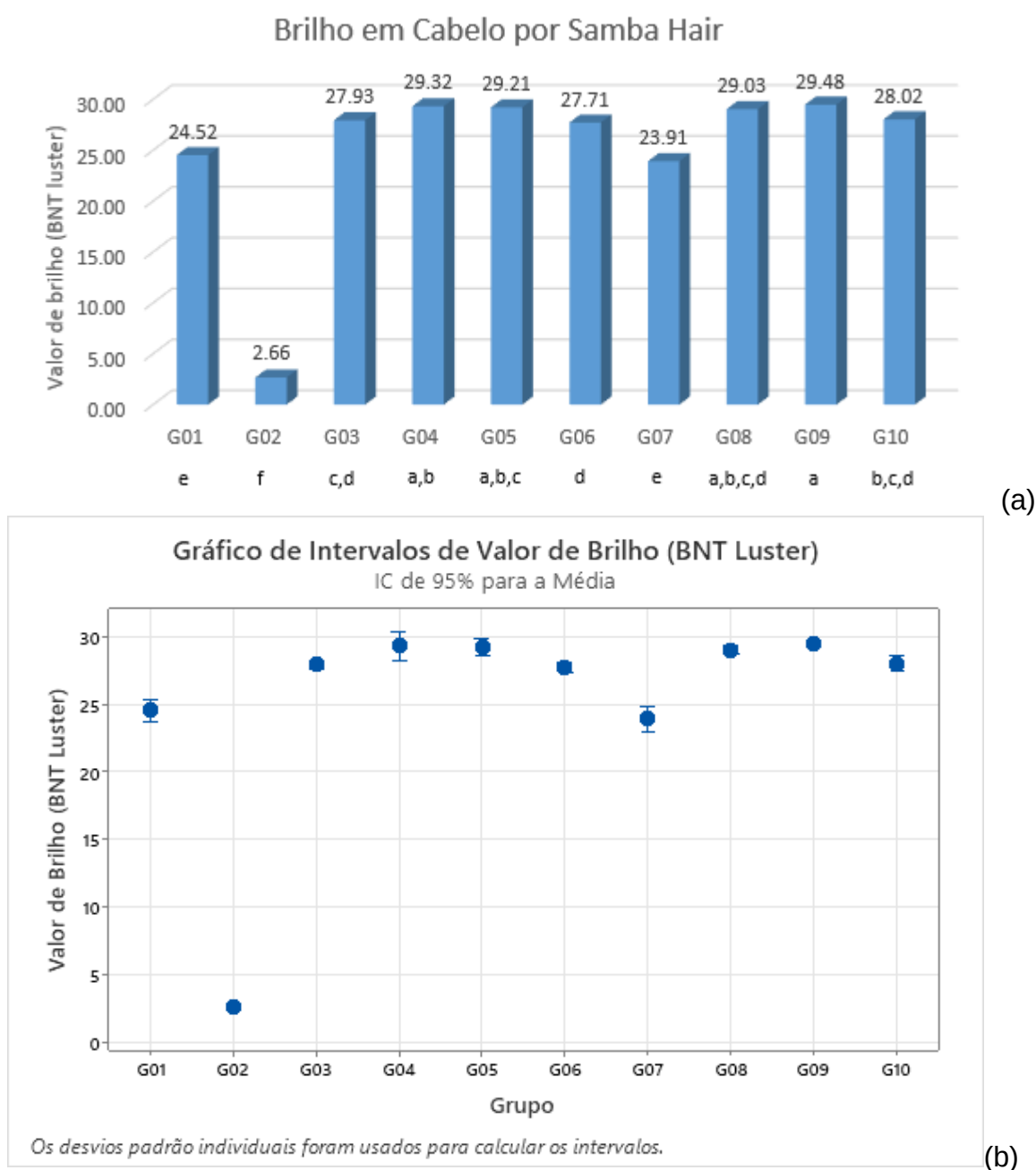


Figura 34. Resultados de Brilho capilar (*BNT luster*) por tratamento após avaliação por equipamento Samba Hair

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%. Em (a), as letras correspondem às variáveis de agrupamento da análise ANOVA com pós-teste de Tukey, sendo que médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes. Variáveis “a”: G04, G05, G08, G09; “b”: G04, G05, G08, G10; “c”: G03, G05, G08, G10; “d”: G03, G06, G08, G10; “e”: G01 e G07; e “f”: G02.

Ao verificar o agrupamento dos tratamentos, podemos verificar que houve diferença estatisticamente significativa entre os cabelos descoloridos e todos os demais, sendo que os cabelos descoloridos apresentaram média de brilho consideravelmente inferior a todos os demais tratamentos (cerca de 10 vezes menos).

Ao observar a comparação em relação aos cabelos virgens (G01), podemos observar que não houve diferença estatisticamente significativa quando comparado ao grupo G07, demonstrando que não houve nem melhora nem piora significativa no brilho capilar. Porém, houve diferença em comparação a todos os demais grupos. Ao compararmos as médias obtidas, pode-se verificar que os cabelos submetidos aos procedimentos de alisamento, com exceção do G07, apresentaram melhora estatisticamente significativa nos valores de brilho em comparação aos cabelos virgens.

Esse resultado corrobora com a literatura científica. Segundo pesquisa realizada por Bloch e colaboradores (2021), cabelos alisados com tioglicolato de amônio apresentaram melhor resultado de brilho capilar após análise sensorial por avaliadores treinados em comparação aos cabelos virgens. Os autores concluíram que tal resultado pode ter sido decorrente do maior alinhamento das fibras que ocorreu após o alisamento dos cabelos, promovendo maior reflexão da luz. Goshiyama (2019), por sua vez, avaliou o brilho capilar por Samba Hair de mechas alisadas a diferentes valores de pH (pH 1,00 e pH 2,00), comparativamente entre si e aos cabelos virgens, e concluiu que “quanto maior o brilho (*luster*), mais alinhado o fio”. A autora pontua se não seria adequado realizar comparação de brilho entre mechas de diferentes tonalidades e níveis de ondulação, uma vez que ambos os parâmetros interferem diretamente no brilho observado.

A aplicação de uma associação polimérica na preparação das amostras foi decisiva e fundamental no complemento da formação da emulsão carreadora, não apenas para o controle de viscosidade final ideal, mas, principalmente, para o controle da cinética de liberação dos ativos avaliados. As condições de adesividade polimérica das emulsões foram determinantes para o ganho de diâmetro e consequente aumento de resistência mecânica à tração, gerando proteção e preservando as características relacionadas ao comportamento térmico das mechas de cada grupo experimentado. Este fator está no centro das patentes mencionadas do tioglicolato de AMP e da cisteamina de sódio e, por isso, não foi aberto e nem detalhado ao longo do estudo.

A Tabela 19 abaixo contempla a correlação e resumo de todos os dados obtidos para os ensaios realizados, para todos os grupos de tratamento (G01 a G10).

Tabela 19. Resultados obtidos nos experimentos para todos os grupos de mechas avaliadas (G01 a G10)

Grupos de mechas		Ø	Poro.	DSC	TG	NF	Tração	Brilho
Natural	G01	2,04%	9,06%	235,3 °C	6,6% a 251,4 °C	99	0.0888	24,52
Descolorido	G02	-19,13%	8,09%	238,9 °C	8,7% a 252,4 °C	115	0.0520	2,66
Tioglicolato de amônio 13,3%	G03	6,63%	5,38%	235,6 °C	6,3% a 250,4 °C	85	0.0737	27,93
Tioglicolato de amônio 9,4%	G04	8,17%	7,35%	235,6 °C	3,8% a 243,3 °C	70	0.0919	29,32
Tioglicolato de AMP 12,5%	G05	12,25%	6,10%	235,5 °C	5,8% a 251,2 °C	93	0.0820	29,21
Tioglicolato de AMP 7,9%	G06	6,55%	7,08%	235,9 °C	10,1% a 251,2 °C	72	0.0823	27,71
Cisteamina de sódio 5%	G07	11,52%	7,82%	237,6 °C	5,9% a 249,9 °C	67	0.0852	23,91
Cisteamina de sódio 4%	G08	13,56%	5,95%	236,3 °C	5,9% a 250,1 °C	60	0.0869	29,03
Tiol de amônio + sódio 2%	G09	8,65%	7,04%	235,2 °C	5,9% a 250,1 °C	103	0.0786	29,48
Tiol de amônio + sódio 1%	G10	11,44%	5,51%	235,7 °C	5,9% a 250,3 °C	96	0.0829	28,02

Legenda: Ø = ganho ou perda de diâmetro do fio de cabelo; Poro. = taxa de porosidade (relacionada ao ensaio de MEV com análise de imagem); DSC = temperatura de desnaturação proteica da fibra capilar observada no ensaio de DSC; TG = percentual e temperatura de perda de massa observadas no ensaio de TG; NF = número total de fios desprendidos no ensaio de determinação da queda por quebra em máquina de ciclos térmicos; Tração = força (resistência) do fio observada no ensaio de resistência à tração, dados em kgf; Brilho = Valor de Brilho (BNT Luster) por Samba Hair.

Fonte: Autoria própria.

O cabelo descolorido (G02) corresponde a uma condição adversa por consequência de reação química e do perfil do desgaste proposto pela descoloração dos cabelos, caracterizada por intensa dilatação, em pH de aproximadamente 11,0, acompanhada da presença de agrupamento de persulfatos (de amônio, potássio e sódio), com potencial de oxidação extrema de 40 Volumes (12% de H₂O₂) por 60 minutos. Esta condição promove a diminuição de diâmetro destes cabelos,

promovendo afinamento da estrutura e diminuição brusca das camadas cuticulares, podendo até excluí-las totalmente em alguns casos, o que gera aumento da porosidade destes cabelos e, conseqüentemente, aumento da taxa de permeação, mudando completamente a forma como o cabelo se comportará quando em contato com qualquer mistura cosmética (Junior; Joeques 2006; Watanabe *et al.*, 2015; Wolfram; Lindemann, 1971). Nos ensaios realizados de microscopia de fluorescência, foi possível perceber a grande diferença de permeação nas mechas descoloridas. O experimento com este Grupo (G02) destacou dados que corroboram com publicações anteriores, para cabelos quimicamente processados nestas condições. Foi observada a perda de 19,13% do diâmetro e acúmulo de porosidade de 8,09% (MEV com análise de imagem), que, embora não tenha promovido diferença significativa quanto ao comportamento de desnaturação proteica (DSC), demonstrou perda acentuada de massa, com 8,7% de perda a 252,4°C. Isso representa uma perda de massa capilar 24,14% maior quando comparado com G01 (cabelo natural). Estas condições ocasionaram aumento do índice de queda por quebra em máquina de ciclos térmicos, alcançando um total de 115 fios após 3 ciclos de 500 passagens de escova, sendo 16,16% maior do que G01. Além disso, houve acentuado comprometimento da resistência mecânica à tração, com redução de 27,69%. Subentende-se que os fatores químicos causadores desta porosidade e comprometimento das condições gerais da estrutura promoveram uma série de irregularidades na superfície das mechas de G02 (descoloridos), atribuindo, assim, quase total comprometimento do fator de brilho dos cabelos, com redução do valor de brilho (*luster*) por Samba Hair de 24,52 em G01 para 2,66 em G02. Pode-se verificar, para este caso, a presença de uma superfície muito irregular e alta taxa de

porosidade, levando a uma extrema diferença entre os fatores de absorbância e de reflectância de luz (Essendoubi *et al.*, 2019; Zahn; Hilterhaus; Strubmann, 1986).

A correlação dos resultados de todas as metodologias aplicadas a cada uma das propostas técnicas orienta condições de calibração e ajustes de cada uma das formulações. Vale destacar que, para a atividade do desenvolvimento cosmético, estes fatores são essenciais para o bom desempenho de cada produto em questão, de acordo com a aplicação específica e a função proposta. Em situações específicas, podemos orientar o uso/aplicação do tioglicolato de amônio para produtos com foco em ondulação permanente. Em tais situações, é comum encontrarmos o ativo incorporado em emulsões com bases de acrilamidas ou mesmo em géis poliméricos, em faixas de pH mais moderadas, entre 7,50 e 8,50 (Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Quadflieg, 2003). Entende-se, assim, que, quando se muda o propósito e a função do produto, entre alisar ou cachear, muda-se junto todo o contexto da formulação, incluindo o tipo e o padrão do polímero e/ou associação polimérica, que deverá acompanhar a emulsão carreadora. Desta maneira, subentende-se que estas medições e resultados são capazes de orientar melhorias nos projetos de produtos desta modalidade.

Entende-se, também, que a participação de associações poliméricas nestas fórmulas assume fundamental importância quando relacionada ao propósito de cada produto em questão, sugerindo o uso de concentrações poliméricas excedentes levemente maiores para o controle do desgaste pós procedimento químico e de concentrações poliméricas excedentes maiores em produtos com a função de modelar cachos e ondas dos cabelos (Bolduc; Shapiro, 2001). Algumas formulações que atuam nas estruturas mais externas dos cabelos (camadas de cutículas), comumente citadas como as bases mais alcalinas – os lantionizadores, os

hidróxidos de sódio, guanidina, lítio e potássio, também podem atuar com este propósito e aplicação. Os resultados encontrados para a cisteamina e sódio demonstraram ganho de diâmetro de 11,52% em G07 e 13,56% em G08 (Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Quadflieg, 2003). Este registro de ganho de diâmetro sugere bom controle da taxa de porosidade pós-procedimento e boa estabilidade térmica da estrutura capilar, conferindo maior flexibilidade ao fio e diminuindo sensivelmente a queda por quebra em ciclos térmicos, com redução de 99 fios em G01 para 67 em G07 e para 60 em G08. Acompanhando estas condições, obtiveram-se índices de brilho pareados com as condições normais registradas em G01 (cabelo natural), sem diferenças estatísticas em relação a G07, e brilho ainda maior em G08, sugerindo que as concentrações poliméricas adicionadas na emulsão padrão aplicada à pesquisa encontra-se realmente muito próxima do ideal. Estes dados ainda corroboram com ganho de resistência mecânica de 7,08% em G07 e uma perda de resistência de 7,38% em G08, diretamente proporcionais à participação das concentrações poliméricas de cada emulsão. Vale destacar os eventos térmicos de natureza endotérmica registrados nos testes de DSC para G07 e G08 (cisteamina de sódio 5% e 4%, respectivamente) entre 175°C e 225°C, sugerindo o início das modificações estruturais pelas transições vítreas sinalizadas (Dias, 2015; Lima, 2016; Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Silva, 2015).

Os demais grupos experimentais estão escalonados pela capacidade de dilatação e pela cinética de liberação dos ativos em questão. Conceitualmente, já se esperava, dentre os ativos oxiredutores (os sais de ácido tioglicólico) avaliados, que o tioglicolato de amino metilpropanol oferecesse menor capacidade de modificação da estrutura capilar, seguido do tioglicolato de amônio, justamente por possuir um

dilatador mais forte, o hidróxido de amônio. Esperava-se, também, que a associação do tioglicolato de amônio com o tioglicolato de sódio conseguisse promover alterações de maior grau e intensidade, alcançando efeito liso mais acentuado. Teoricamente, aplica-se aqui o conceito de força de indução alisante por taxa de permeação para cada condição de partida e escolha da versão mais conveniente para cada situação. À medida que a resistência e a rigidez do cabelo a ser processado aumenta, a força do produto alisante e sua capacidade de permeação e interferência, também aumentam, para proporcionalizar a dificuldade (Martins Junior, 2015; Quadflieg, 2003).

Visualmente, os Grupos G03 (tioglicolato de amônio 13,3%) e o G09 (associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%) foram os que melhor desempenharam quanto ao potencial de alisamento dos cabelos, considerando em G09 a possibilidade de maior concentração da associação polimérica padrão na emulsão para controlar a força e a cinética de liberação do ativo pela emulsão. Obteve-se maior ganho de diâmetro em G09 (8,65%) quando comparado ao G03 (ganho de 6,63%). Ainda assim, a interação de G09 apresentou uma condição geral de interferência na fibra capilar maior do que em G03 quanto à taxa de porosidade, a qual em G03 foi de 5,38%, e em G09 foi de 7,04% (Martins Junior, 2015; Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Quadflieg, 2003).

Estes resultados corroboram com os valores de queda por quebra em ciclos térmicos (número total de fios), no qual G03 apresentou quebra de 85 fios (diminuição na taxa de queda por quebra de 16,47% em relação às mechas virgens – G01) e G09 apresentou quebra de 115 fios (aumento na taxa de queda por quebra de 4,04% comparado aos cabelos virgens). Com isso, podemos subentender que a formulação experimentada em G09 somente seria conveniente em situações de

cabelos mais grossos (maior diâmetro) e bem mais resistentes. Entre estes dois grupos que se destacaram quanto ao potencial alisante, não houve alterações relevantes quanto ao comportamento térmico das amostras (Dias, 2015; Lima, 2016; Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Silva, 2015).

Em análise dos resultados dos Grupos G05 e G06 (tioglicolato de amino metilpropanol a 12,5% e 7,9%, respectivamente) foi possível perceber um potencial alisante moderado quando comparado aos Grupos G03 e G09, com registro de ganho de diâmetro de 12,25% em G05 e 6,55% em G06, gerados pela mesma concentração polimérica padrão comum a todas as formulações testadas (Dussaud; Rana; Lam, 2013). Essa combinação de resultados explica, em G05, uma melhora de resistência à tração de 20,33% e melhora de 6,45% na queda por quebra em ciclos térmicos. Explica, também, em G06 a melhora na resistência mecânica à tração de 35,99%, e de 37,50% na queda por quebra em ciclos térmicos. Embora estes números possam representar um valor de ganho de massa superestimado, a pesquisa revelou perda de massa por teste térmico de TG de 10,10% a 251,2°C. A combinação dos dados sugere que o Grupo G06 somente apresentaria eficiência de potencial alisante em situações de cabelos mais finos e desgastados por altos níveis de oxidação, considerando ainda a capacidade de alta adesividade polimérica registrada em G05 e G06 para revestimentos mais intensos e modificações mais leves e menos profundas para cabelos descoloridos e/ou superclareados. O mesmo revestimento polimérico padrão das emulsões carreadoras correspondentes também promoveu aumento dos fatores de brilho, ajudado pela regularização da estrutura externa (Martins Junior, 2015; Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Quadflieg, 2003).

Com base nos resultados obtidos, pode-se inferir que os produtos alisantes de todos os grupos de tratamento se mostraram seguros para aplicação em cabelos caucasianos ondulados, tanto pela aprovação nos estudos de corrosividade dérmica, como pela eficácia das avaliações instrumentais de resistência à tração e morfologia. Além disso, os ensaios permitiram verificar que cada uma das formulações possui melhor aplicabilidade para cabelos em determinadas condições, conforme exposto a seguir (Martins Junior, 2015; Miranda-Vilela; Botelho; Muehlmann, 2014; Quadflieg, 2003).

A cisteamina de sódio (G07 e G08) se mostrou ideal para estruturas mais rígidas e com maiores necessidades de modificações na estrutura externa, como é o caso de cabelos crespos (Tipo 4) e cacheados (Tipo 3). A antecipação da transição vítrea, identificada nos gráficos de DSC, aponta melhor aplicabilidade nestes tipos de cabelos, favorecido pelo ganho de diâmetro e resistência, justamente por assumir maior flexibilidade na estrutura, diminuindo de forma acentuada a queda por quebra em ciclos térmicos, além de melhorar o fator de brilho (Quadflieg, 2003).

O tioglicolato de amônio (G03 e G04) se destacou pelo potencial alisante e boa permeação apontada na microscopia de fluorescência. Estes grupos apresentaram notável equilíbrio de formulação, assim como um desempenho linear quanto às concentrações. Tecnicamente a aplicação deste recurso tem sido orientada para cabelos caucasianos do Tipo 2, de ondas abertas e marcadas, mesmo sendo oxidados em até 20 Volumes (6% de H_2O_2) (Barreto *et al.*, 2021; Leite; Garbossa; Campos, 2018; Petry, 2013).

O tioglicolato de amino metilpropanol (G05 e G06) mostrou dados consistentes, embora sua capacidade de alisamento tenha sido moderada quando comparada com os Grupos G03 e G09. Conforme esperado, os dados anteriores encontrados

por Martins Junior (2015) corroboram com os dados encontrados nesta pesquisa, confirmando que o melhor cenário de uso/aplicação para este ativo a ser sugerido é para cabelos caucasianos do tipo 2, com texturas mais finas, além dos oxidados a 30 ou 40 Volumes (9% e 12% de H_2O_2 , respectivamente). Sugere-se, ainda, o uso para cabelos anteriormente processados por procedimentos químicos (Martins Junior, 2015).

Para a associação do tioglicolato de amônio com o tioglicolato de sódio, foram obtidos resultados seguros e estáveis, com bom controle da força de atuação, em particular para G09, com desempenho acentuado quanto à capacidade de alisamento. Destaca-se seu uso/aplicação para cabelos caucasianos do tipo 2, com texturas media-grossa, de maior resistência e ondas acentuadas (Quadflieg, 2003).

Considerações finais:

Em vista do exposto, propõe-se pesquisas futuras envolvendo combinações de diferentes formulações, criando novas calibrações e possibilidades a partir da participação de polímeros específicos para acentuar os efeitos de alisamentos ou mesmo de ondulações permanentes, gerando revestimento polimérico e amenizando o desgaste destes processos químicos no cabelo (Martins Junior, 2015).

6. CONCLUSÕES

- Foram preparadas, no total, 4 formulações com componentes ativos alisantes, em 2 diferentes níveis de concentração (uma mais alta/forte e outra mais baixa/fraca), as quais se mostraram quimicamente estáveis, eficazes e seguras segundo o estudo de corrosividade dérmica.
- Cada ativo avaliado se mostrou eficaz para o alisamento ou redução de volume de determinado tipo de cabelo, conforme a interpretação dos dados dos testes realizados, sendo que todas se mostraram seguros em relação ao dano capilar.
- O tioglicolato de amônio (G03 e G04) se mostrou apropriado para cabelos caucasianos do tipo 2 e cabelos cacheados do tipo 3, considerando dados desta pesquisa e apontamentos técnicos relevantes de pesquisas anteriores.
- O tioglicolato de AMP (G05 e G06) mostrou-se ideal para cabelos caucasianos do tipo 2 com texturas mais finas e/ou quimicamente processados, considerando dados destas pesquisas e dados relacionados de pesquisas anteriores.
- O cisteamina de sódio (grupos G07 e G08) mostrou-se ideal para cabelos crespos (tipo 4) e cacheados (tipo 3), apenas para redução e controle de volume dos cabelos, considerando dados desta pesquisa.
- A associação do tioglicolato de amônio com o tioglicolato de sódio (G09 e G10) mostrou-se ideal para o alisamento de cabelos caucasianos do tipo 2 e do tipo 3 com textura media-grossa, com maior resistência e ondas acentuadas.

- Novas pesquisas poderão ampliar conhecimentos a respeito do gerenciamento das variáveis estudadas aqui, para o desenvolvimento de novos produtos para modificação de formas e texturas dos cabelos.

REFERÊNCIAS

- ANVISA. Guia para Avaliação de Segurança de Produtos Cosméticos Guia para Avaliação de Segurança de Produtos Cosméticos. **ANVISA**, v. 2, p. 1–74, 2012.
- ANVISA. **Farmacopeia Brasileira**. 6. ed. Brasília: Agência Nacional de Vigilância Sanitária, 2019.
- ASBECK, S. *et al.* Afro-Ethnic Hairstyling Trends, Risks, and Recommendations. **Cosmetics**, v. 9, n. 1, 2022.
- BARRETO, T. *et al.* Straight to the point: What do we know so far on hair straightening? **Skin Appendage Disorders**, v. 7, n. 4, p. 265–271, 2021.
- BLOCH, L. D. *et al.* Chemical and physical damage affect the perceptions of hair attributes: A quantitative sensory assessment by a trained panel. **Journal of Sensory Studies**, v. 36, n. 1, 2021.
- BOLDUC, C.; SHAPIRO, J. Hair care products: Waving, straightening, conditioning, and coloring. **Clinics in Dermatology**, v. 19, n. 4, p. 431–436, 2001.
- BOSSA NOVA VISION. **Samba Hair: Hair shine measurements for claims and research**. Los Angeles: Bossa Nova Vision, [2023]. Disponível em: <https://www.bossanovavision.com/homepage/cosmetic-testing/samba-hair/>. Acesso em: 7 jun. 2023.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Instrução Normativa - IN nº 124, de 24 de março de 2022. **Diário Oficial da União**: n. 61, p. 295, 30 mar. 2022.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Instrução Normativa IN nº 220, de 13 de abril de 2023. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, p. 72, 14 abr. 2023.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução de Diretoria Colegiada - RDC nº 409, de 27 de julho de 2020. **Diário Oficial da União**: Seção 1, Brasília, DF, p. 144, 29 jul. 2020.
- BREAKSPEAR, S.; NOECKER, B.; POPESCU, C. Hair mechanical anisotropy-What does it tell us? **Journal of Cosmetic Science**, v. 69, n. 5, p. 305–313, 2018.
- BRETZKE, P. E. **Caracterização e disponibilidade biológica in vitro e ex vivo de argilominerais utilizados como insumos farmacêuticos e cosméticos**. 2015. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) - Universidade do Vale do Itajaí (UNIVALI), 2015.
- BRYANT, H. *et al.* Hair Straightening. **Cosmetic Dermatology: Products and Procedures**, n. March, p. 248–255, 2010.
- BURNETT, C. L. *et al.* Safety Assessment of Inorganic Hydroxides as Used in

Cosmetics. **International Journal of Toxicology**, v. 40, n. 2_suppl, p. 16S-35S, 2021.

GONZÁLEZ, M. DE LOS Á. C. **Formulación de un tratamiento capilar alisador semipermanente a base de sulfito de sodio y urea**. 2012. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química) - Facultad de Ingeniería, Universidad Rafael Landívar, Guatemala, 2012.

CHORILLI, M. *et al.* Toxicologia dos cosméticos. **Latin American Journal of Pharmacy**, v. 26, n. 1, p. 144–154, 2007.

CLOETE, E.; KHUMALO, N. P.; NGOEPE, M. N. The what, why and how of curly hair: A review. **Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 475, n. 2231, 2019.

CODERCH, L. *et al.* Hair Lipid Structure: Effect of Surfactants. **Cosmetics**, v. 10, n. 4, 2023.

COLENCI, A. V. **Degradação do cabelo humano causada pelo uso de alisantes contemporâneos e outros processos químicos**. 2017. Tese (Doutorado em Ciências) – Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2017.

DA GAMA, R. M.; BABY, A. R.; VELASCO, M. V. R. In vitro methodologies to evaluate the effects of hair care products on hair fiber. **Cosmetics**, v. 4, n. 1, p. 1–10, 2017.

DAMAZIO, M. G.; MAKINO, R. DE F. L. **Terapia Capilar: Uma abordagem inter e multidisciplinar**. 1. ed. São Paulo: RED Publicações, 2017.

DE LABBEY, A. **Composicion cosmetica reductora para la deformación permanente de los cabellos, a base de un éster de ácido tioglicólico y de N-acil (C2-C4) cisteamina y su procedimiento de realización**. Depositante: L'Oreal. ES 2 057 791. Depósito: 07 ago. 1991. Concessão: 16 out. 1994.

DE LABBEY, A. Y; PATAUT, F. **Composición reductora que comprende un ácido aminado básico y un polímero catiónico**. Depositante: L'Oreal. 2 116 132. Depósito: 31 jul. 1996. Concessão: 01 jul. 1998.

DEB-CHOUDHURY, S. Disulphide Crosslinks. 2018.

DIAS, T. C. DE S. **Avaliação in vitro do efeito de diferentes processos de alisamento químico/térmico na fibra capilar**. 2015. Tese (Doutorado em Fármaco e Medicamentos) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015.

DOS SANTOS SILVA, A. L.; JOEKES, I. Rhodamine B diffusion in hair as a probe for structural integrity. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 40, n. 1, p. 19–24, 2005.

DUSSAUD, A.; RANA, B.; LAM, H. T. Progressive hair straightening using an

automated flat iron: Function of silicones. **Journal of Cosmetic Science**, v. 64, n. 2, p. 119–131, 2013.

ESSENDUBI, M. *et al.* Conformation changes in human hair keratin observed using confocal Raman spectroscopy after active ingredient application. **International Journal of Cosmetic Science**, v. 41, n. 3, p. 203–212, 2019.

FELLOWS, A. P.; CASFORD, M. T. L.; DAVIES, P. B. Nanoscale Molecular Characterization of Hair Cuticle Cells Using Integrated Atomic Force Microscopy–Infrared Laser Spectroscopy. **Applied Spectroscopy**, v. 74, n. 12, p. 1540–1550, 2020.

FINK, B. *et al.* Age, health and attractiveness perception of virtual (rendered) human hair. **Frontiers in Psychology**, v. 7, p. 1–12, 2016.

FRANGIE, C. M. *et al.* **MILADY STANDARD COSMETOLOGY**. USA: Cengage Learning, 2012.

GAO, T.; PEREIRA, A.; ZHU, S. Study of hair shine and hair surface smoothness. **Journal of Cosmetic Science**, v. 60, p. 187–197, 2009.

GEORGE, N. M.; POTLAPATI, A. What do we need to know about hair straightening? **International Journal of Research in Dermatology**, v. 7, n. 5, p. 748, 2021.

GOSHIYAMA, A. M. **Avaliação das Propriedades das Fibras Capilares Tratadas com Alisante Ácido com Diferentes Valores de pH**. 2019. Dissertação (Mestrado em Fármaco e Medicamentos) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.

GUIA de controle de qualidade de produtos cosméticos: Uma abordagem sobre os ensaios físicos e químicos. 2. ed. Brasília: ANVISA, 2008. 120 p. ISBN 78-85-88233-34-8.

GUIA de Estabilidade de Produtos Cosméticos. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. 1. ed. Brasília: ANVISA, 2004. 52 p. (Série Qualidade em Cosméticos; v. 1). ISBN 85-88233-15-0.

HALAL, J. **Tricologia e a química cosmética capilar**. São Paulo: Cengage Learning, 2016.

HARLAND, D. *et al.* **Cause of curve , single wool fibres**, 2018.

HATSBACH DE PAULA, J. N.; BASÍLIO, F. M. A.; MULINARI-BRENNER, F. A. Effects of chemical straighteners on the hair shaft and scalp. **Anais Brasileiros de Dermatologia**, v. 97, n. 2, p. 193–203, 2022.

JEON, S. Y. *et al.* A new method for investigation of the hair shaft: Hard X-ray microscopy with a 90-nm spatial resolution. **Yonsei Medical Journal**, v. 49, n. 2, p. 337–340, 2008.

JI, J. H. *et al.* The ethnic differences of the damage of hair and integral hair lipid after ultra violet radiation. **Annals of Dermatology**, v. 25, n. 1, p. 54–60, 2013.

JOHNSON, B. *et al.* Long-Lasting Care and Protection for Damaged Hair Help Restore Hair's Hydrophobic State Featured DOWSIL™ Brand Silicones. p. 7081, 2018.

JUNIOR, A. R. DOS S.; JOEKES, I. **avaliação de danos induzidos por descoloração em cabelos caucasiano , negróide e oriental**. 2006. Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2006.
KODÁIRA, F. O uso do ácido glioixílico em formulações cosméticas. v. 24, n. 1, p. 45–46, 2014.

KUZUHARA, A. Analysis of Structural Changes in Bleached Keratin Fibers Black and White Human Hair) Using Raman Spectroscopy. **Biopolymers**, v. 81, p. 506–514, 2006.

LEITE, M. G. A.; GARBOSSA, W. A. C.; CAMPOS, P. M. B. G. M. Hair straighteners: An approach based on science and consumer profile. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 54, n. 3, p. 1–8, 2018.

LEONARDI, G. R.; ELIAS, V. R. S. **COSMETOLOGIA E EMPREENDEDORISMO: Perspectivas para a criação de Novos Negócios**. São Paulo: Editora Pharmabooks, 2015.

LEROY, F. *et al.* **Composición cosmética para una permanente de los cabellos que contiene como reductor bromhidrato de cisteína y/o bromhidrato de mercapto-2 etilamina**. Depositante: L'Oreal. ES 2 078 817. Depósito: 27 nov. 1992. Concessão: 16 dez. 1995.

LIMA, C. R. R. C. *et al.* Alterations promoted by acid straightening and/or bleaching in hair microstructures. **Journal of Applied Crystallography**, v. 56, p. 1002–1014, 2023.

LIMA, C. R. R. DE C. **Caracterização físico-química e analítica de fibras capilares e ingredientes cosméticos para proteção**. 2016. Tese (Doutorado em Fármaco e Medicamentos) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2016.

LÓPEZ, L. F. O. **Desarrollo de la fórmula cualitativa y cuantitativa de un tratamiento capilar en 3 etapas, con efecto de alisado permanente a base de sulfito de sodio, aminoácidos de trigo, queratina hidrolizada y urea**. 2016. Trabalho de Conclusão de Curso – Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala, 2016.

LOURENÇO, C. B. *et al.* Brief descriptions of the principles of prominent methods used to study the penetration of materials into human hair and a review of examples of their use. **International Journal of Cosmetic Science**, v. 43, n. 2, p. 113–122, 2021.

MARTÍ, M. *et al.* The influence of hair lipids in ethnic hair properties. **International Journal of Cosmetic Science**, v. 38, n. 1, p. 77–84, 2016.

MARTINS JUNIOR, C. **Composto químico útil para redução progressiva do volume de cabelos, processo de obtenção de composto químico útil para redução progressiva do volume de cabelos, formulação de produto redutor de volume para os cabelos**. Depositante: Bruno Felipe Martins. BR 102013017342-8 -. Concessão: 2013.

MARTINS JUNIOR, C. **Estudo da formação, aplicação e do desempenho do tioglicolato de amino metilpropanol como um novo composto químico para tratamento de controle e redução de volume dos cabelos**. 2015. Dissertação (Mestrado em Processos Industriais) - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, São Paulo, 2015.

MARTINS JUNIOR, C. **Composto químico útil para redução do volume e/ou alisamento de cabelos, processo de obtenção do composto, solução útil para redução do volume e alisamento de cabelos, processo de obtenção de solução, formulação de produto redutor**. Depositante: Bruno Felipe Martins. BR 102017001864-4 A2. Concessão: 2018.

MARTINS JUNIOR, C. **Novo composto químico vantajoso para redução do volume e/ou alisamento de cabelos, processo de obtenção do novo composto, solução vantajosa para redução do volume e alisamento de cabelos, processo de obtenção de solução, formulação**. Depositante: Bruno Felipe Martins. BR 102022004790-1 A2. Concessão: 2023.

MIRANDA-VILELA, A. L.; BOTELHO, A. J.; MUEHLMANN, L. A. An overview of chemical straightening of human hair: Technical aspects, potential risks to hair fibre and health and legal issues. **International Journal of Cosmetic Science**, v. 36, n. 1, p. 2–11, 2014.

MOHIUDDIN, A. K. Chemistry behind Cosmetics: An Extensive Review. **Scholars International Journal of Chemistry and Material Sciences Abbreviated Key Title: Sch Int J Chem Mater Sci**, v. 8669, p. 54–79, 2019.

MONTEIRO, V. F.; MACIEL, A. P.; LONGO, E. Thermal analysis of caucasian human hair. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 79, n. 2, p. 289–293, 2005. NAKANO, A. K. **Comparação de danos induzidos em cabelos de três etnias por diferentes tratamentos**. 2006. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2006.

NEILL, P. *et al.* **Composición de ondulación permanente y procedimiento**. Depositante: UNILEVER. 2 204 928. Depósito: 16 ago. 1995. Concessão: 01 mai. 2004.

NISSIMOV, J. N.; DAS CHAUDHURI, A. B. Hair curvature: A natural dialectic and review. **Biological Reviews**, v. 89, n. 3, p. 723–766, 2014.

OECD. Test No. 431: In vitro skin corrosion: reconstructed human epidermis (RHE) test method. **OECD Guidelines for the Testing of Chemicals**, n. Section 4, 2019.

PETRY, D. **Tioglicolato de amônio: avaliação in vitro de liberação, atividade antioxidante e geração de resíduos**. 2013. Dissertação (Mestrado em Ambiente e Desenvolvimento) - UNIVATES, Lajeado, 2013.

POPESCU, C.; GUMMER, C. DSC of human hair: a tool for claim support or incorrect data analysis? **International Journal of Cosmetic Science**, v. 38, n. 5, p. 433–439, 2016.

QUADFLIEG, J. M. **Fundamental properties of Afro-American hair as related to their straightening/relaxing behaviour**. 2003. Tese (Doutorado em Química) - Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, Dortmund, 2003.

ROBBINS, C. R. **Chemical and Physical Behavior of Human Hair**. 5. ed. Berlin: Springer Berlin Heidelberg, 2012.

SARRUF, F. D. **Cosmetic attributes (oiliness reduction and firmness) from face masks composed of red, green and black clays**. 2024. Tese (Doutorado em Fármaco e Medicamentos) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2024.

SILVA, N. C. C. DA. **Caracterização Termomecânica De Danos Em Amostras De Cabelos Afro Pós-Tratados Rio De Janeiro**. 2015. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Orgânicos e Bioquímicos) – Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2015.

SISHI, V. N. B.; VAN WYK, J. C.; KHUMALO, N. P. The pH of lye and no-lye hair relaxers, including those advertised for children, is at levels that are corrosive to the skin. **South African Medical Journal**, v. 109, n. 12, p. 941–946, 2019.

SOFIA, C.; PEIXOTO, A. Desenvolvimento de métodos expeditos para quantificação de cisteína / cistina. p. 96, 2013.

STANBOROUGH, R. J. **How to Identify and Style Your Hair Type**. Healthline: [2023]. Disponível em: <https://www.healthline.com/health/beauty-skin-care/types-of-hair>. Acesso em: 7 jul. 2023.

TECHNICAL RESOURCES INTERNATIONAL. **Thioglycolic Acid, Salts and Esters**. Technical Resources International, [2024]. Disponível em: https://ntp.niehs.nih.gov/sites/default/files/ntp/htdocs/chem_background/exsumpdf/so_diumthioglycolate_508.pdf. Acesso em: 20 jun. 2024.

UNITED STATES PHARMACOPEIA. **USP 29-NF 24 - Sodium hydroxide**. United States Pharmacopeia, 2006. Disponível em: http://ftp.uspbpep.com/v29240/usp29nf24s0_m76640.html. Acesso em: 17 ago. 2023.

UYAMA, M. *et al.* Promotion of glyoxylic acid penetration into human hair by glycolic acid. **International Journal of Cosmetic Science**, v. 45, n. 2, p. 246–254, 2023.

VAN WYK, J. C. *et al.* No-lye not better than lye relaxers. **Journal of Cosmetic Science**, v. 65, n. 6, p. 403–405, 2014.

VELASCO, M. V. R. *et al.* Hair fiber characteristics and methods to evaluate hair physical and mechanical properties. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 45, n. 1, p. 153–162, 2009.

VINCENT P. PIGIET. **Use of thioredoxin, thioredoxin-derived, or thioredoxin-like dithiol peptides in hair care preparations**. Depositante: Repligen Corporation. 4,935,231. Depósito: 04 jan.1988. Concessão: 19 jun. 1990.

WADE, M. Investigating the origins of macroscopic variation in differential ethnic hair types. n. May, p. 1–297, 2013.

WAGNER, R. DE C. C. **A estrutura da medula e sua influencia nas propriedades mecanicas e de cor do cabelo**. 2006. Tese (Doutorado em Ciências) – Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

WANG, L. *et al.* Kinetics and Equilibrium of Solute Diffusion into Human Hair. **Annals of Biomedical Engineering**, v. 40, n. 12, p. 2719–2726, 2012.

WATANABE, K. *et al.* Cysteic Acid Formation Behaviors in Bleached Hair of Southeast Asian Characterized by Infrared Spectroscopy. **Advances in Life Sciences**, v. 5, n. 4, p. 85–89, 2015.

WESTGATE, G. E.; GINGER, R. S.; GREEN, M. R. The biology and genetics of curly hair. **Experimental Dermatology**, v. 26, n. 6, p. 483–490, 2017.

WOLFRAM, L. J.; LINDEMANN, M. K. O. Some observations on the hair cuticle. v. 850, p. 839–850, 1971.

WORTMANN, F. J. *et al.* pH-equilibration of human hair: Kinetics and pH-dependence of the partition ratios for H⁺ – and OH[–] -ions based on a Freundlich isotherm. **Biophysical Chemistry**, v. 297, p. 1-8, 2023.

WORTMANN, F. J.; POPESCU, C.; SENDELBACH, G. Effects of reduction on the denaturation kinetics of human hair. **Biopolymers**, v. 89, n. 7, p. 600–605, 2008.

WORTMANN, F. J.; WORTMANN, G.; POPESCU, C. Linear and nonlinear relations between DSC parameters and elastic moduli for chemically and thermally treated human hair. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 140, n. 5, p. 2171–2178, 2020.

ZAHN, H.; HILTERHAUS, S.; STRUBMANN, A. Bleaching and permanent waving aspects of hair research. **J. Soc. Cosmet. Chem**, v. 175, p. 159–175, 1986.

ANEXO 1 – RESULTADOS BRUTOS E ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE DIÂMETRO DO FIO DE CABELO

Análise estatística dos dados de diâmetro do fio de cabelo – comparação entre os grupos de tratamento por análise de variância (ANOVA) com pós-teste de Tukey – saída do programa Minitab:

Análise Estatística – Diâmetro do fio

Tempo experimental – T0

Método

Hipótese nula Todas as médias são iguais
Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais
Nível de significância $\alpha = 0,05$

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

Informações dos Fatores

Fator	Níveis	Valores
Fator	10	G1; G2; G3; G4; G5; G6; G7; G8; G9; G10

Análise de Variância

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Fator	9	2642	293,54	4,11	0,000
Erro	990	70726	71,44		
Total	999	73368			

Sumário do Modelo

<u>S</u>	<u>R2</u>	<u>R2(aj)</u>	<u>R2(pred)</u>
8,45225	3,60%	2,72%	1,64%

Médias

Fator	N	Média	DesvPad	IC de 95%
G1	100	66,730	9,470	(65,071; 68,389)
G2	100	63,40	10,49	(61,74; 65,06)
G3	100	61,58	11,72	(59,92; 63,24)
G4	100	62,060	6,121	(60,401; 63,719)
G5	100	61,12	10,91	(59,46; 62,78)
G6	100	62,020	6,239	(60,361; 63,679)
G7	100	61,650	6,901	(59,991; 63,309)
G8	100	62,470	6,864	(60,811; 64,129)
G9	100	63,590	6,227	(61,931; 65,249)
G10	100	64,600	6,962	(62,941; 66,259)

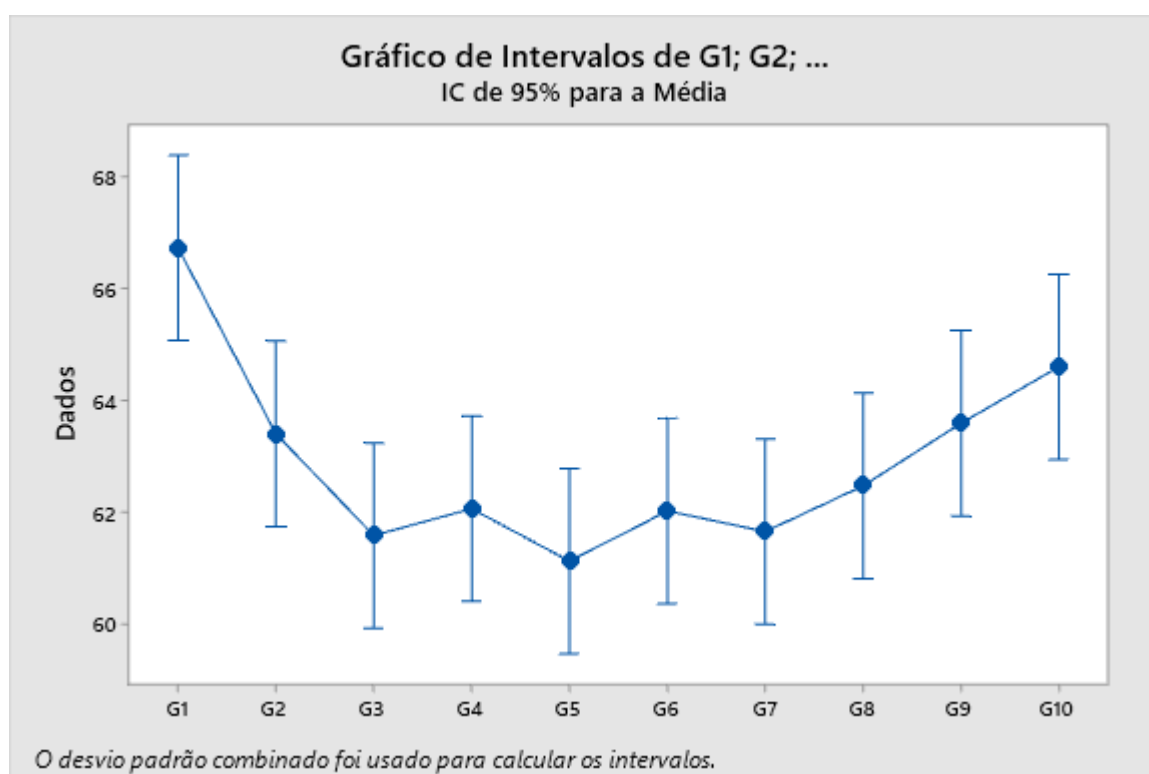
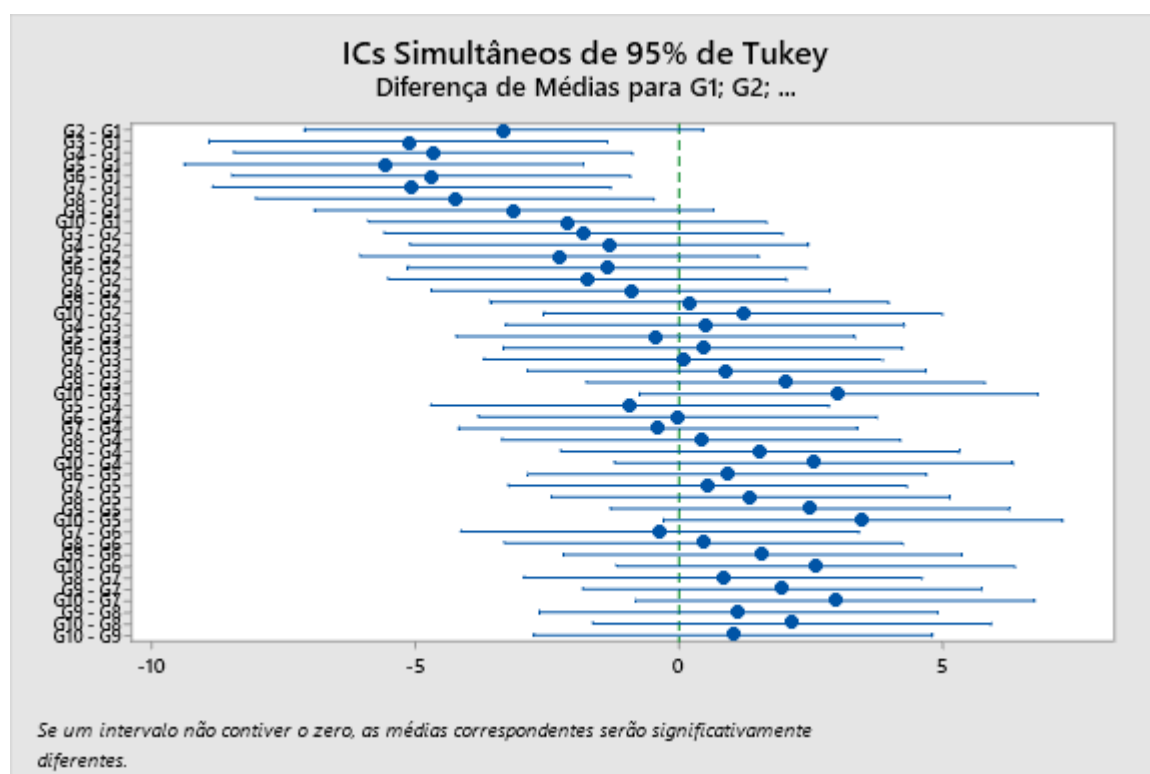
DesvPad Combinado = 8,45225

Comparações Emparelhadas de Tukey

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança

Fator	N	Média	Agrupamento
G1	100	66,730	A
G10	100	64,600	A
G9	100	63,590	A
G2	100	63,40	A
G8	100	62,470	B
G4	100	62,060	B
G6	100	62,020	B
G7	100	61,650	B
G3	100	61,58	B
G5	100	61,12	B

Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.



Tempo experimental – T1

Método

Hipótese nula	Todas as médias são iguais
Hipótese alternativa	Nem todas as médias são iguais
Nível de significância	$\alpha = 0,05$

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

Informações dos Fatores

Fator	Níveis	Valores
Fator	10	G1; G2; G3; G4; G5; G6; G7; G8; G9; G10

Análise de Variância

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Fator	9	24457	2717,47	35,16	0,000
Erro	990	76520	77,29		
Total	999	100977			

Sumário do Modelo

<u>S</u>	<u>R²</u>	<u>R²(aj)</u>	<u>R²(pred)</u>
8,79162	24,22%	23,53%	22,68%

Médias

Fator	N	Média	DesvPad	IC de 95%
G1	100	68,090	6,937	(66,365; 69,815)
G2	100	53,220	7,855	(51,495; 54,945)
G3	100	65,660	8,983	(63,935; 67,385)
G4	100	67,130	7,348	(65,405; 68,855)
G5	100	68,730	8,758	(67,005; 70,455)
G6	100	66,080	9,660	(64,355; 67,805)
G7	100	68,750	8,541	(67,025; 70,475)
G8	100	70,94	12,46	(69,21; 72,67)
G9	100	69,090	9,345	(67,365; 70,815)
G10	100	71,990	6,545	(70,265; 73,715)

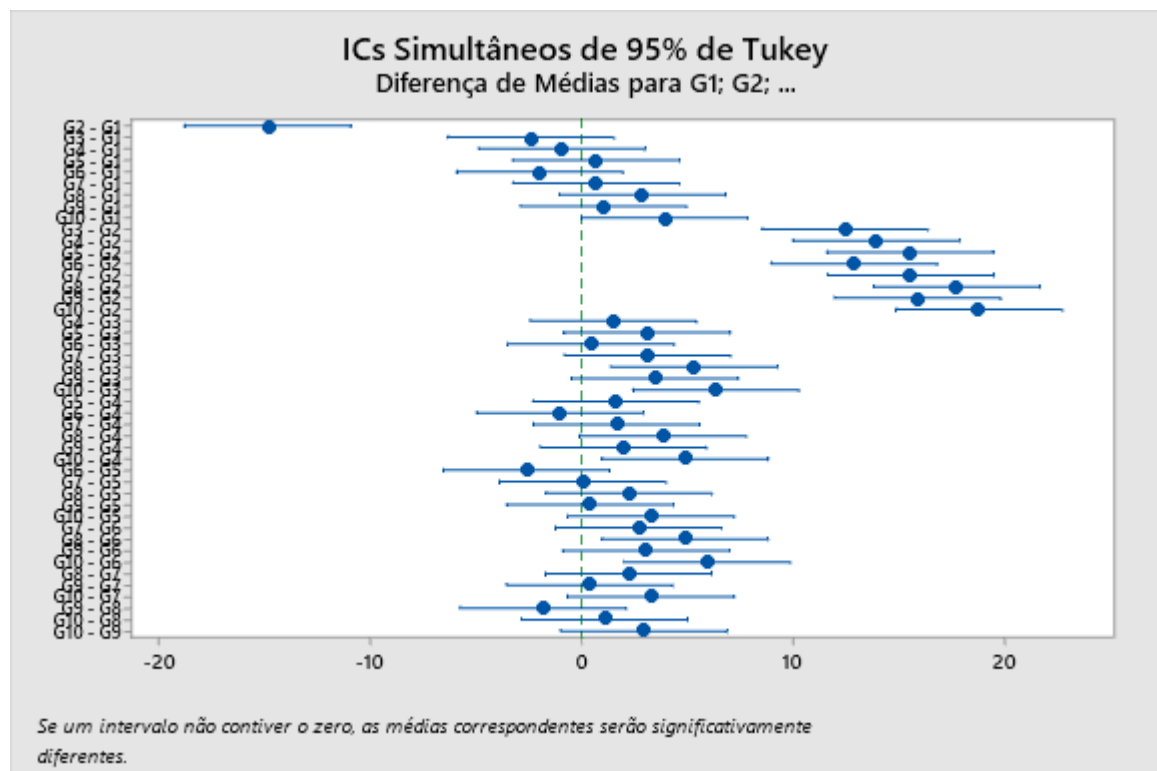
DesvPad Combinado = 8,79162

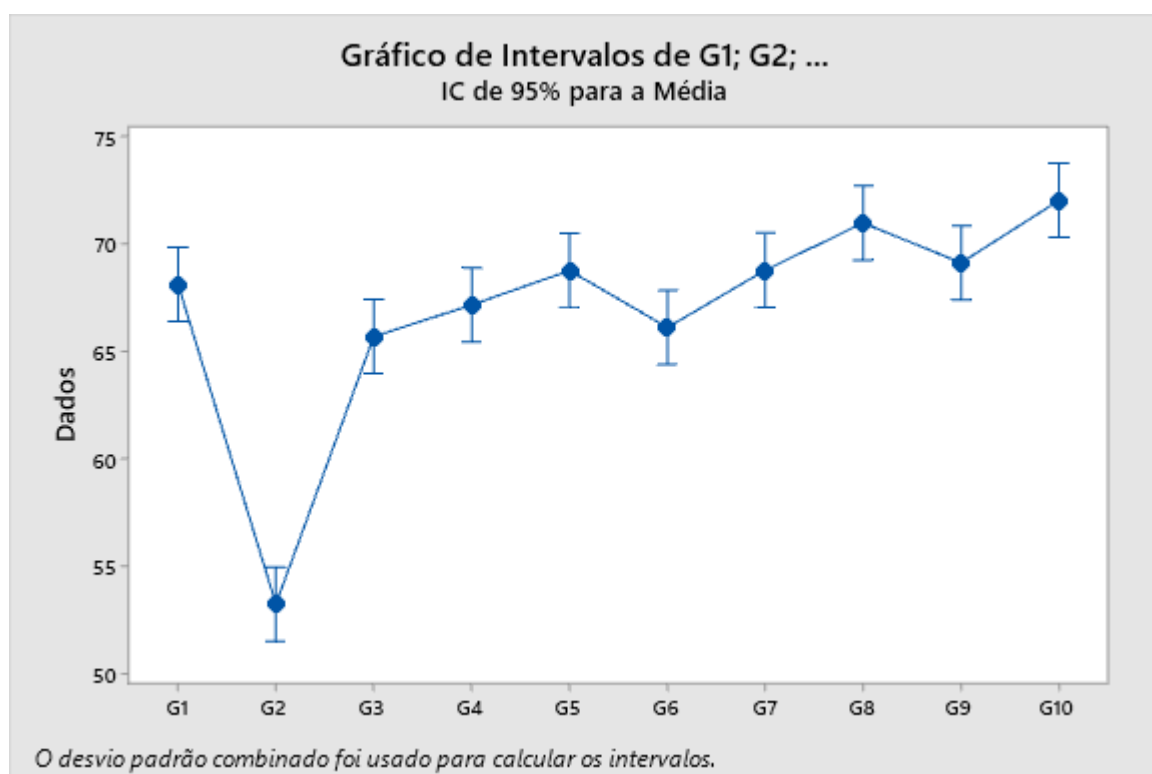
Comparações Emparelhadas de Tukey

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança

<u>Fator</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
G10	100	71,990	A
G8	100	70,94	A B
G9	100	69,090	A B C
G7	100	68,750	A B C
G5	100	68,730	A B C
G1	100	68,090	A B C
G4	100	67,130	A B C
G6	100	66,080	A C
G3	100	65,660	A C
G2	100	53,220	D

Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.





Nº. Fio	DIÂMETRO DO FIO DE CABELO (µm)																			
	G01		G02		G03		G04		G05		G06		G07		G08		G09		G10	
	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf
1	75	72	70	60	60	63	70	77	67	73	67	68	69	68	60	63	67	74	69	73
2	68	58	68	69	72	83	65	64	61	69	61	61	60	73	65	82	70	62	66	64
3	65	70	71	47	56	54	68	74	50	67	50	52	75	87	59	72	65	67	68	60
4	62	69	64	65	54	61	70	71	62	64	62	63	73	79	50	80	60	64	70	67
5	70	65	57	53	61	69	68	67	50	52	50	72	61	73	68	68	78	78	72	73
6	78	66	69	62	63	60	60	75	56	67	65	58	66	73	61	69	70	74	56	68
7	79	71	68	55	60	54	63	73	58	83	58	70	52	90	52	64	62	65	67	74
8	65	62	60	43	57	57	65	73	65	76	65	62	59	72	66	88	64	79	64	72
9	56	66	59	57	85	80	60	73	75	78	60	66	57	66	65	71	51	61	62	70
10	60	67	72	51	71	59	55	62	58	70	58	67	52	70	74	62	62	73	58	76
11	69	63	65	44	67	67	60	69	72	80	52	66	66	74	77	65	63	75	65	66
12	78	70	60	61	68	64	63	66	66	65	65	62	73	83	60	73	60	60	72	60
13	74	72	53	72	69	71	69	69	52	67	62	81	64	76	62	78	65	73	75	82
14	55	66	62	69	63	58	58	65	55	61	64	59	61	73	50	89	66	57	68	62
15	52	66	58	43	77	61	60	62	68	75	68	68	52	88	67	65	55	58	60	71
16	56	67	66	41	81	64	63	70	49	56	69	67	60	65	50	64	62	74	65	65
17	59	69	64	46	72	62	61	68	78	59	58	52	69	66	59	90	64	76	68	79
18	85	64	75	56	74	82	56	62	52	68	62	67	60	64	61	71	51	62	63	70
19	76	70	70	66	69	62	67	70	68	74	70	73	58	81	60	83	52	74	55	77
20	69	72	45	49	76	63	70	78	64	55	64	64	63	82	58	64	66	60	56	72
21	75	57	48	44	82	71	59	62	41	49	71	84	69	64	73	74	78	77	54	68
22	84	66	79	55	86	54	71	80	45	66	75	71	70	60	64	70	64	59	72	66
23	80	67	80	57	74	64	60	66	63	75	70	82	62	65	51	54	62	61	66	74
24	87	74	84	50	65	75	65	72	76	87	66	63	57	59	50	91	71	78	73	80
25	65	61	75	53	56	49	52	61	55	64	85	79	68	70	62	67	68	71	65	87
26	74	72	71	55	61	77	50	56	68	63	68	59	52	53	63	79	57	70	58	66
27	75	63	68	51	68	71	58	67	70	75	60	73	75	71	69	66	68	77	64	84
28	64	67	64	53	60	59	55	72	58	77	68	58	67	72	57	61	62	74	73	81
29	60	69	67	57	53	64	50	64	52	70	72	63	60	68	61	52	66	70	60	78
30	55	67	72	52	70	69	66	67	62	72	62	69	55	81	68	61	54	65	74	82
31	60	69	74	56	75	67	50	71	59	73	69	75	58	70	55	88	66	77	71	80

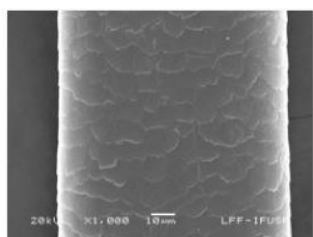
Nº. Fio	DIÂMETRO DO FIO DE CABELO (µm)																			
	G01		G02		G03		G04		G05		G06		G07		G08		G09		G10	
	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf
32	53	64	55	49	65	66	61	69	56	67	66	78	60	60	58	70	69	62	62	68
33	61	63	53	51	52	39	58	66	67	50	57	73	60	66	71	77	66	51	66	70
34	52	60	49	45	48	63	63	73	53	78	57	85	69	70	56	82	59	73	65	75
35	43	55	60	58	79	57	67	74	78	60	58	87	68	66	61	57	58	78	64	72
36	76	69	63	57	46	70	60	72	64	67	64	65	61	62	63	80	67	73	75	70
37	77	71	70	53	69	60	61	68	59	73	69	72	57	80	66	65	69	74	64	69
38	65	63	77	50	60	56	52	65	84	94	64	78	58	73	69	56	58	62	70	75
39	71	64	68	59	70	61	70	72	57	60	50	71	66	73	74	84	67	73	57	65
40	76	66	79	55	48	54	62	75	68	65	58	55	73	71	60	53	74	76	71	74
41	60	64	78	53	41	47	70	77	65	74	55	63	50	55	67	66	55	74	70	76
42	69	61	67	56	36	69	78	81	49	57	62	69	61	79	60	51	70	64	63	69
43	71	76	66	67	75	60	64	74	59	76	59	64	58	62	60	70	68	77	60	76
44	78	72	73	53	71	62	60	62	54	71	54	58	70	72	71	62	66	63	68	71
45	76	62	50	48	62	71	57	69	61	63	61	73	77	73	65	63	60	56	75	74
46	75	59	62	57	63	74	50	70	50	62	50	77	56	80	53	60	72	72	78	62
47	48	55	68	52	66	61	56	64	52	50	63	59	69	74	55	70	50	65	62	61
48	65	72	74	55	50	57	58	63	57	53	57	62	71	81	60	74	61	68	69	92
49	68	95	71	58	43	74	60	67	49	72	65	53	52	70	51	82	66	78	80	66
50	69	67	60	54	40	58	59	66	66	69	66	49	66	67	66	95	62	62	74	85
51	55	70	55	62	38	50	60	66	58	67	58	76	59	66	62	77	66	70	81	64
52	84	69	69	50	66	61	66	71	47	64	70	50	59	71	73	56	67	76	62	72
53	75	73	78	51	79	77	61	67	68	73	68	56	55	74	66	58	78	78	61	83
54	60	69	66	55	68	64	58	54	60	76	50	69	56	65	62	60	65	59	60	76
55	78	75	50	50	77	67	50	62	66	76	76	51	62	71	61	74	62	62	59	84
56	72	65	48	38	60	63	52	59	50	69	60	44	60	69	65	80	73	53	58	75
57	59	76	43	38	65	79	60	70	68	68	58	58	66	73	59	65	57	79	53	60
58	65	63	52	45	71	73	53	71	50	63	60	68	69	79	76	86	68	73	50	66
59	60	70	73	59	55	76	57	68	59	62	59	67	61	65	64	90	63	79	65	64
60	58	72	55	56	52	65	69	67	77	56	56	60	67	68	63	98	60	53	64	71
61	52	70	59	59	63	72	55	63	42	58	52	56	66	60	62	58	51	50	67	73
62	63	71	60	48	45	56	68	69	59	79	59	59	53	70	58	75	69	64	67	75

Nº. Fio	DIÂMETRO DO FIO DE CABELO (µm)																			
	G01		G02		G03		G04		G05		G06		G07		G08		G09		G10	
	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf
63	79	57	62	54	40	59	63	67	43	71	63	54	72	71	57	50	60	51	55	70
64	55	70	69	51	60	60	62	73	41	56	51	75	65	67	74	61	68	72	52	67
65	60	73	60	50	65	52	65	80	57	78	65	55	60	68	51	67	66	72	68	68
66	67	92	65	55	71	89	56	76	66	74	66	78	71	73	65	57	67	80	65	80
67	70	72	71	57	52	70	60	68	71	67	67	86	68	74	62	60	68	79	67	78
68	76	76	74	60	40	68	71	80	75	74	65	80	70	65	59	83	64	77	59	75
69	68	55	78	51	43	62	59	62	69	66	67	71	50	62	54	64	65	78	50	68
70	71	66	69	69	44	73	57	64	74	50	61	57	53	60	58	91	69	81	64	60
71	45	70	65	55	49	58	62	78	50	68	50	73	64	54	74	86	63	78	68	65
72	70	65	53	57	62	63	60	71	83	80	63	66	60	73	71	97	44	65	70	80
73	65	88	50	43	65	80	65	73	58	73	58	67	66	65	66	84	68	75	58	81
74	74	66	58	52	60	72	58	71	79	77	59	81	67	61	69	59	60	68	63	74
75	51	60	51	46	70	80	64	76	42	69	52	70	55	60	52	60	62	79	56	70
76	68	62	40	37	73	78	61	67	40	56	60	62	61	56	53	74	67	66	50	71
77	75	80	63	59	60	74	68	49	74	63	57	69	64	85	62	76	64	69	76	68
78	55	62	60	62	66	67	60	51	42	71	62	55	58	67	67	87	62	66	65	69
79	63	84	51	48	75	73	65	64	55	57	65	54	59	52	66	84	60	89	62	81
80	68	79	48	34	62	70	60	69	75	60	65	58	54	74	55	71	61	67	60	80
81	60	67	77	65	60	72	57	71	68	74	58	50	64	70	58	89	53	70	64	76
82	61	73	69	57	51	65	60	64	79	74	59	60	60	69	78	95	59	59	58	73
83	70	69	94	60	53	63	69	75	51	79	61	68	67	53	61	83	67	54	63	70
84	86	65	53	43	68	71	71	55	62	79	62	66	45	57	53	87	68	90	62	66
85	53	69	50	47	44	53	70	53	89	83	62	65	60	71	60	82	50	71	75	60
86	62	57	58	45	47	69	65	70	64	72	64	78	62	64	57	54	57	53	65	71
87	58	65	75	68	69	74	63	63	76	65	66	84	73	52	66	75	55	80	68	72
88	66	75	78	60	70	76	66	45	49	68	69	81	66	70	72	64	65	81	64	68
89	60	68	52	43	55	55	76	53	65	74	65	71	63	76	63	66	66	88	61	70
90	64	69	54	60	53	59	59	55	57	65	57	70	58	82	64	58	68	50	50	73
91	69	61	52	48	48	56	60	68	55	68	55	52	46	50	58	74	69	69	66	75
92	71	73	50	44	49	63	72	69	62	76	62	56	51	60	52	82	66	51	67	70
93	75	68	49	45	68	71	75	70	59	71	59	60	60	67	68	50	66	52	60	73

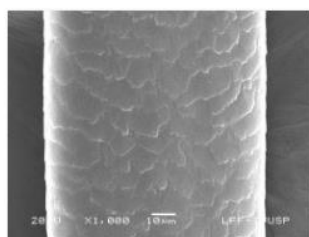
Nº. Fio	DIÂMETRO DO FIO DE CABELO (µm)																			
	G01		G02		G03		G04		G05		G06		G07		G08		G09		G10	
	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf	t0	tf
94	59	63	46	57	75	78	70	73	80	85	58	69	49	63	60	53	68	60	58	76
95	72	62	52	55	40	50	61	64	72	77	62	68	58	70	69	61	64	70	62	71
96	60	67	57	42	75	77	64	51	55	73	60	74	61	76	78	57	57	81	51	68
97	78	73	60	60	70	72	60	57	59	65	69	78	63	50	64	60	69	74	76	69
98	76	74	69	54	66	75	53	61	64	70	64	56	49	55	69	69	68	80	74	64
99	69	73	78	35	60	73	69	68	49	62	69	52	60	69	65	55	62	62	69	71
100	60	63	71	61	52	70	68	49	76	81	68	60	55	63	63	51	59	60	70	78
Média	66,7	68,1	63,4	53,2	61,6	65,7	62,1	67,1	61,1	68,7	62,0	66,1	61,7	68,8	62,5	70,9	63,6	69,1	64,6	72,0
Desvio padrão	9,5	6,9	10,5	7,9	11,7	9,0	6,1	7,3	10,9	8,8	6,2	9,7	6,9	8,5	6,9	12,5	6,2	9,3	7,0	6,5
Diferença percentual no diâmetro	/		-21,88%		-3,52%		-1,47%		+0,89%		-2,94%		+1,03%		+4,11%		+1,47%		+5,72%	

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%. O tratamento G02 (descoloridos) apresentou perda de 21,88% de diâmetro.

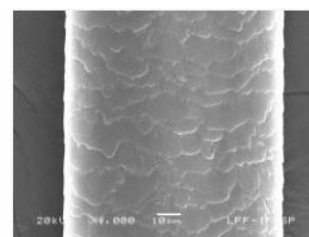
ANEXO 2 – IMAGENS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA



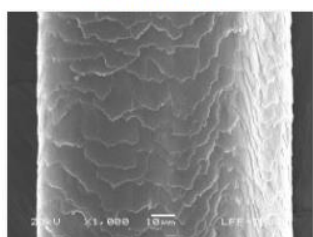
✔ G1_fio1_1000x_1



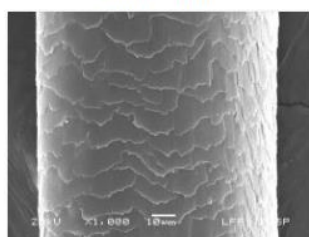
✔ G1_fio1_1000x_2



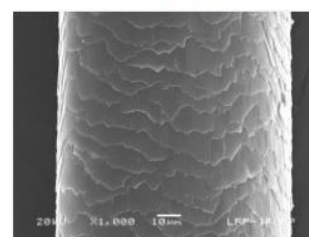
✔ G1_fio1_1000x_3



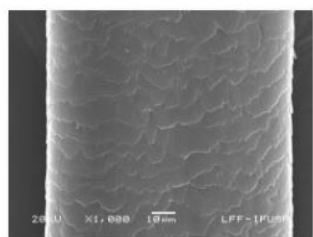
✔ G1_fio2_1000x_1



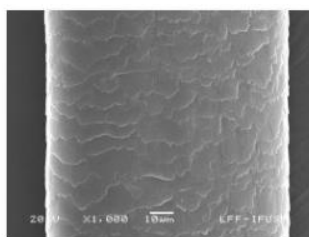
✔ G1_fio2_1000x_2



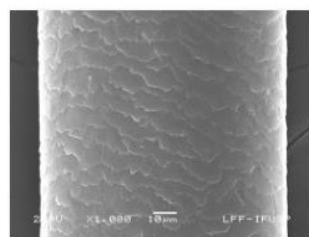
✔ G1_fio2_1000x_3



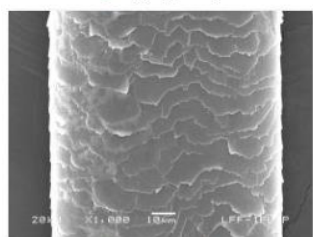
✔ G1_fio3_1000x_1



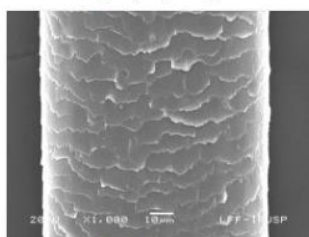
✔ G1_fio3_1000x_2



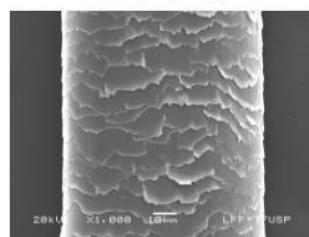
✔ G1_fio3_1000x_3



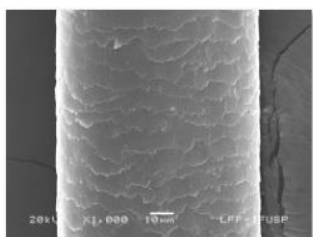
✔ G2_fio1_1000x_1



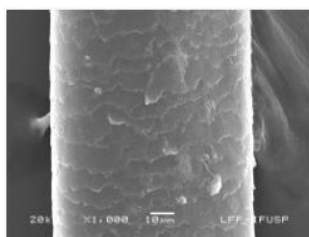
✔ G2_fio1_1000x_2



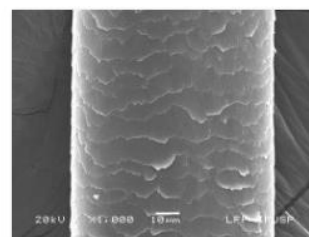
✔ G2_fio1_1000x_3



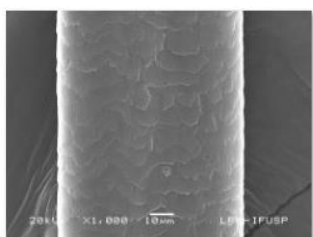
✔ G2_fio2_1000x_1



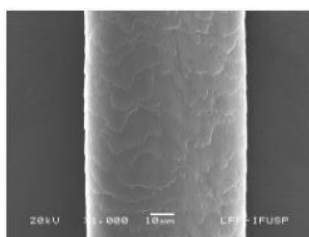
✔ G2_fio2_1000x_2



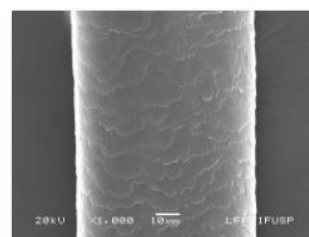
✔ G2_fio2_1000x_3



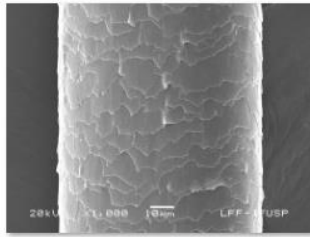
✔ G2_fio3_1000x_1



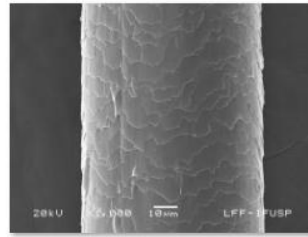
✔ G2_fio3_1000x_2



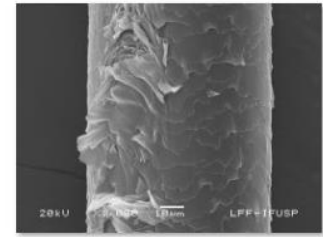
✔ G2_fio3_1000x_3



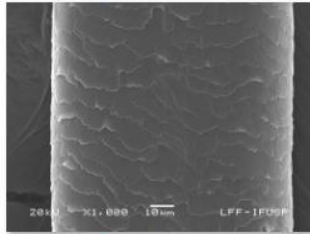
G3_fio1_1000x_1



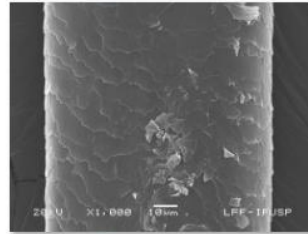
G3_fio1_1000x_2



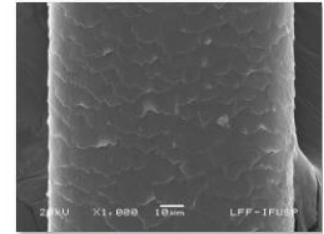
G3_fio1_1000x_3



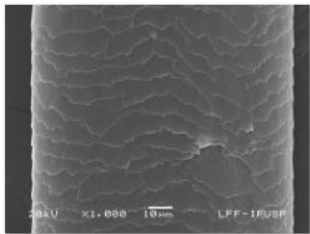
G3_fio2_1000x_1



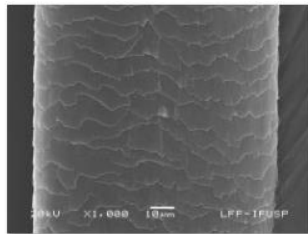
G3_fio2_1000x_2



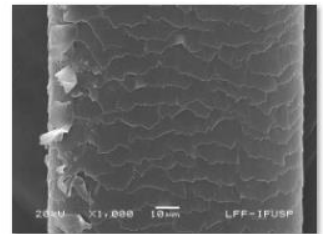
G3_fio2_1000x_3



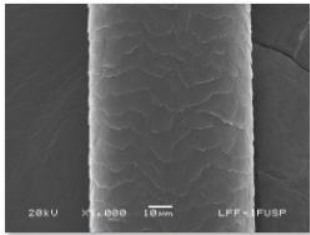
G3_fio3_1000x_1



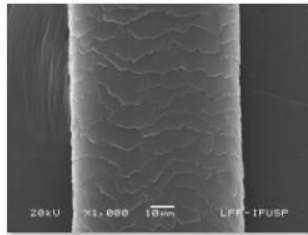
G3_fio3_1000x_2



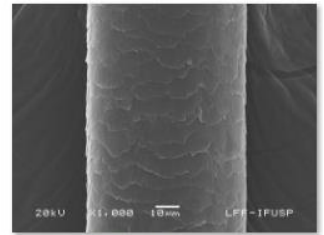
G3_fio3_1000x_3



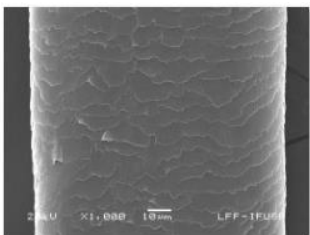
G4_fio1_1000x_1



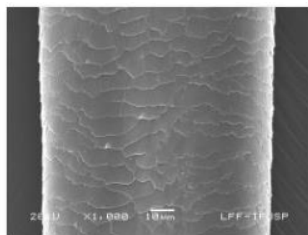
G4_fio1_1000x_2



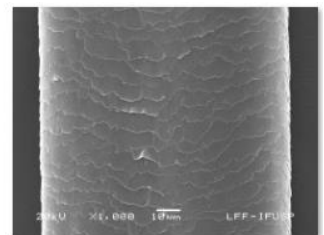
G4_fio1_1000x_3



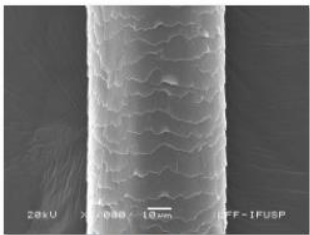
G4_fio2_1000x_1



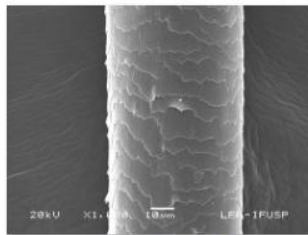
G4_fio2_1000x_2



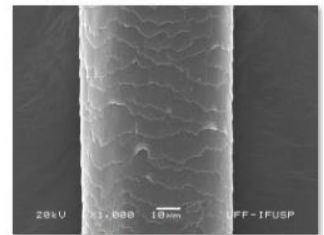
G4_fio2_1000x_3



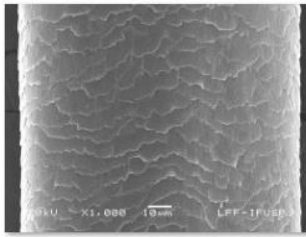
G4_fio3_1000x_1



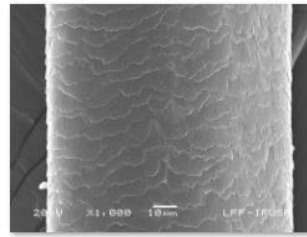
G4_fio3_1000x_2



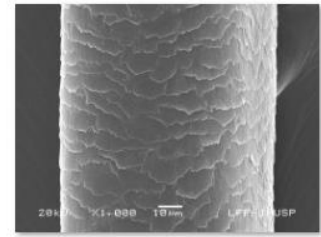
G4_fio3_1000x_3



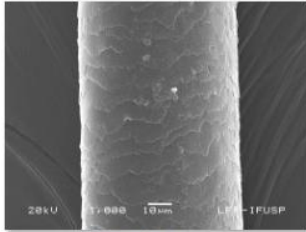
G5_fio1_1000x_1



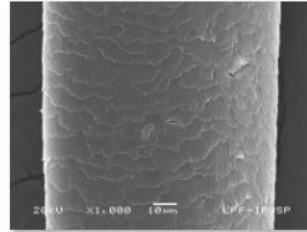
G5_fio1_1000x_2



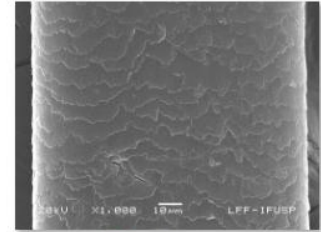
G5_fio1_1000x_3



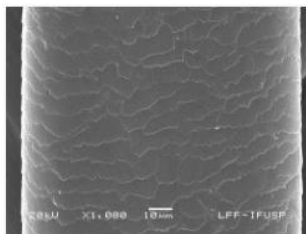
G5_fio2_1000x_1



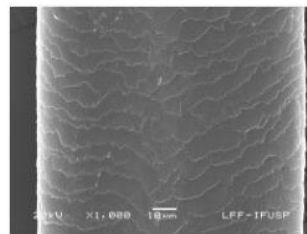
G5_fio2_1000x_2



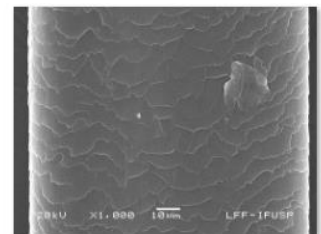
G5_fio2_1000x_3



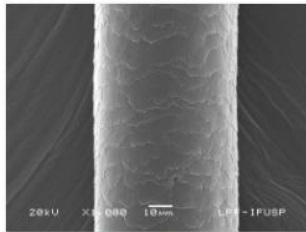
G5_fio3_1000x_1



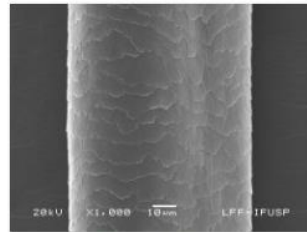
G5_fio3_1000x_2



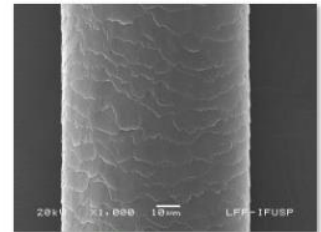
G5_fio3_1000x_3



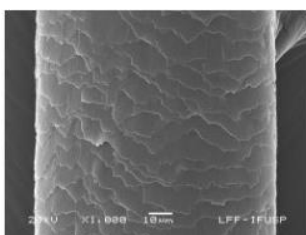
G6_fio1_1000x_1



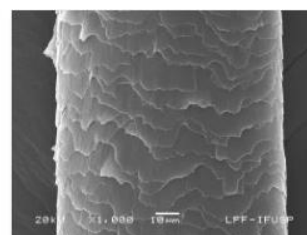
G6_fio1_1000x_2



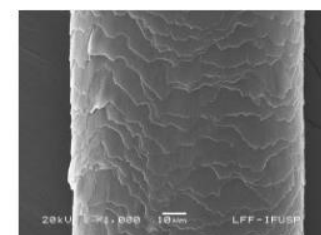
G6_fio1_1000x_3



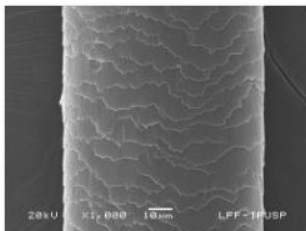
G6_fio2_1000x_1



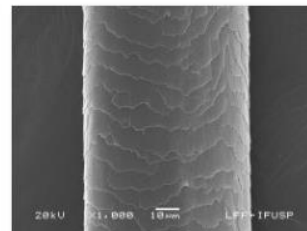
G6_fio2_1000x_2



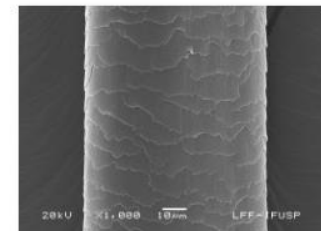
G6_fio2_1000x_3



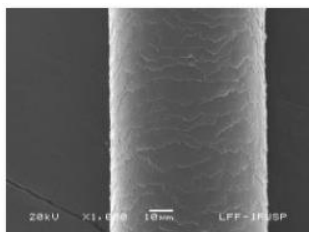
G6_fio3_1000x_1



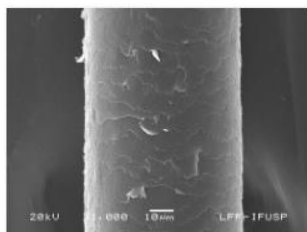
G6_fio3_1000x_2



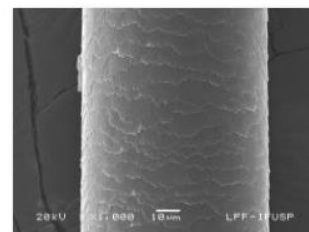
G6_fio3_1000x_3



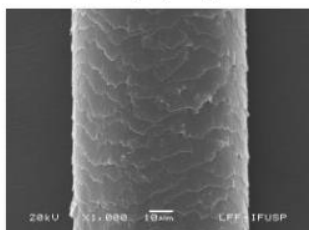
✔ G7_fio1_1000x_1



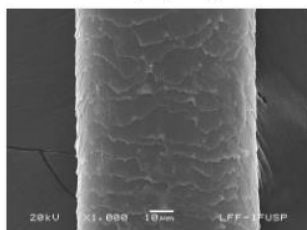
✔ G7_fio1_1000x_2



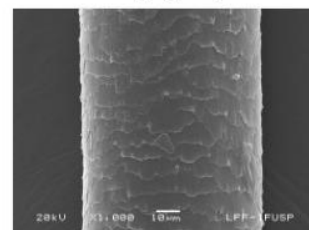
✔ G7_fio1_1000x_3



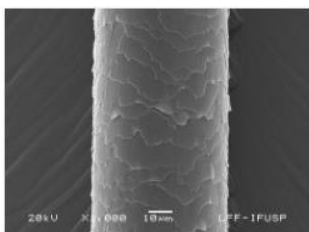
✔ G7_fio2_1000x_1



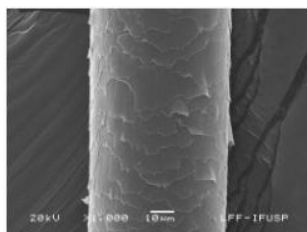
✔ G7_fio2_1000x_2



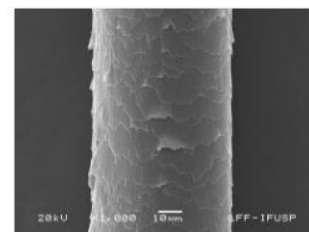
✔ G7_fio2_1000x_3



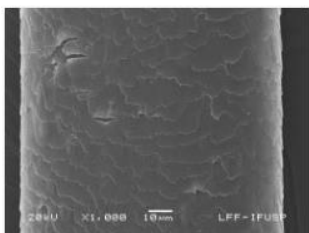
✔ G7_fio3_1000x_1



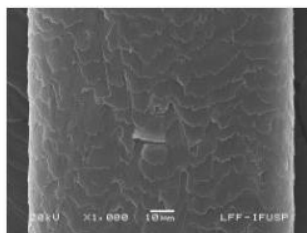
✔ G7_fio3_1000x_2



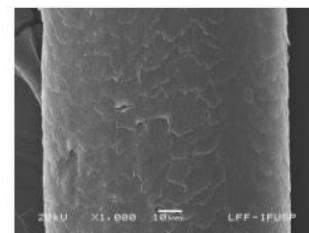
✔ G7_fio3_1000x_3



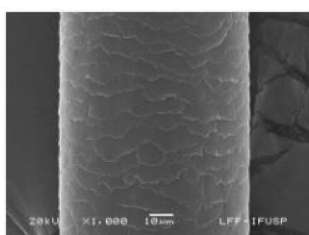
✔ G8_fio1_1000x_1



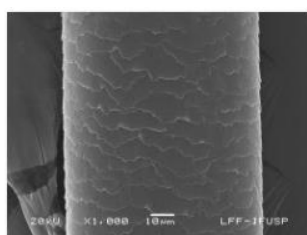
☒ G8_fio1_1000x_2



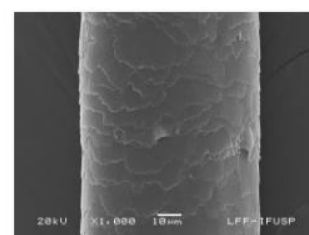
✔ G8_fio1_1000x_3



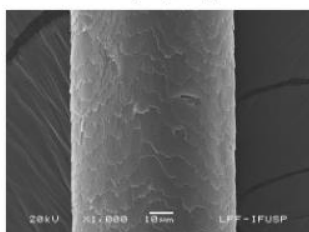
✔ G8_fio2_1000x_1



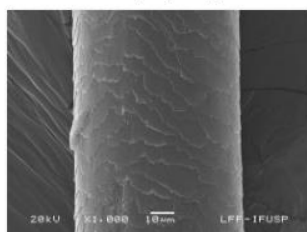
✔ G8_fio2_1000x_2



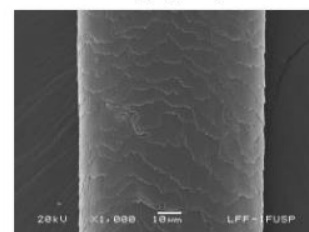
✔ G8_fio2_1000x_3



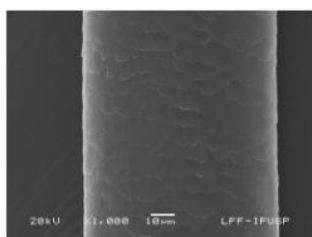
✔ G8_fio3_1000x_1



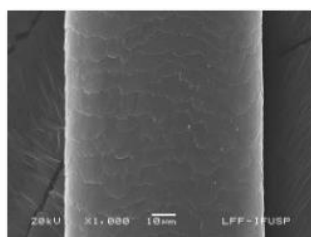
✔ G8_fio3_1000x_2



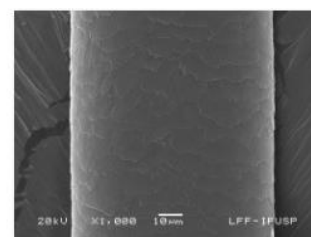
✔ G8_fio3_1000x_3



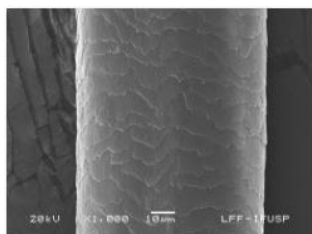
✔ G9_fio1_1000x_1



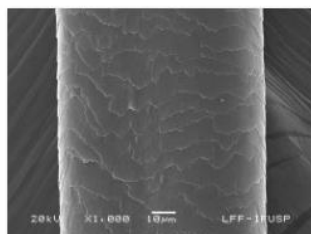
✔ G9_fio1_1000x_2



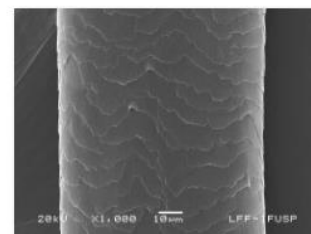
✔ G9_fio1_1000x_3



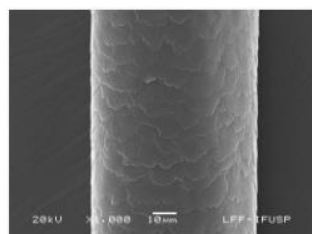
✔ G9_fio2_1000x_1



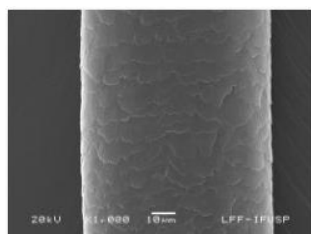
✔ G9_fio2_1000x_2



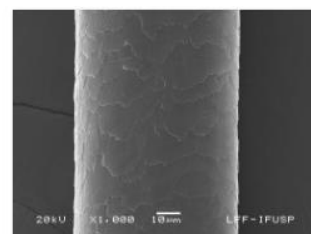
✔ G9_fio2_1000x_3



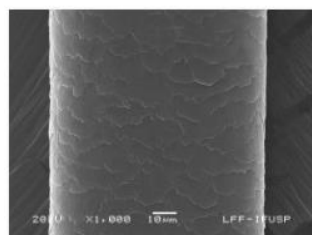
✔ G9_fio3_1000x_1



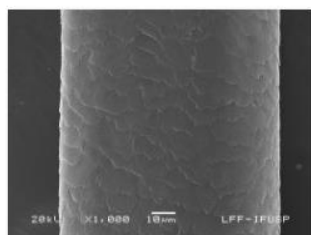
✔ G9_fio3_1000x_2



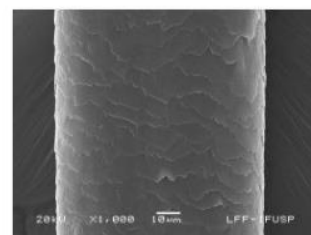
☒ G9_fio3_1000x_3



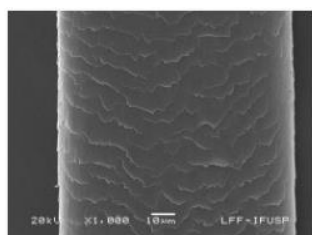
✔ G10_fio1_1000x_1



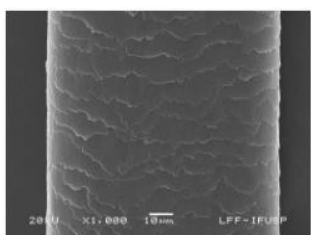
✔ G10_fio1_1000x_2



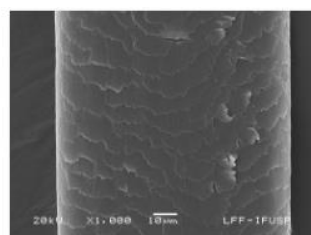
✔ G10_fio1_1000x_3



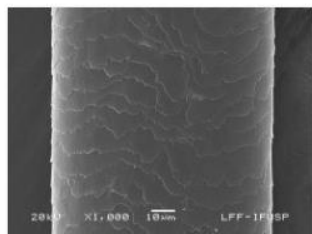
✔ G10_fio2_1000x_1



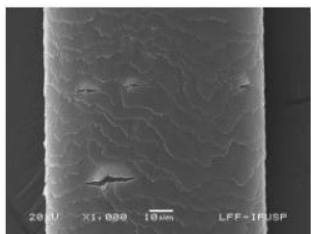
✔ G10_fio2_1000x_2



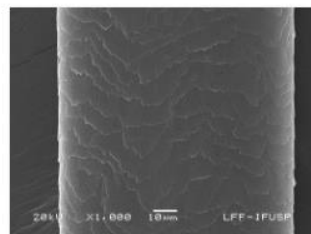
✔ G10_fio2_1000x_3



✔ G10_fio3_1000x_1

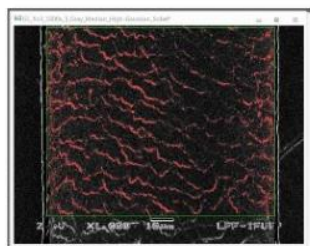


✔ G10_fio3_1000x_2

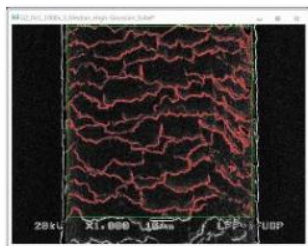


✔ G10_fio3_1000x_3

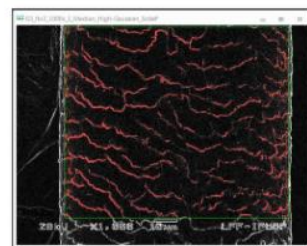
ANEXO 3 – IMAGENS ANALISADAS DE MEV



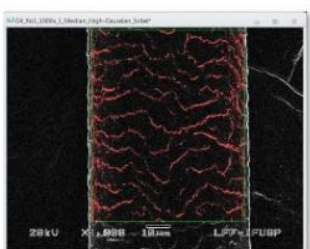
✓ G01-analise



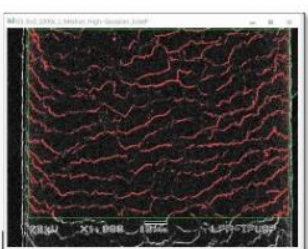
✓ G02-analise



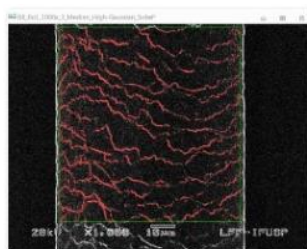
✓ G03-analise



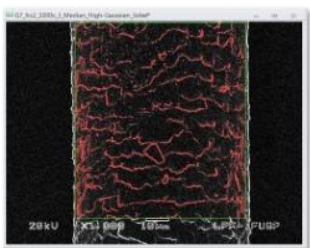
✓ G04-analise



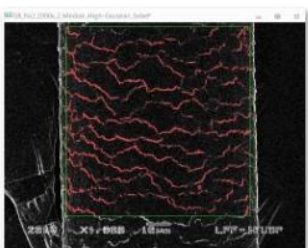
✓ G05-analise



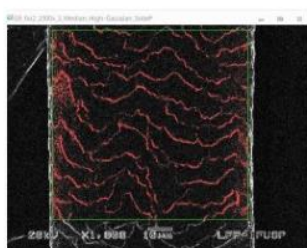
✓ G06-ANALISE



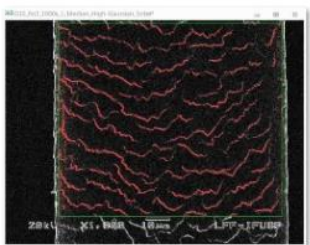
✓ G07- ANALISE



✓ G08-analise



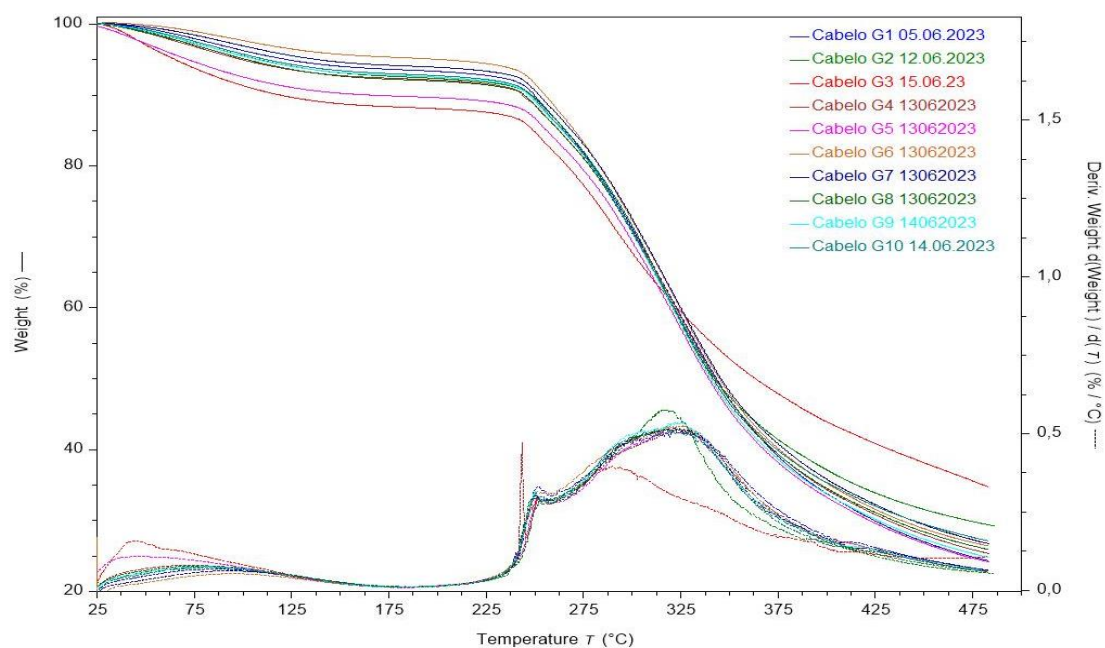
✓ G09-analise



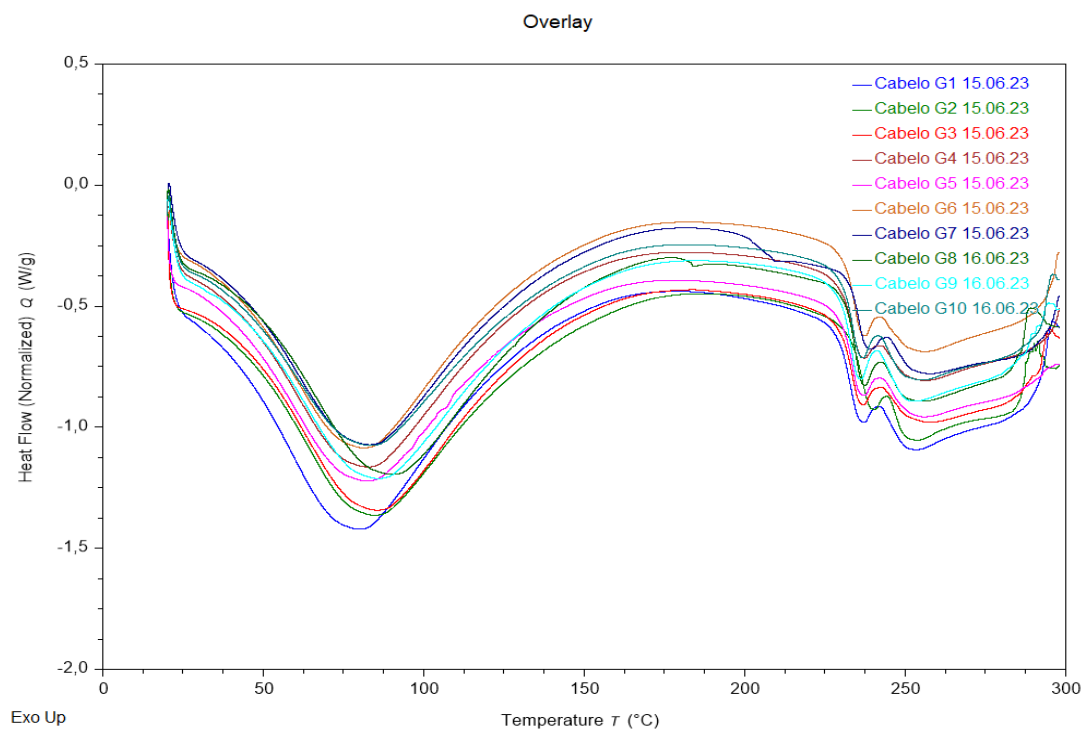
✓ G10-analise

ANEXO 4 – CURVAS DE ANÁLISE TÉRMICA

Resultados de TG/DTG (termogravimetria / termogravimetria derivada)



Resultados de DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial)



**ANEXO 5 – RESULTADOS BRUTOS E ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE
QUEDA POR QUEBRA CAPILAR (MÁQUINA DE CICLOS TÉRMICOS)**

N° Ciclos térmicos	Mecha	N° DE FIOS QUEBRADOS (QUEDA POR QUEBRA)									
		G01	G02	G03	G04	G05	G06	G07	G08	G09	G10
500	M01	10	15	7	9	13	13	10	12	16	13
	M02	12	11	9	10	9	7	5	9	12	10
	M03	5	16	12	12	12	9	7	6	10	7
1000	M01	8	10	10	8	9	11	9	6	9	11
	M02	12	17	6	6	11	5	8	6	11	8
	M03	6	14	13	4	10	3	9	9	15	12
1500	M01	15	13	12	7	12	13	7	5	8	10
	M02	18	7	8	9	8	5	4	4	10	11
	M03	13	12	8	5	9	6	8	3	12	14
Média dos fios		11	13	9	8	10	8	7	7	11	11
Total de fios (soma)		99	115	85	70	93	72	67	60	103	96

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Análise Estatística – Queda por Quebra

Método

Hipótese nula	Todas as médias são iguais
Hipótese alternativa	Nem todas as médias são iguais
Nível de significância	$\alpha = 0,05$

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

Informações dos Fatores

Fator	Níveis	Valores
Fator	10	Grupo 01; Grupo 02; Grupo 03; Grupo 04; Grupo 05; Grupo 06; Grupo 07; Grupo 08; Grupo 09; Grupo 10

Análise de Variância

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Fator	9	326,4	36,272	4,51	0,000
Erro	80	643,8	8,047		
Total	89	970,2			

Sumário do Modelo

<u>S</u>	<u>R²</u>	<u>R²(aj)</u>	<u>R²(pred)</u>
2,83676	33,65%	26,18%	16,02%

Médias

Fator	N	Média	DesvPad	IC de 95%
Grupo 01	9	11,00	4,21	(9,12; 12,88)
Grupo 02	9	12,78	3,15	(10,90; 14,66)
Grupo 03	9	9,444	2,455	(7,563; 11,326)
Grupo 04	9	7,778	2,539	(5,896; 9,660)
Grupo 05	9	10,333	1,732	(8,452; 12,215)
Grupo 06	9	8,00	3,67	(6,12; 9,88)
Grupo 07	9	7,444	1,944	(5,563; 9,326)
Grupo 08	9	6,667	2,828	(4,785; 8,548)
Grupo 09	9	11,444	2,651	(9,563; 13,326)
Grupo 10	9	10,667	2,236	(8,785; 12,548)

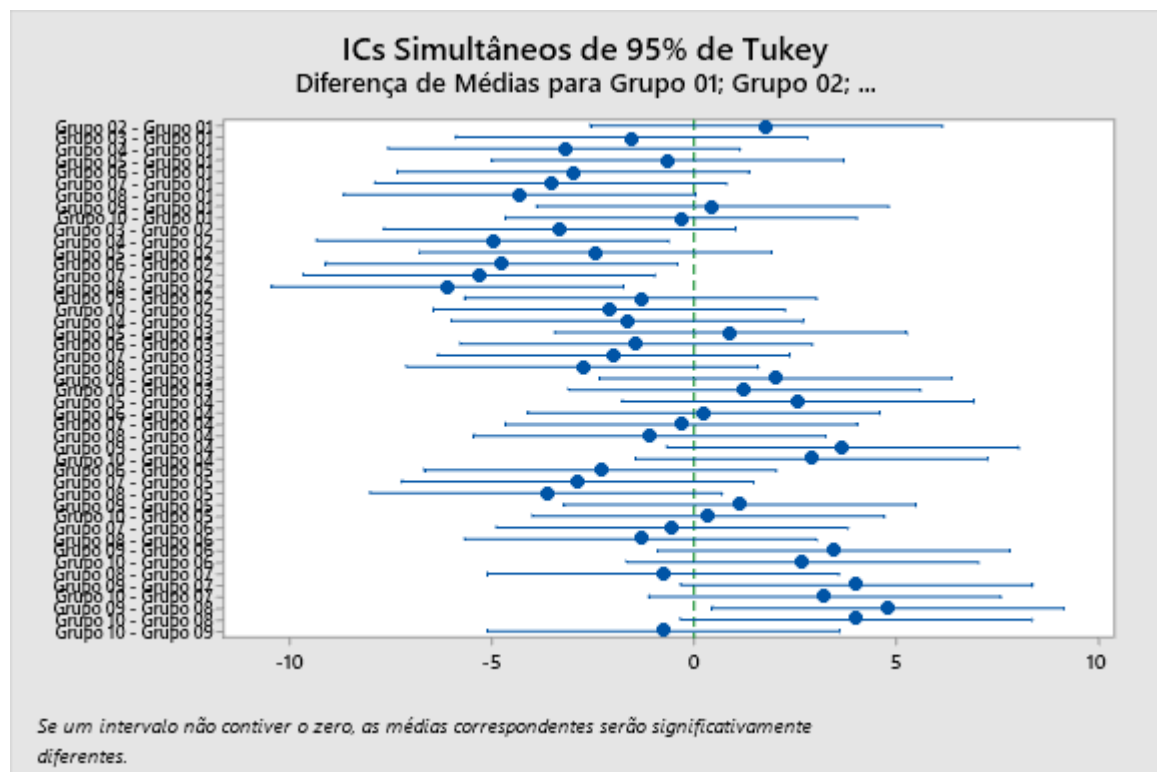
DesvPad Combinado = 2,83676

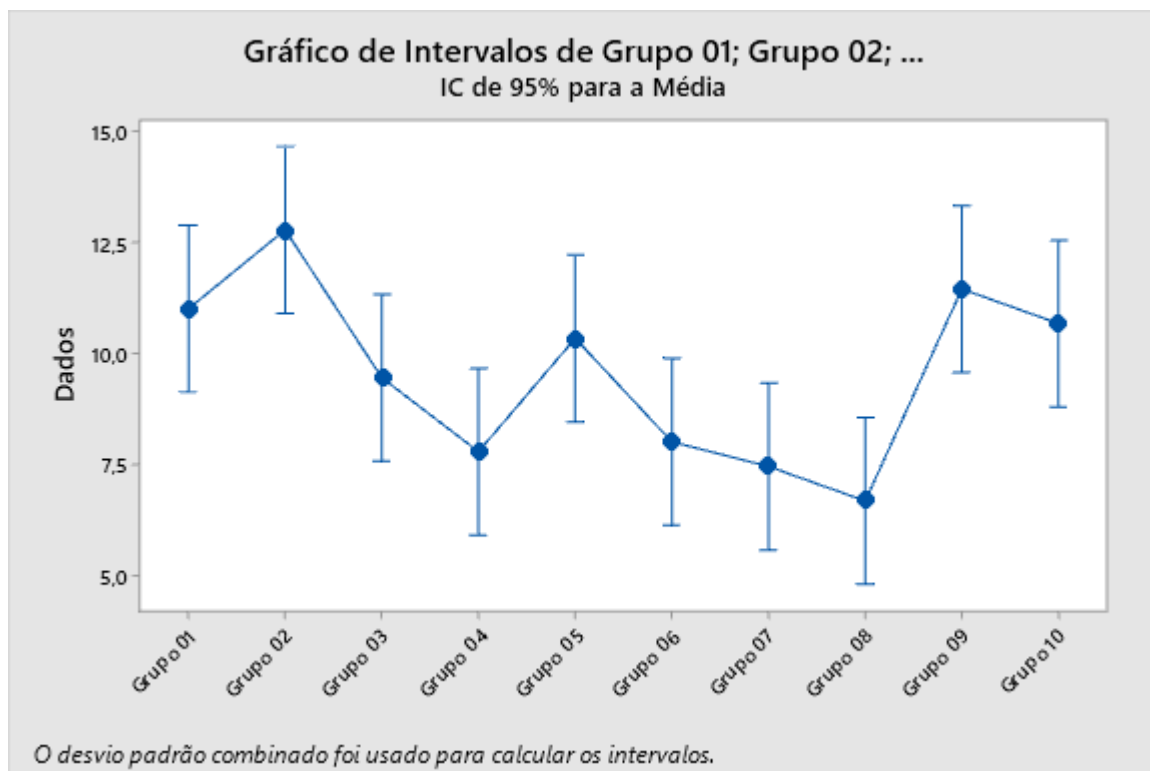
Comparações Emparelhadas de Tukey

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança

<u>Fator</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Grupo 02	9	12,78	A
Grupo 09	9	11,444	A B
Grupo 01	9	11,00	B C
Grupo 10	9	10,667	B C
Grupo 05	9	10,333	B C
Grupo 03	9	9,444	B C
Grupo 06	9	8,00	B C
Grupo 04	9	7,778	B C
Grupo 07	9	7,444	B C
Grupo 08	9	6,667	C

Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.





ANEXO 6 – RESULTADOS BRUTOS E ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO (FORÇA DO FIO DE CABELO)

Nº. Fio	VALORES DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DO FIO DE CABELO – FORÇA MÁXIMA (kgf)									
	G01	G02	G03	G04	G05	G06	G07	G08	G09	G10
1	0,0886	0,0562	0,0655	0,1014	0,0952	0,0764	0,0860	0,0871	0,0621	0,0951
2	0,0658	0,0563	0,0808	0,1068	0,1001	0,0729	0,0732	0,0883	0,0606	0,1022
3	0,0776	0,0515	0,0674	0,1095	0,0955	0,0946	0,1077	0,0986	0,0913	0,0787
4	0,0714	0,0516	0,0629	0,0928	0,0777	0,0803	0,0660	0,1164	0,0953	0,0676
5	0,1069	0,0508	0,0679	0,0835	0,0755	0,0910	0,1023	0,0816	0,0545	0,0613
6	0,1167	0,0521	0,0839	0,0704	0,0642	0,0704	0,0760	0,0944	0,0962	0,0643
7	0,0705	0,0422	0,0856	0,0769	0,0632	0,0704	0,0784	0,0985	0,0840	0,0651
8	0,0498	0,0521	0,0664	0,1181	0,0913	0,0661	0,0674	0,0581	0,0657	0,1080
9	0,0685	0,0525	0,0817	0,1005	0,0662	0,0677	0,0674	0,0744	0,0995	0,0882
10	0,1030	0,0527	0,0874	0,0715	0,0559	0,0815	0,1004	0,0934	0,0583	0,1039
11	0,0758	0,0507	0,0691	0,1060	0,0791	0,0624	0,0829	0,0751	0,0583	0,0824
12	0,0930	0,0538	0,0646	0,0964	0,0771	0,0875	0,0786	0,1087	0,1014	0,0653
13	0,0955	0,0540	0,0694	0,1091	0,0830	0,0671	0,0969	0,0691	0,0680	0,0774
14	0,0631	0,0531	0,0860	0,1083	0,0689	0,0967	0,0642	0,0927	0,0581	0,0815
15	0,0918	0,0514	0,0616	0,0727	0,0761	0,0909	0,0895	0,0489	0,0681	0,0903
16	0,0928	0,0536	0,0823	0,0786	0,1238	0,0836	0,1070	0,0937	0,0586	0,1069
17	0,0678	0,0537	0,0903	0,1086	0,0791	0,0898	0,0940	0,1002	0,0784	0,0819
18	0,0993	0,0549	0,0876	0,0858	0,1128	0,0943	0,0758	0,0805	0,0888	0,0972
19	0,1228	0,0400	0,0739	0,0878	0,0807	0,0655	0,0811	0,1078	0,0831	0,0743
20	0,1064	0,0502	0,0731	0,1066	0,0631	0,0659	0,0700	0,1242	0,1059	0,0865
21	0,1265	0,0537	0,0649	0,0807	0,0849	0,0957	0,1005	0,0730	0,0733	0,0763
22	0,0973	0,0505	0,0690	0,0655	0,0795	0,0991	0,0965	0,0466	0,1013	0,0834
23	0,0784	0,0418	0,0800	0,0850	0,0664	0,1112	0,0767	0,0961	0,0718	0,0681
24	0,1280	0,0519	0,0641	0,1031	0,0694	0,0528	0,0664	0,0759	0,0817	0,0813
25	0,0825	0,0578	0,0568	0,0686	0,0855	0,0728	0,1167	0,1212	0,0957	0,0779
26	0,0958	0,0579	0,0731	0,1058	0,0877	0,0856	0,1072	0,0972	0,0925	0,0867
27	0,0875	0,0521	0,0712	0,0706	0,0758	0,0999	0,0643	0,0944	0,0721	0,0737
28	0,0670	0,0552	0,0697	0,1124	0,0982	0,0716	0,0993	0,0739	0,1019	0,0804
29	0,1081	0,0524	0,0952	0,0971	0,1030	0,1157	0,0920	0,0742	0,0655	0,0957
30	0,0664	0,0520	0,0600	0,0765	0,0799	0,0903	0,0711	0,0615	0,0672	0,0843
Valor médio	0,0888	0,0520	0,0737	0,0919	0,0820	0,0823	0,0852	0,0869	0,0786	0,0829
Desvio Padrão	0,0204	0,0041	0,0102	0,0159	0,0155	0,0152	0,0155	0,0196	0,0164	0,0129
CV (%)	22,9454%	7,9467%	13,8234%	17,2730%	18,8791%	18,4282%	18,2206%	22,5189%	20,8379%	15,5719%
Delta%	/	↓41,44%	↓17%	↑3,49%	↓7,66%	↓7,32%	↓4,05%	↓2,14%	↓11,49%	↓6,64%

Legenda: Delta% = corresponde à diferença percentual na força do fio de cabelo em comparação às mechas virgens. Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Análise Estatística – Resistência à Tração

Método

Hipótese nula	Todas as médias são iguais
Hipótese alternativa	Nem todas as médias são iguais
Nível de significância	$\alpha = 0,05$

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

Informações dos Fatores

Fator	Níveis	Valores
Fator	10	G01; G02; G03; G04; G05; G06; G07; G08; G09; G10

Análise de Variância

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Fator	9	0,03409	0,003788	16,35	0,000
Erro	290	0,06717	0,000232		
Total	299	0,10126			

Sumário do Modelo

S	R2	R2(aj)	R2(pred)
0,0152190	33,67%	31,61%	29,01%

Médias

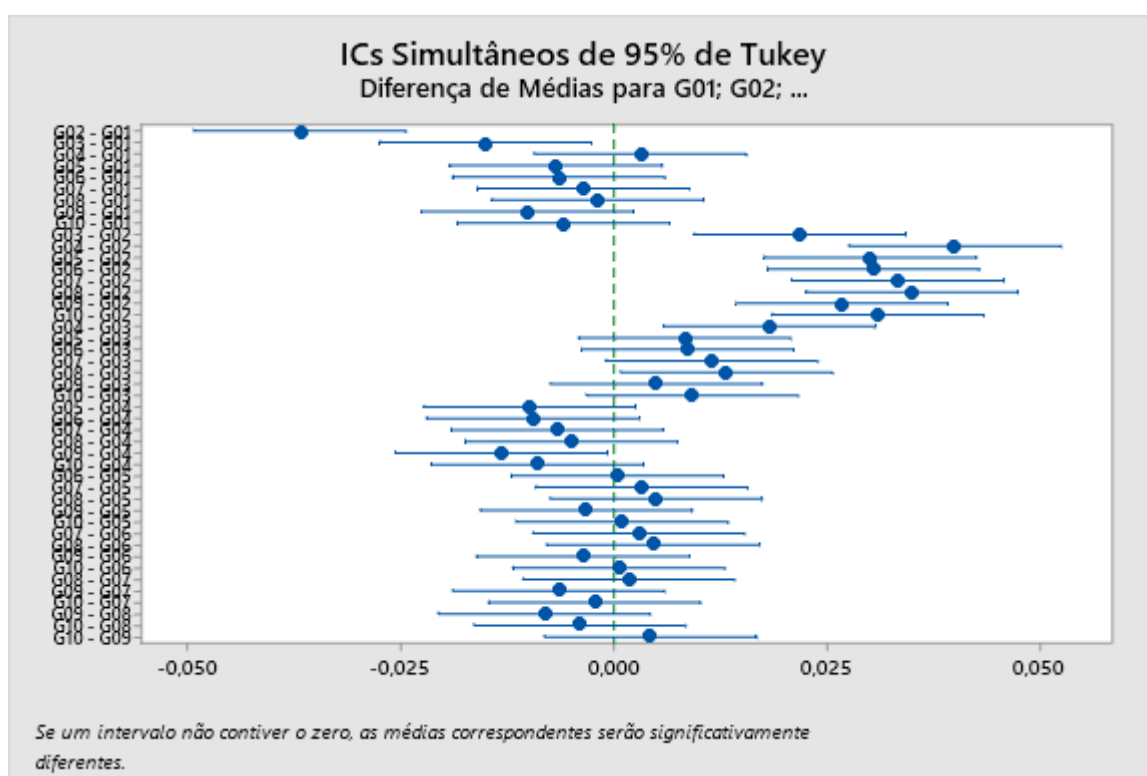
Fator	N	Média	DesvPad	IC de 95%
G01	30	0,08882	0,02038	(0,08335; 0,09429)
G02	30	0,051957	0,004129	(0,046488; 0,057425)
G03	30	0,07371	0,01019	(0,06824; 0,07918)
G04	30	0,09189	0,01587	(0,08642; 0,09736)
G05	30	0,08196	0,01547	(0,07649; 0,08743)
G06	30	0,08232	0,01517	(0,07685; 0,08779)
G07	30	0,08518	0,01552	(0,07971; 0,09065)
G08	30	0,08686	0,01956	(0,08139; 0,09233)
G09	30	0,07864	0,01639	(0,07317; 0,08411)
G10	30	0,08286	0,01290	(0,07739; 0,08833)

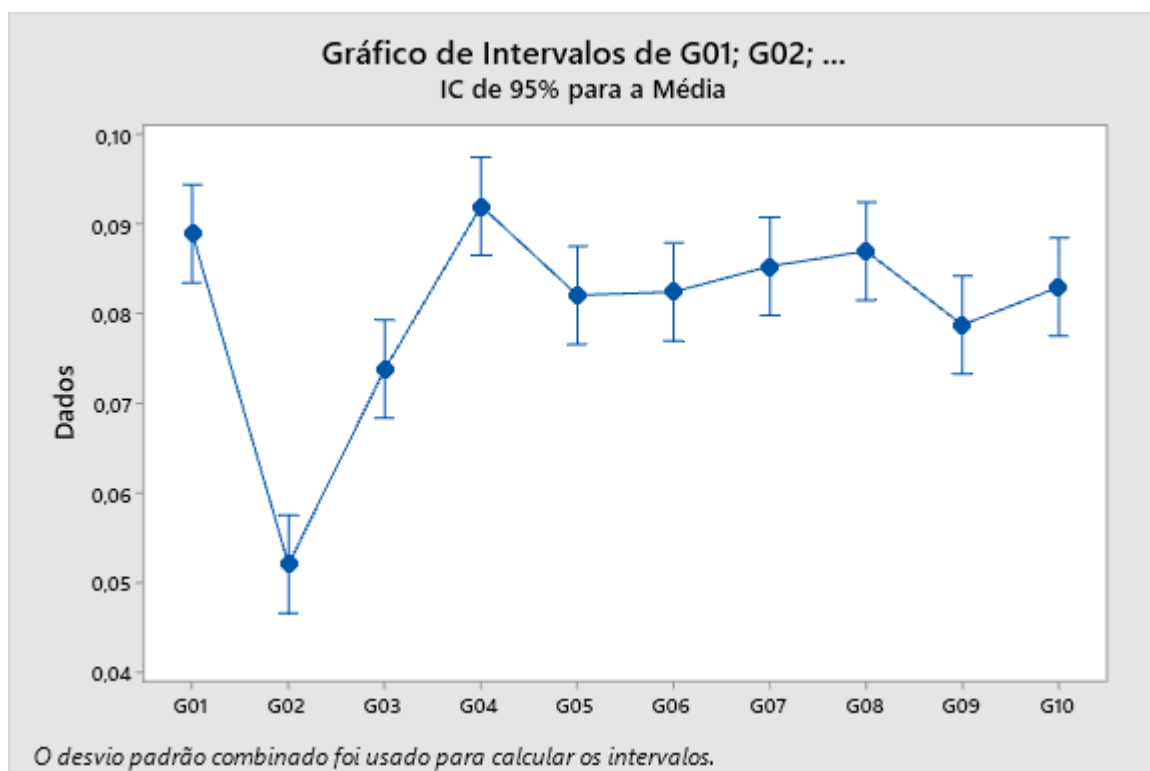
DesvPad Combinado = 0,0152190

Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança

Fator	N	Média	Agrupamento
G04	30	0,09189	A
G01	30	0,08882	A B
G08	30	0,08686	A B
G07	30	0,08518	A B C
G10	30	0,08286	A B C
G06	30	0,08232	A B C
G05	30	0,08196	A B C
G09	30	0,07864	B C
G03	30	0,07371	C
G02	30	0,051957	D

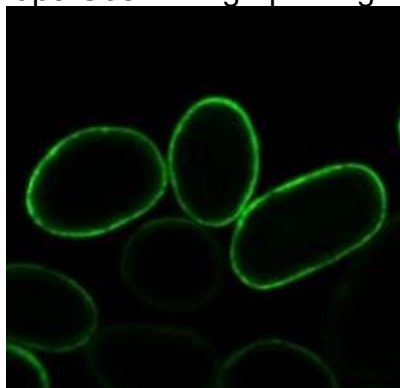
Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.



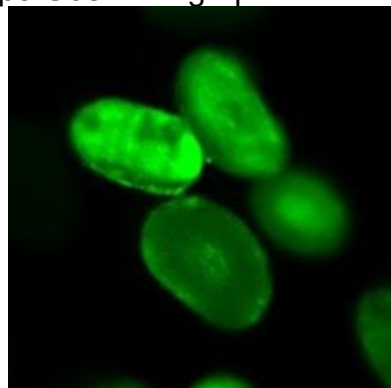


ANEXO 7 – IMAGENS OBTIDAS DE MICROSCOPIA DE FLUORESCÊNCIA

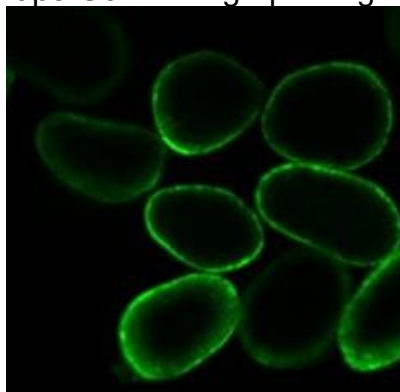
Grupo G03 - Subgrupo “virgem”



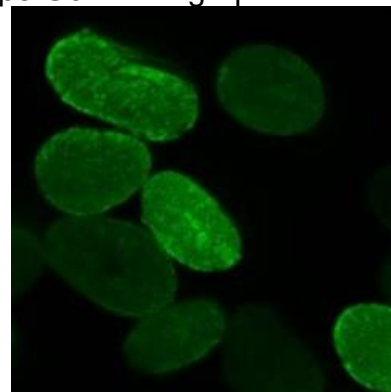
Grupo G03 - Subgrupo “descolorida”



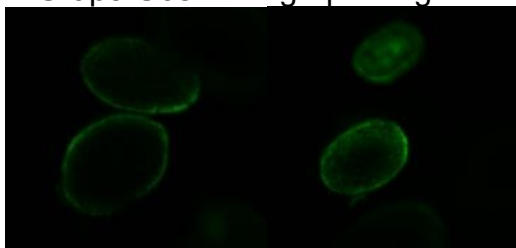
Grupo G04 - Subgrupo “virgem”



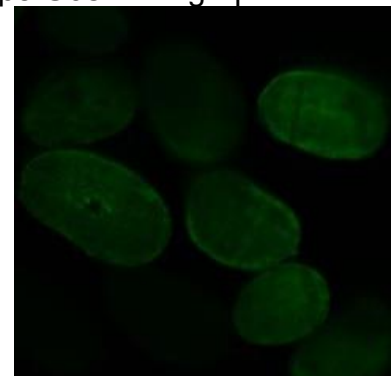
Grupo G04 - Subgrupo “descolorida”



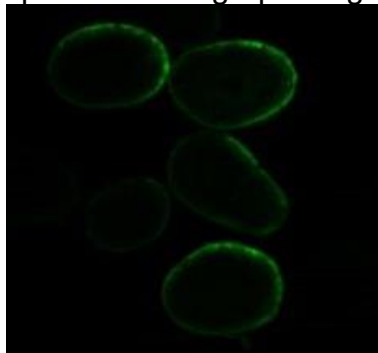
Grupo G05 - Subgrupo “virgem”



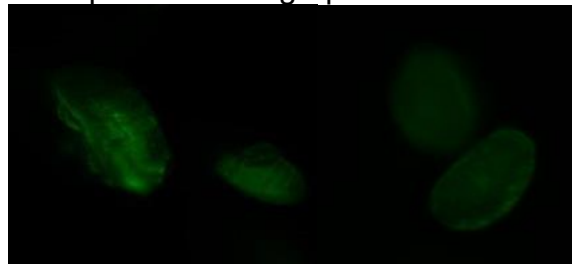
Grupo G05 - Subgrupo “descolorida”



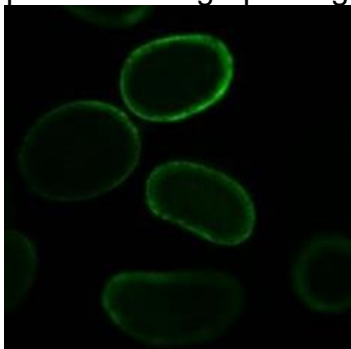
Grupo G06 - Subgrupo “virgem”



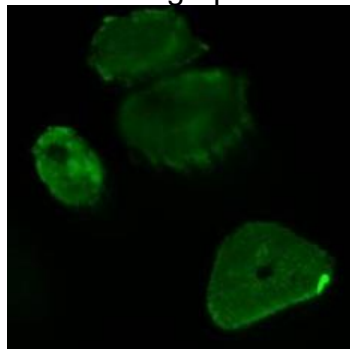
Grupo G06 - Subgrupo “descolorida”



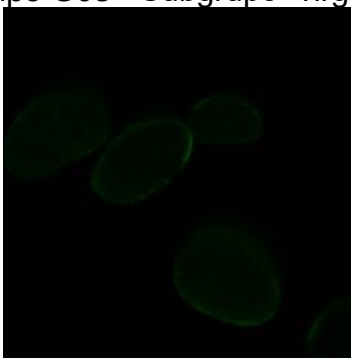
Grupo G07 - Subgrupo "virgem"



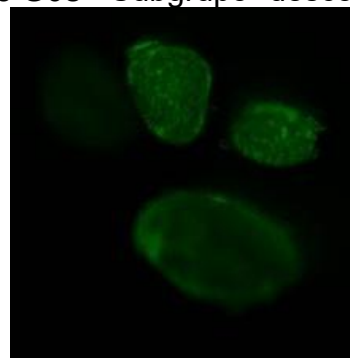
Grupo G07 - Subgrupo "descolorida"



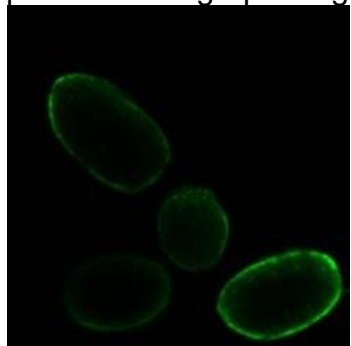
Grupo G08 - Subgrupo "virgem"



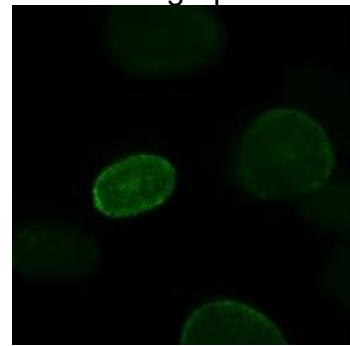
Grupo G08 - Subgrupo "descolorida"



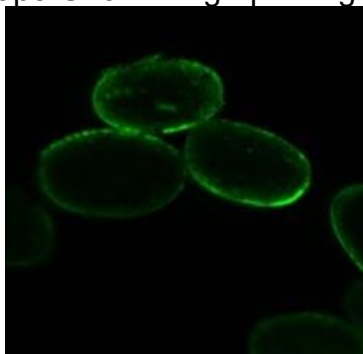
Grupo G09 - Subgrupo "virgem"



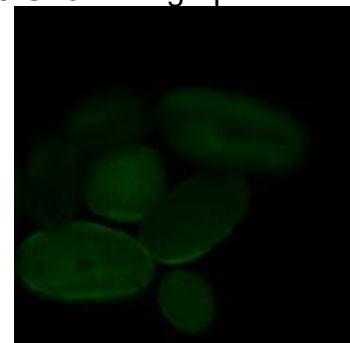
Grupo G09 - Subgrupo "descolorida"



Grupo G10 - Subgrupo "virgem"



Grupo G10 - Subgrupo "descolorida"



Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

ANEXO 8 – RESULTADOS BRUTOS E ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE BRILHO CAPILAR (SAMBA HAIR)

Dados de Brilho em Cabelo por Samba Hair - BNT Luster											
Mecha	Leitura	G01	G02	G03	G04	G05	G06	G07	G08	G09	G10
MECHA 1	1	27,38	2,59	27,49	26,59	27,75	26,37	23,27	28,00	28,66	29,00
	2	27,76	2,61	27,60	26,63	27,80	26,49	23,41	27,90	28,66	29,12
	3	27,50	2,60	27,60	26,61	27,73	26,53	23,45	28,04	28,77	29,12
	4	27,35	2,60	27,61	26,61	27,96	26,56	23,48	27,99	28,64	29,24
	5	27,38	2,60	27,59	26,68	27,98	26,53	23,54	27,89	28,66	29,13
	6	27,32	2,59	27,64	26,58	27,94	26,44	23,44	28,04	28,65	29,14
	7	27,78	2,60	27,62	26,60	28,23	26,52	23,48	27,98	28,85	29,21
	8	27,78	2,60	27,74	26,59	28,24	26,47	23,43	27,94	28,78	29,19
	9	27,76	2,61	27,62	26,67	28,22	26,53	23,48	27,66	28,79	29,30
	10	27,73	2,62	27,65	26,63	27,99	26,52	23,26	27,99	28,70	29,16
MECHA 2	1	22,57	2,63	29,02	32,80	31,65	28,45	27,75	29,46	29,21	26,13
	2	22,65	2,63	29,16	33,03	31,72	28,51	27,58	29,43	29,04	26,11
	3	22,56	2,62	29,16	33,20	31,63	28,46	26,69	29,42	29,30	26,11
	4	22,60	2,63	29,20	33,21	31,69	28,55	26,77	29,50	29,13	26,11
	5	22,54	2,63	29,21	33,37	31,65	28,26	27,59	29,55	29,27	26,14
	6	22,57	2,62	28,93	32,88	31,70	28,23	26,77	29,46	29,06	26,12
	7	22,77	2,63	29,13	32,96	31,25	28,51	27,47	29,50	29,31	26,06
	8	22,90	2,63	29,16	33,32	31,72	28,57	26,85	29,52	29,32	26,09
	9	22,77	2,63	29,24	33,29	31,78	28,53	26,69	29,40	29,30	26,17
	10	22,85	2,62	29,16	33,23	31,39	28,25	26,80	29,54	29,36	26,07
MECHA 3	1	22,74	2,75	27,24	28,26	27,97	27,98	20,71	29,62	30,45	26,08
	2	24,08	2,75	26,94	28,19	27,86	28,20	21,31	29,63	30,43	28,96
	3	24,19	2,74	26,95	28,18	27,97	28,27	21,30	29,67	30,53	28,98
	4	24,18	2,75	27,02	28,10	28,05	28,22	21,29	29,68	30,48	29,03
	5	22,80	2,75	26,91	28,30	28,06	28,23	21,28	29,59	30,55	29,47
	6	24,04	2,75	26,98	28,16	28,12	28,22	21,27	29,65	30,42	28,98
	7	22,73	2,75	26,93	28,10	27,99	28,26	21,30	29,62	30,33	29,01
	8	22,79	2,75	26,95	28,28	28,04	28,28	21,26	29,75	30,47	29,08
	9	22,80	2,75	27,22	28,33	28,09	28,33	21,21	29,70	30,57	29,01
	10	22,65	2,75	27,29	28,18	28,00	28,05	21,23	29,64	30,64	29,41
Média		24,52	2,66	27,93	29,32	29,21	27,71	23,91	29,03	29,48	28,02

Legenda: G01 = mecha virgem; G02 = mecha descolorida; G03 = tioglicolato de amônio 13,3%; G04 = tioglicolato de amônio 9,4%; G05 = tioglicolato de amino metilpropanol 12,5%; G06 = tioglicolato de amino metilpropanol 7,9%; G07 = cisteamina de sódio 5%; G08 = cisteamina de sódio 4%; G09 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 2%; e G10 = associação de tioglicolato de amônio com tioglicolato de sódio 1%.

Análise Estatística – Samba Hair

Método

Hipótese nula	Todas as médias são iguais
Hipótese alternativa	Nem todas as médias são iguais
Nível de significância	$\alpha = 0,05$

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

Informações dos Fatores

Fator	Níveis	Valores
Fator	10	Grupo 01; Grupo 02; Grupo 03; Grupo 04; Grupo 05; Grupo 06; Grupo 07; Grupo 08; Grupo 09; Grupo 10

Análise de Variância

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Fator	9	17936,6	1992,95	731,70	0,000
Erro	290	789,9	2,72		
Total	299	18726,5			

Sumário do Modelo

<u>S</u>	<u>R²</u>	<u>R²(aj)</u>	<u>R²(pred)</u>
1,65037	95,78%	95,65%	95,49%

Médias

Fator	N	Média	DesvPad	IC de 95%
Grupo 01	30	24,517	2,253	(23,924; 25,110)
Grupo 02	30	2,6593	0,0656	(2,0663; 3,2524)
Grupo 03	30	27,932	0,905	(27,339; 28,525)
Grupo 04	30	29,319	2,821	(28,726; 29,912)
Grupo 05	30	29,206	1,741	(28,613; 29,799)
Grupo 06	30	27,711	0,884	(27,118; 28,304)
Grupo 07	30	23,912	2,481	(23,319; 24,505)
Grupo 08	30	29,025	0,785	(28,432; 29,618)
Grupo 09	30	29,478	0,762	(28,885; 30,071)
Grupo 10	30	28,024	1,487	(27,431; 28,617)

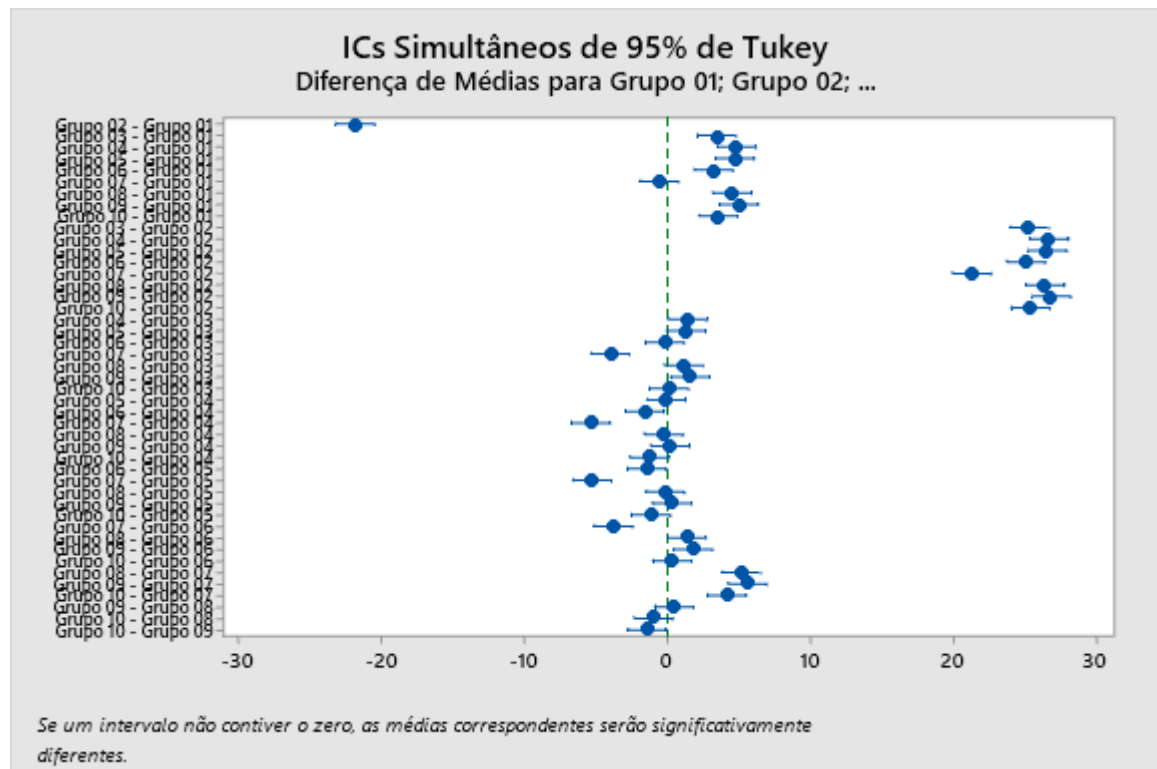
DesvPad Combinado = 1,65037

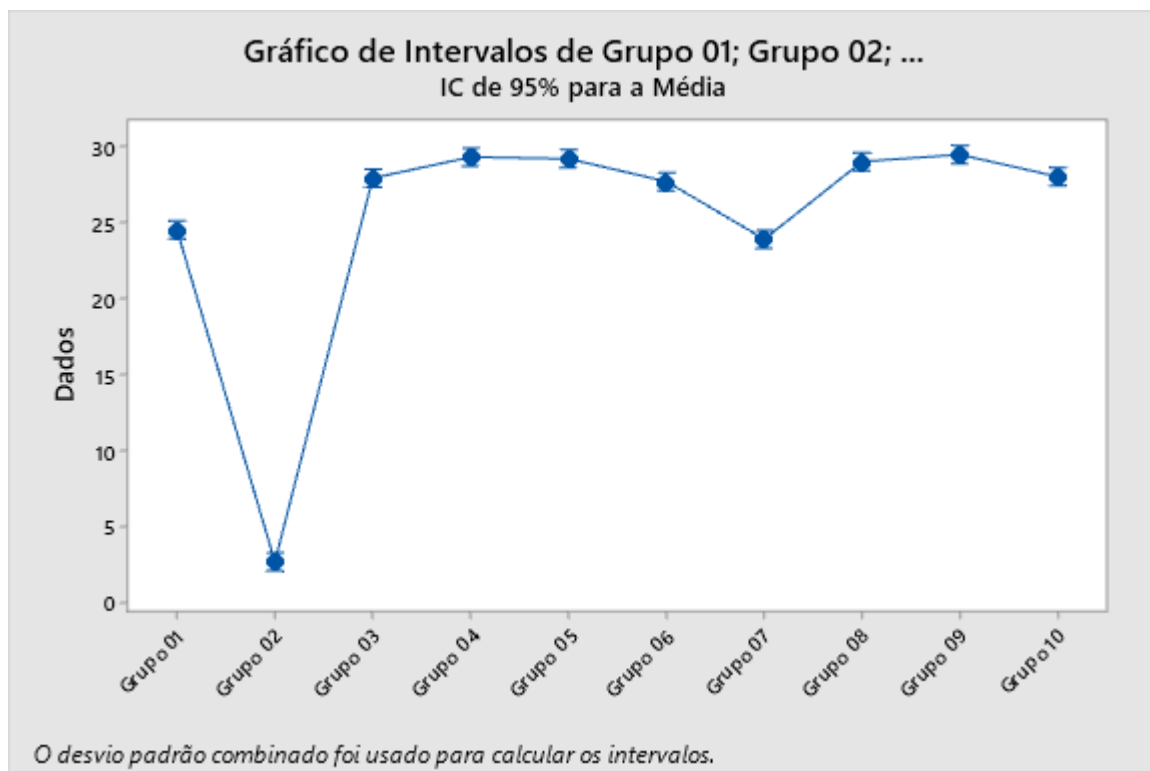
Comparações Emparelhadas de Tukey

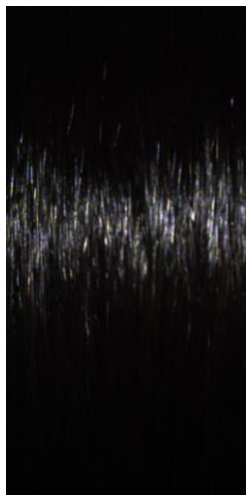
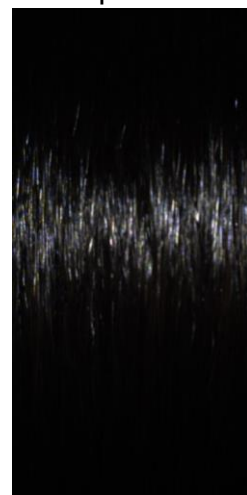
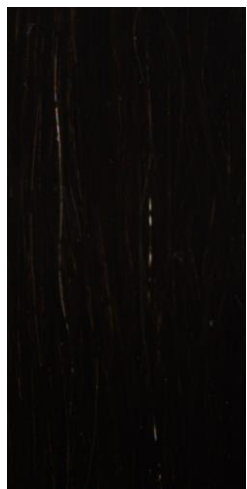
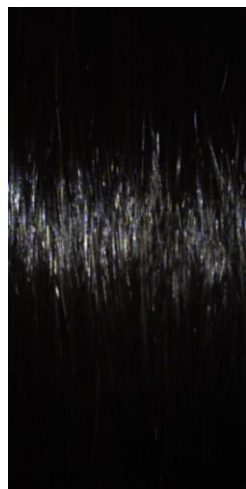
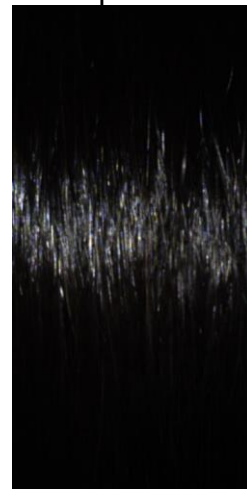
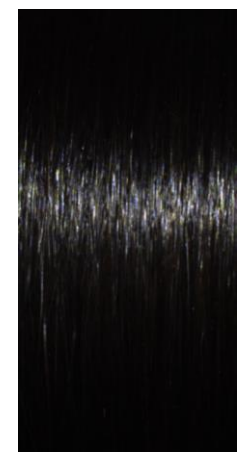
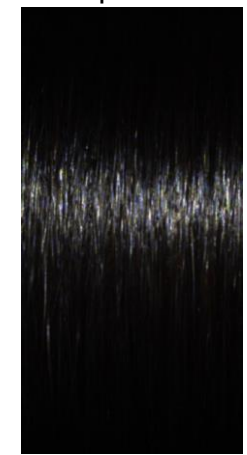
Informações de Agrupamento Usando Método de Tukey e 95% de Confiança

<u>Fator</u>	<u>N</u>	<u>Média</u>	<u>Agrupamento</u>
Grupo 09	30	29,478	A
Grupo 04	30	29,319	A B
Grupo 05	30	29,206	A B C
Grupo 08	30	29,025	A B C D
Grupo 10	30	28,024	B C D
Grupo 03	30	27,932	C D
Grupo 06	30	27,711	D
Grupo 01	30	24,517	E
Grupo 07	30	23,912	E
Grupo 02	30	2,6593	F

Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.





ANEXO 9 – IMAGENS DE BRILHO EM CABELOS (*SAMBA HAIR*)G01 – Mecha 01
DifusoG01 – Mecha 01
InternoG01 – Mecha 01
EspecularG01 – Mecha 02
DifusoG01 – Mecha 02
InternoG01 – Mecha 02
EspecularG01 – Mecha 03
DifusoG01 – Mecha 03
InternoG01 – Mecha 03
Especular

G02 – Mecha 01
Difuso



G02 – Mecha 01
Interno



G02 – Mecha 01
Especular



G02 – Mecha 02
Difuso



G02 – Mecha 02
Interno



G02 – Mecha 02
Especular



G02 – Mecha 03
Difuso



G02 – Mecha 03
Interno



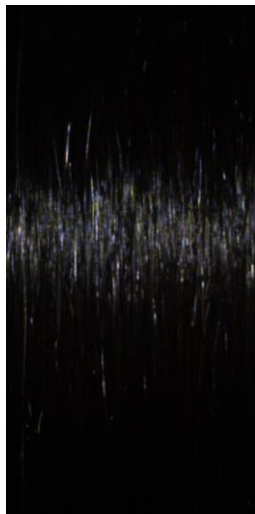
G02 – Mecha 03
Especular



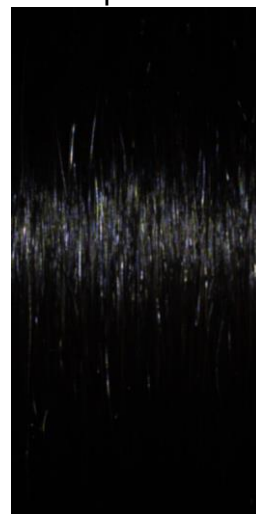
G03 – Mecha 01
Difuso



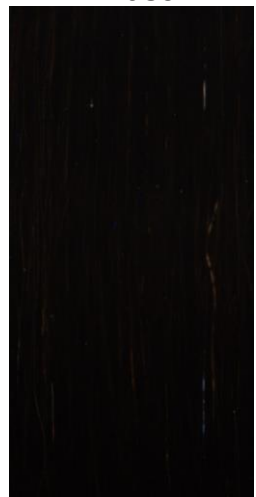
G03 – Mecha 01
Interno



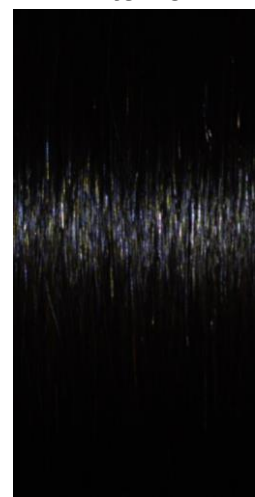
G03 – Mecha 01
Especular



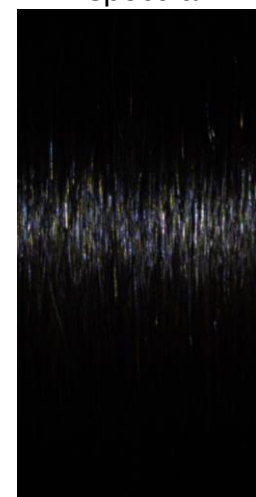
G03 – Mecha 02
Difuso



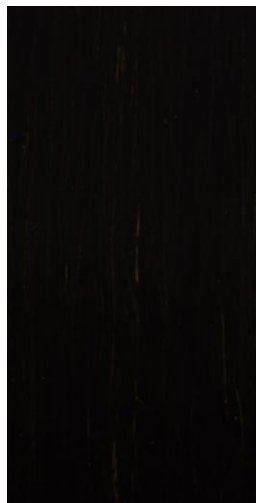
G03 – Mecha 02
Interno



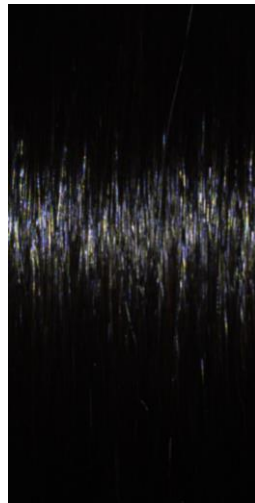
G03 – Mecha 02
Especular



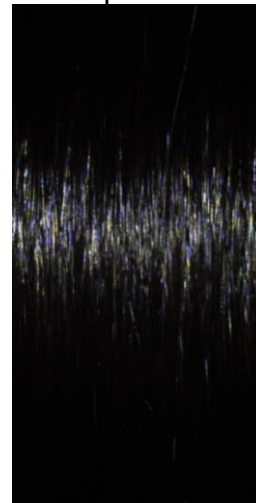
G03 – Mecha 03
Difuso



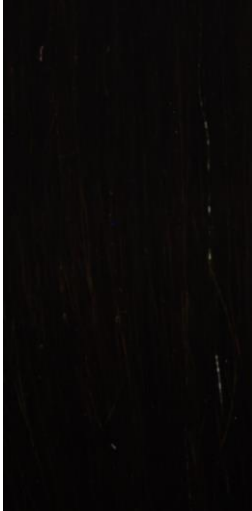
G03 – Mecha 03
Interno



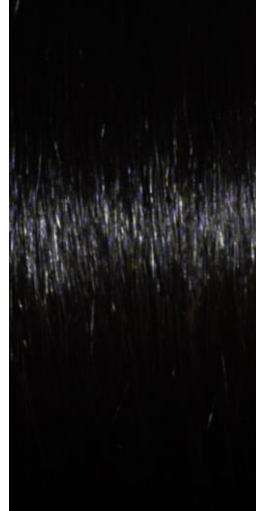
G03 – Mecha 03
Especular



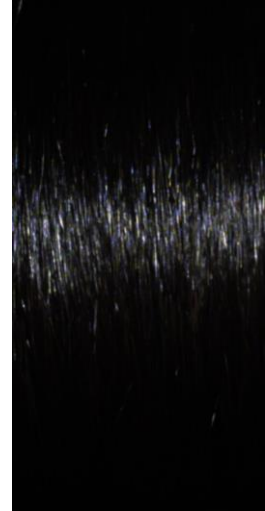
G04 – Mecha 01
Difuso



G04 – Mecha 01
Interno



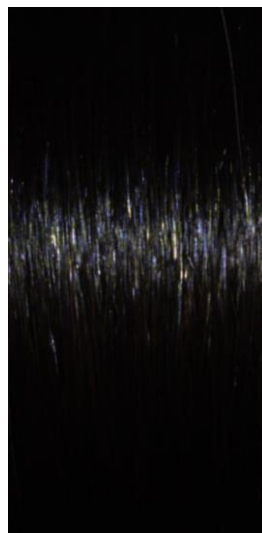
G04 – Mecha 01
Especular



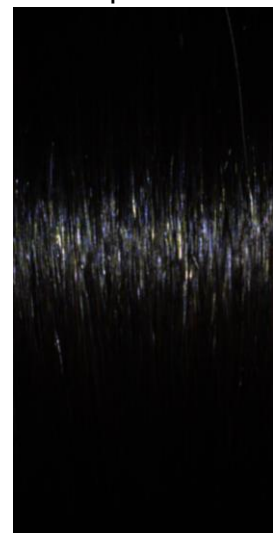
G04 – Mecha 02
Difuso



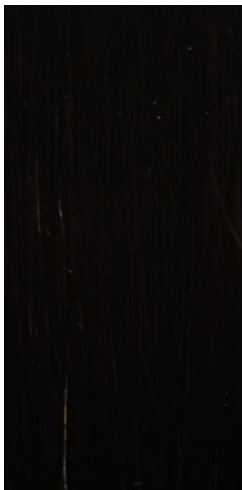
G04 – Mecha 02
Interno



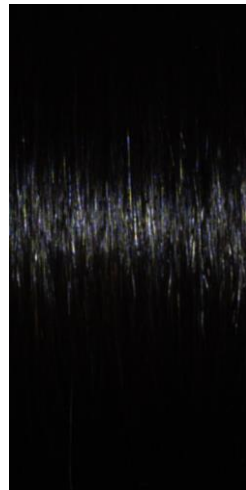
G04 – Mecha 02
Especular



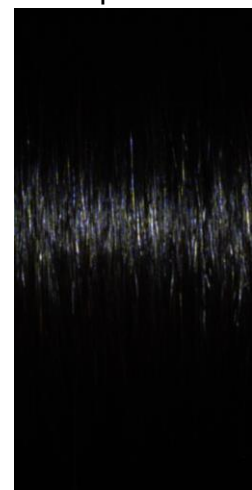
G04 – Mecha 03
Difuso



G04 – Mecha 03
Interno



G04 – Mecha 03
Especular

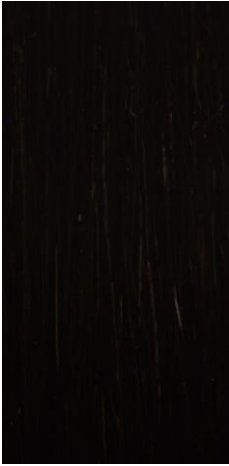


G05 – Mecha 01

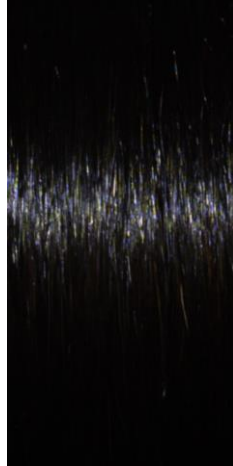
G05 – Mecha 01

G05 – Mecha 01

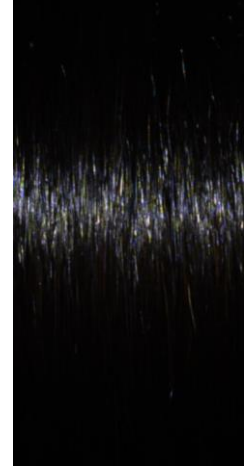
Difuso



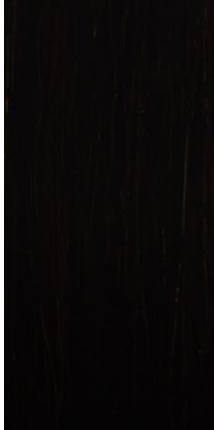
Interno



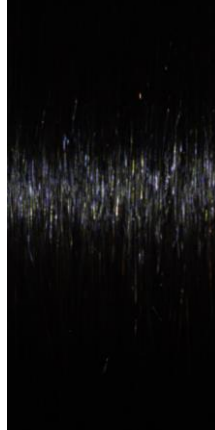
Especular



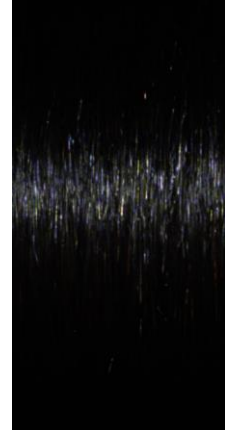
G05 – Mecha 02
Difuso



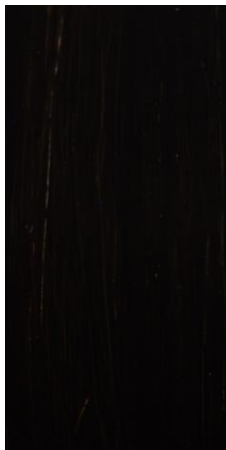
G05 – Mecha 02
Interno



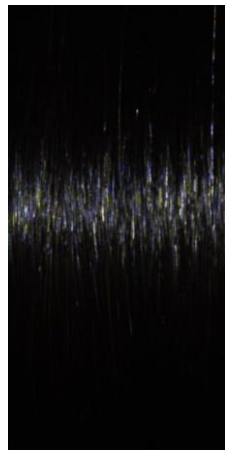
G05 – Mecha 02
Especular



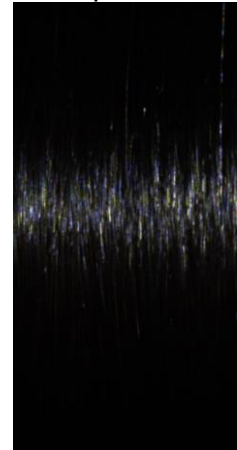
G05 – Mecha 03
Difuso



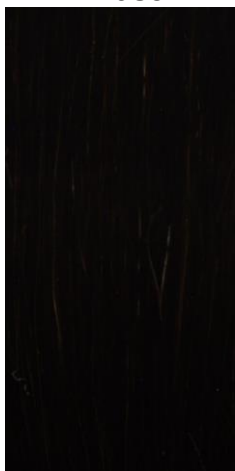
G05 – Mecha 03
Interno



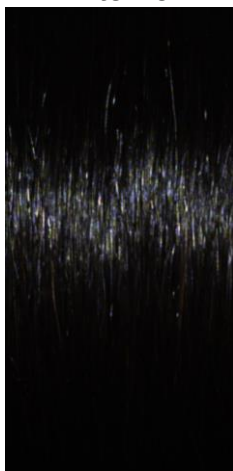
G05 – Mecha 03
Especular



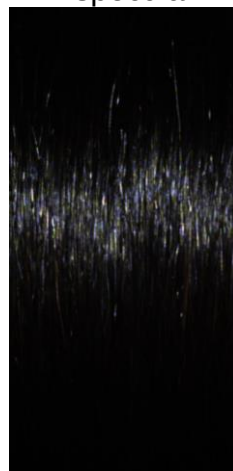
G06 – Mecha 01
Difuso



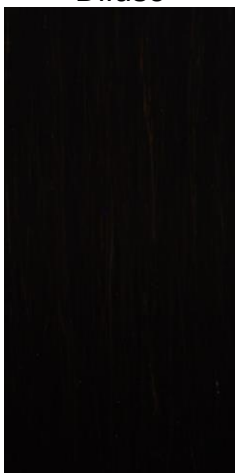
G06 – Mecha 01
Interno



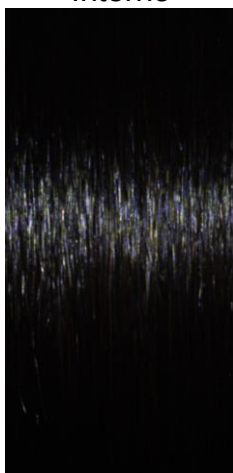
G06 – Mecha 01
Especular



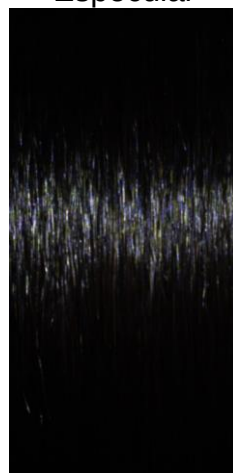
G06 – Mecha 02
Difuso



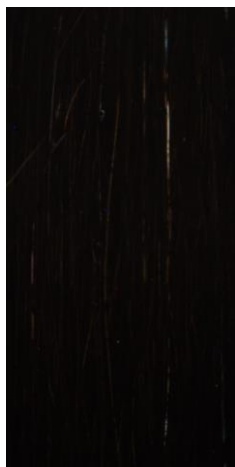
G06 – Mecha 02
Interno



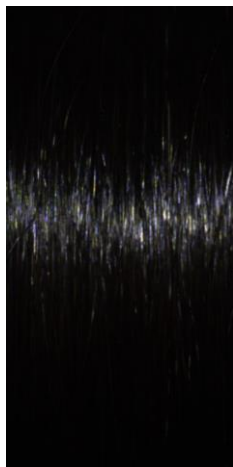
G06 – Mecha 02
Especular



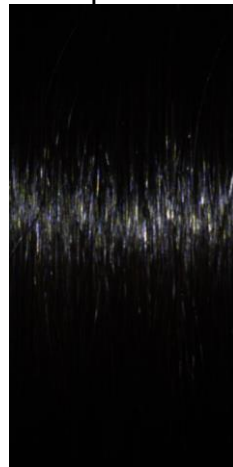
G06 – Mecha 03
Difuso



G06 – Mecha 03
Interno



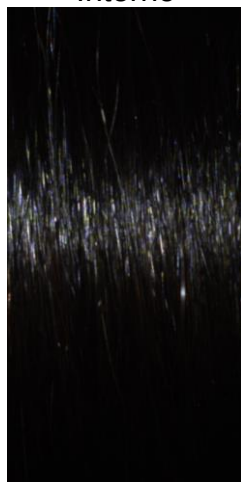
G06 – Mecha 03
Especular



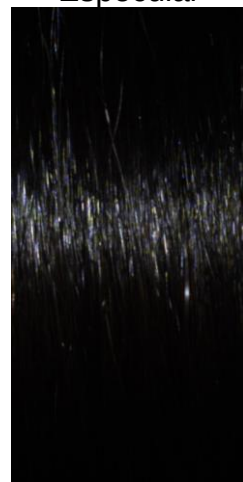
G07 – Mecha 01
Difuso



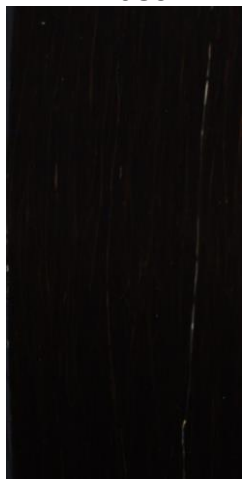
G07 – Mecha 01
Interno



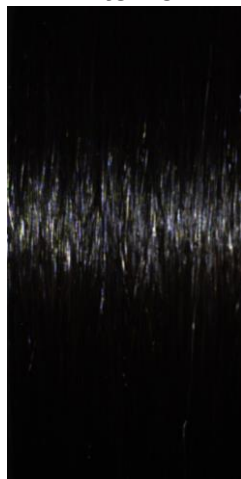
G07 – Mecha 01
Especular



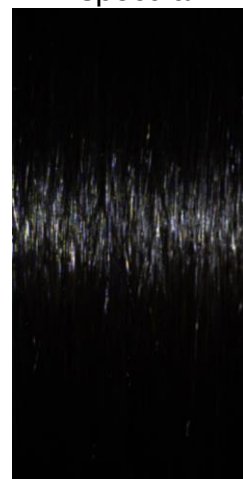
G07 – Mecha 02
Difuso



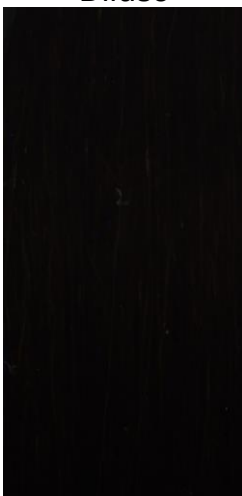
G07 – Mecha 02
Interno



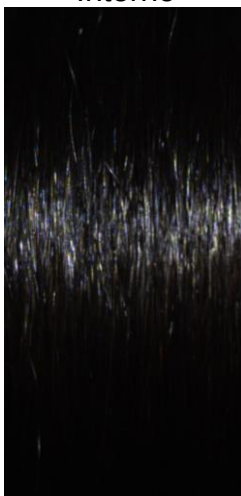
G07 – Mecha 02
Especular



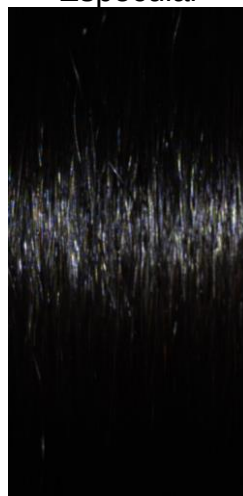
G07 – Mecha 03
Difuso



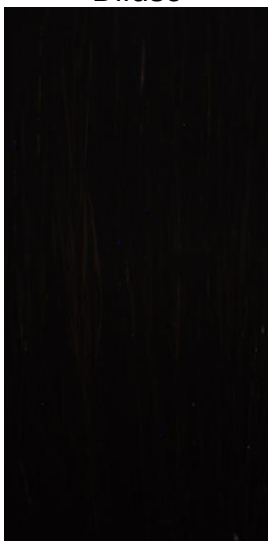
G07 – Mecha 03
Interno



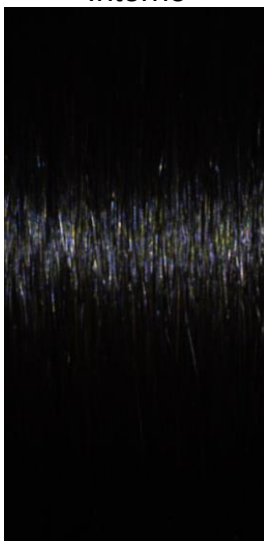
G07 – Mecha 03
Especular



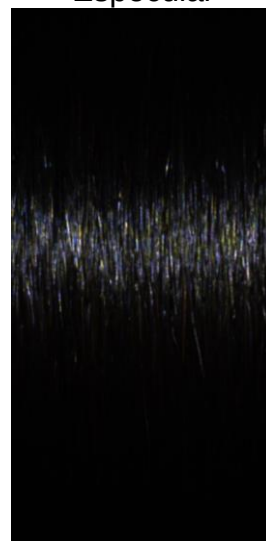
G08 – Mecha 01
Difuso



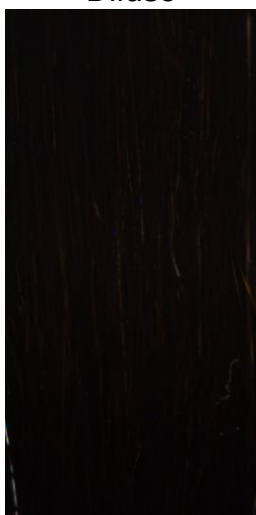
G08 – Mecha 01
Interno



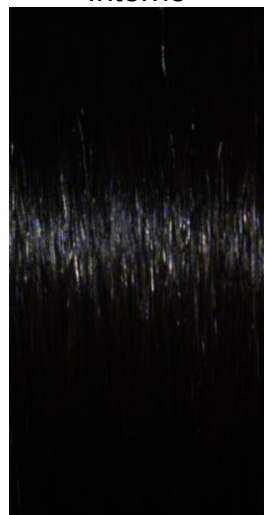
G08 – Mecha 01
Especular



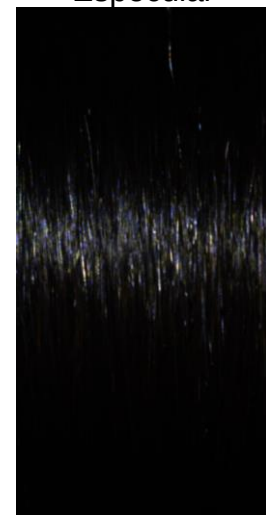
G08 – Mecha 02
Difuso



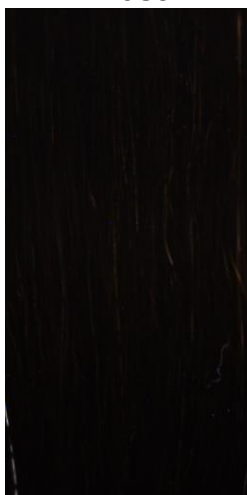
G08 – Mecha 02
Interno



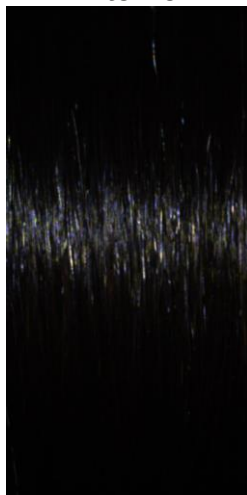
G08 – Mecha 02
Especular



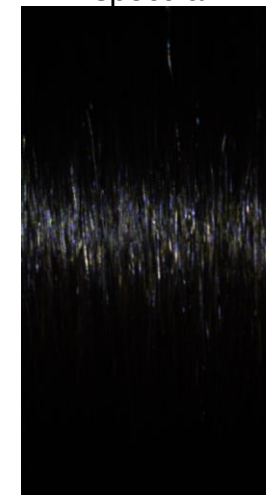
G08 – Mecha 03
Difuso



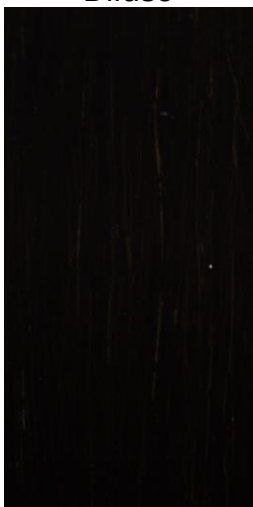
G08 – Mecha 03
Interno



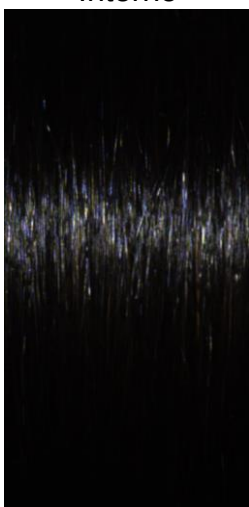
G08 – Mecha 03
Especular



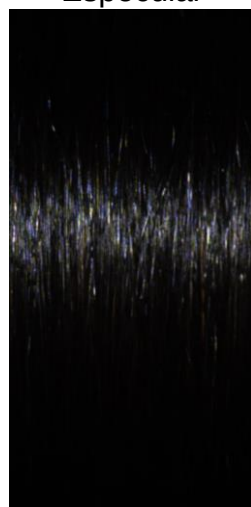
G09 – Mecha 01
Difuso



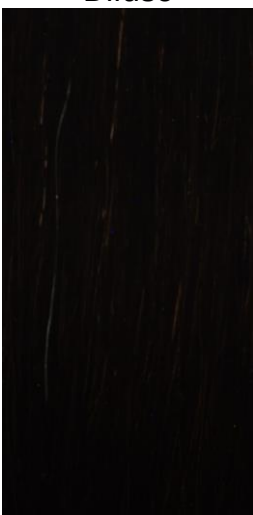
G09 – Mecha 01
Interno



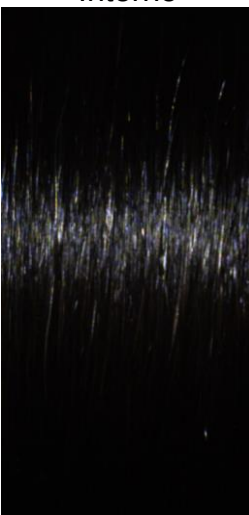
G09 – Mecha 01
Especular



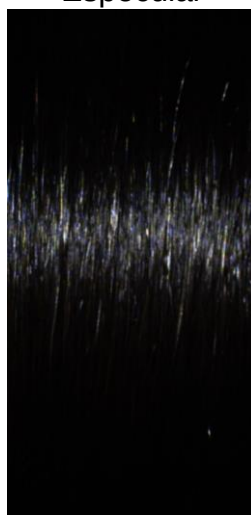
G09 – Mecha 02
Difuso



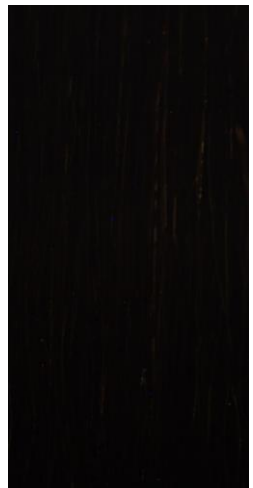
G09 – Mecha 02
Interno



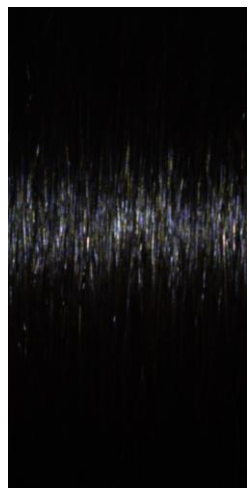
G09 – Mecha 02
Especular



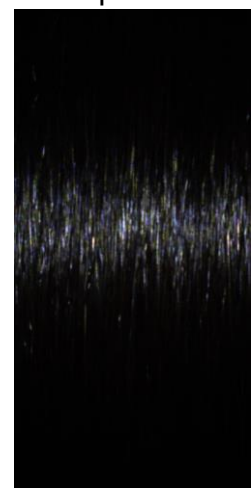
G09 – Mecha 03
Difuso



G09 – Mecha 03
Interno



G09 – Mecha 03
Especular

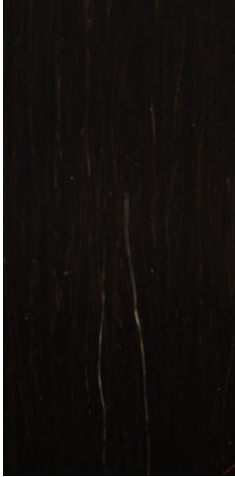


G10 – Mecha 01

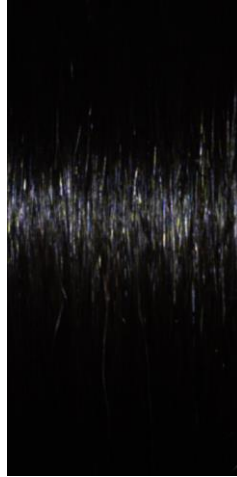
G10 – Mecha 01

G10 – Mecha 01

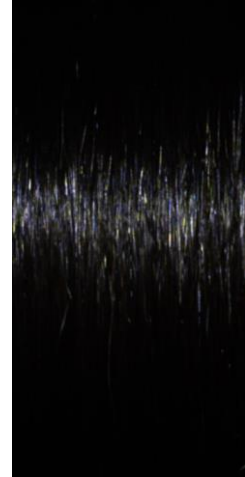
Difuso



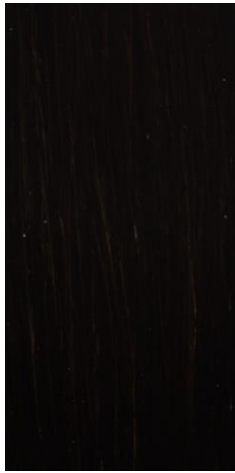
Interno



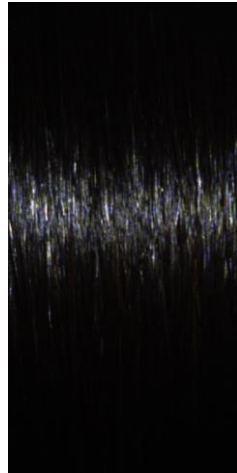
Especular



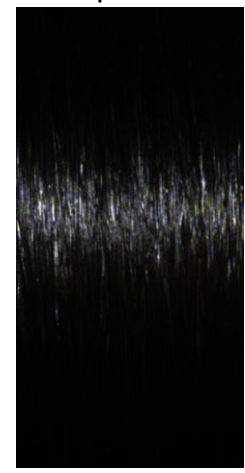
G10 – Mecha 02
Difuso



G10 – Mecha 02
Interno



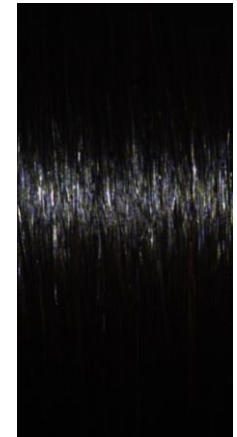
G10 – Mecha 02
Especular



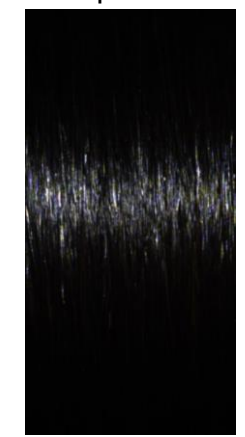
G10 – Mecha 03
Difuso



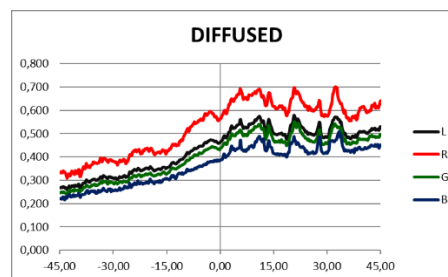
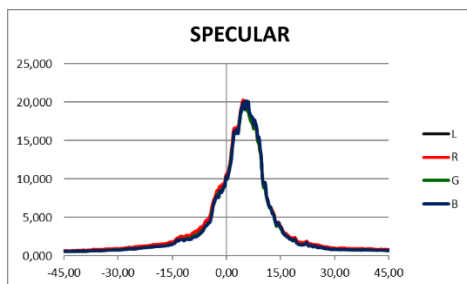
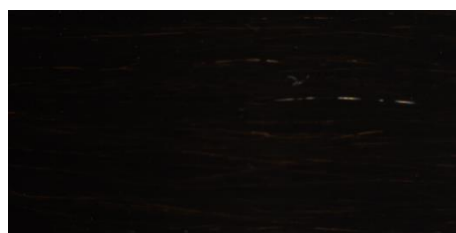
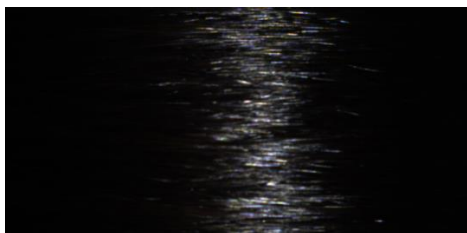
G10 – Mecha 03
Interno



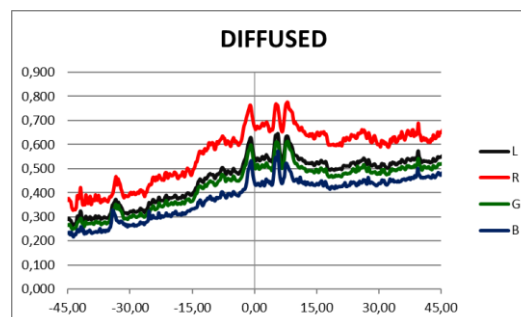
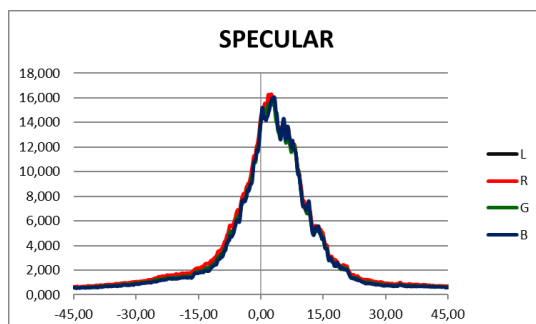
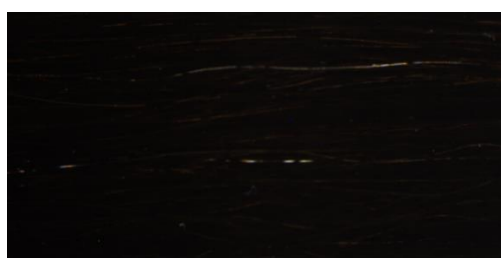
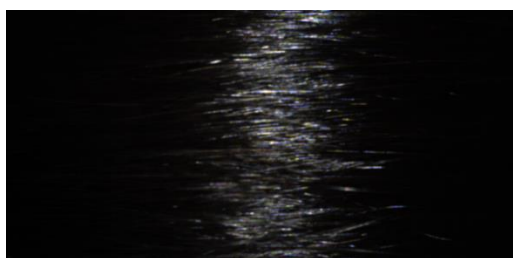
G10 – Mecha 03
Especular



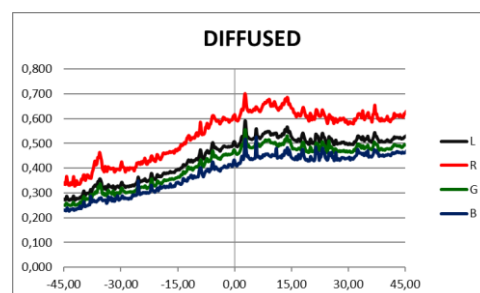
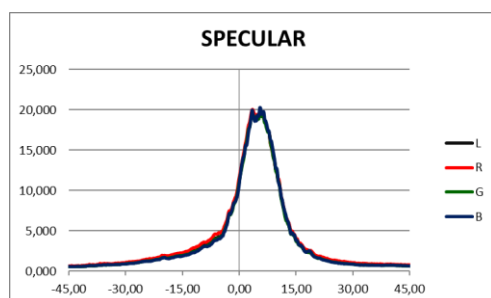
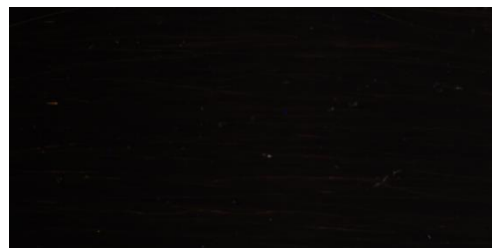
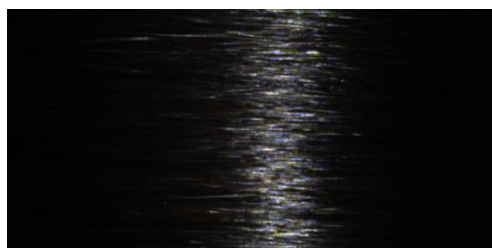
Mecha 1 – G01



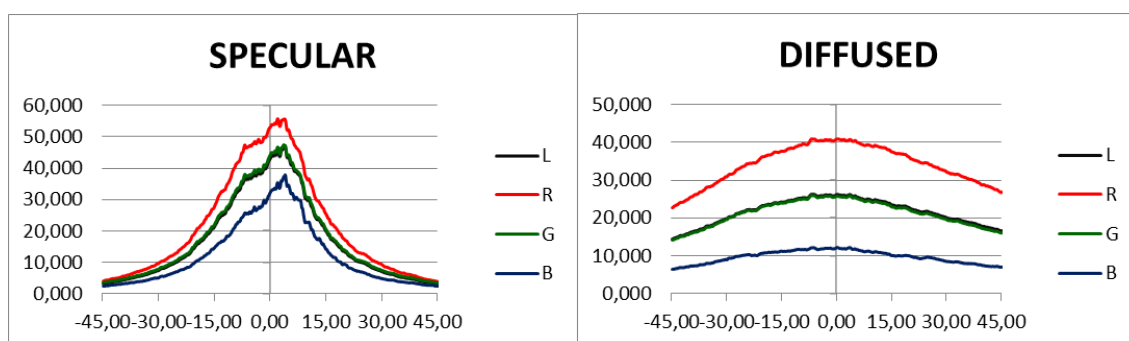
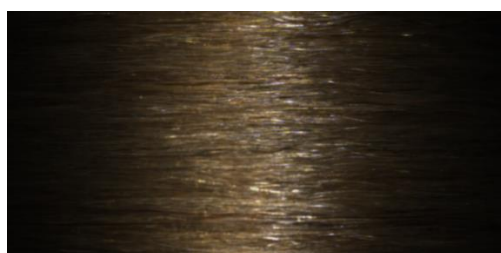
Mecha 2 – G01



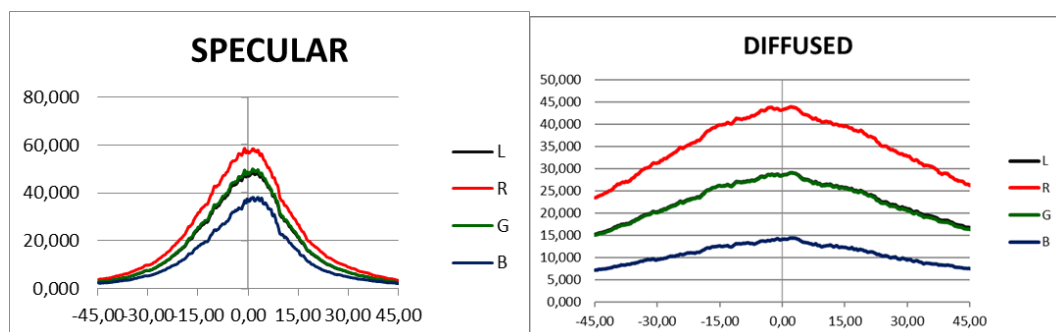
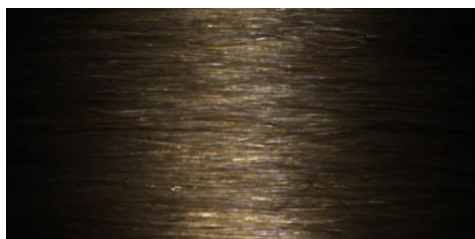
Mecha 3 – G01



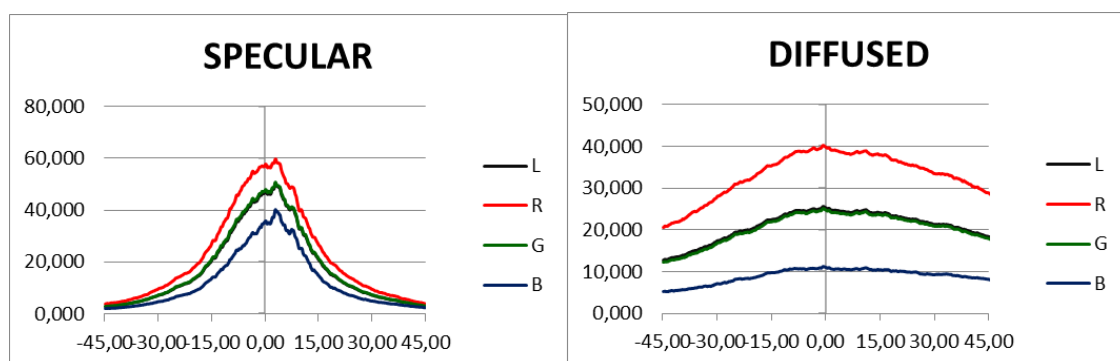
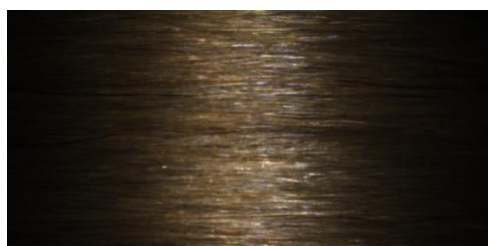
Mecha 1 – G02



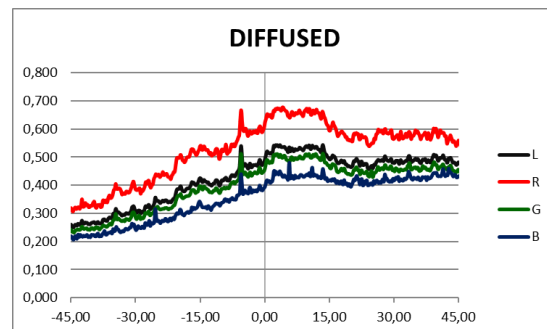
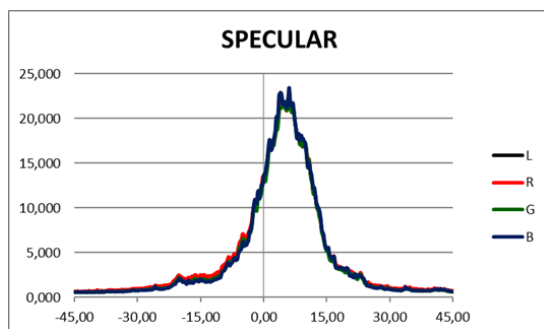
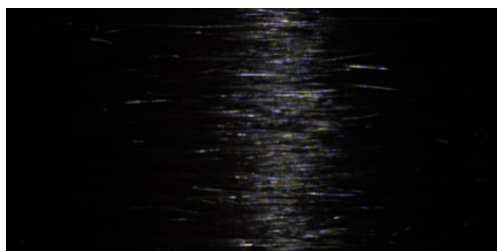
Mecha 2 – G02



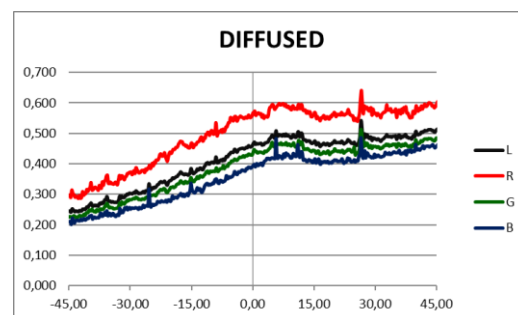
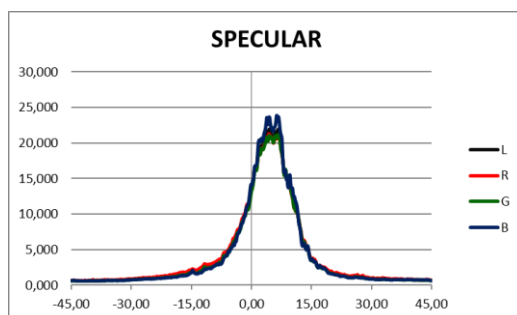
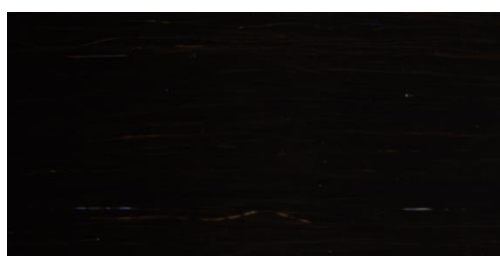
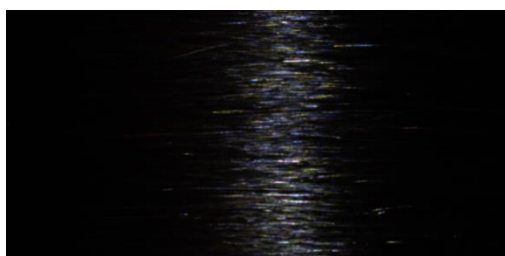
Mecha 3 – G02



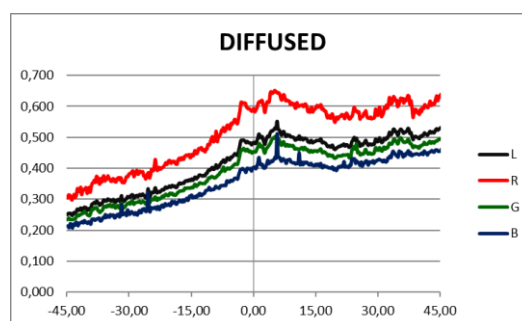
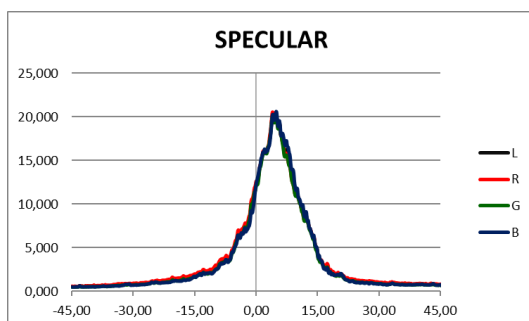
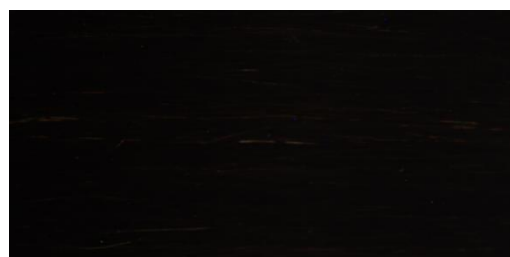
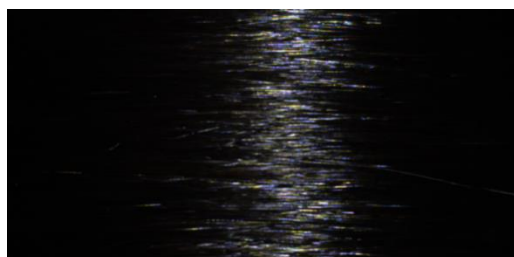
Mecha 1 – G03



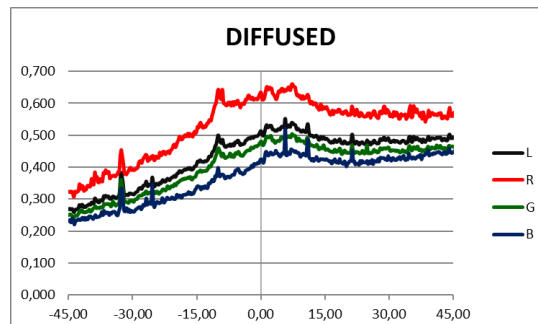
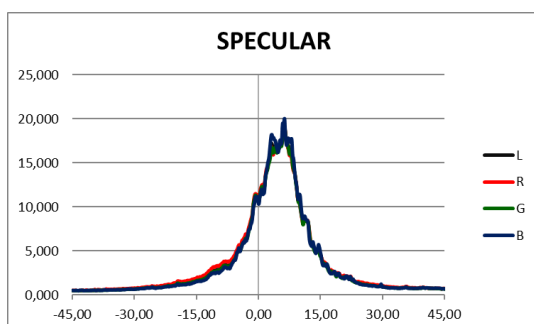
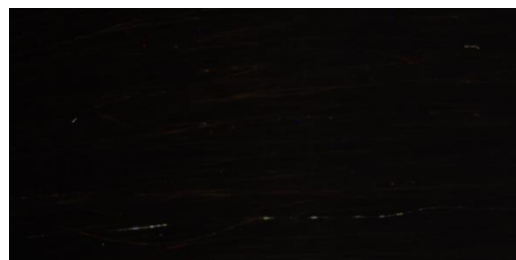
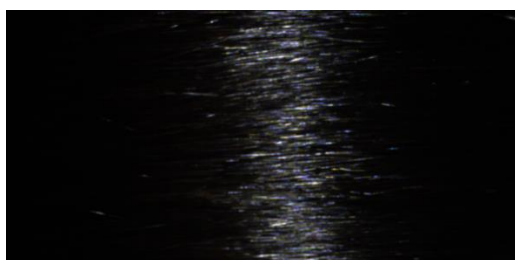
Mecha 2 – G03



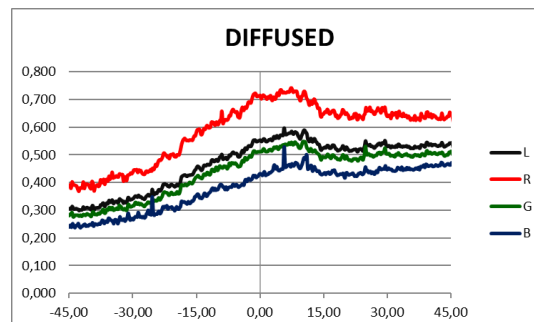
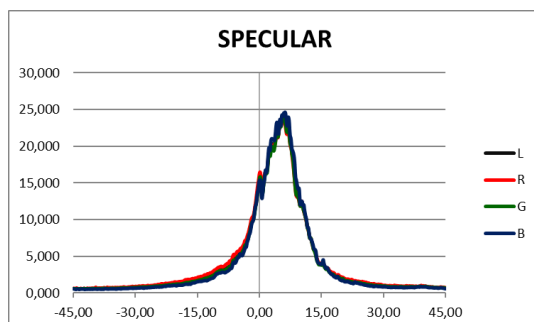
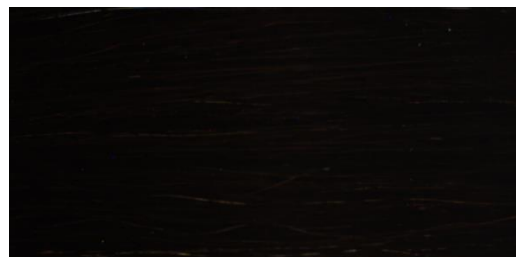
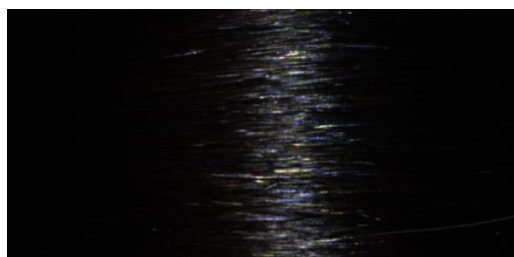
Mecha 3 – G03



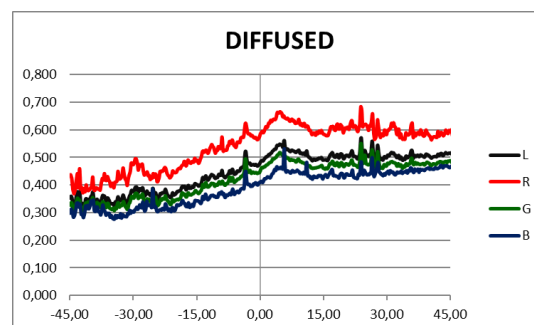
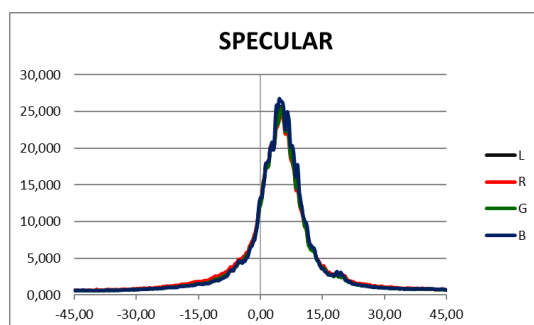
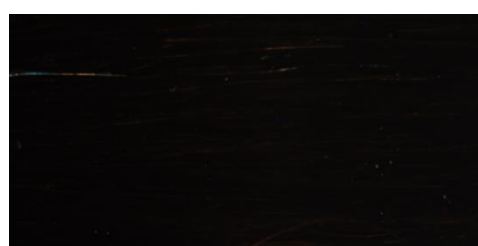
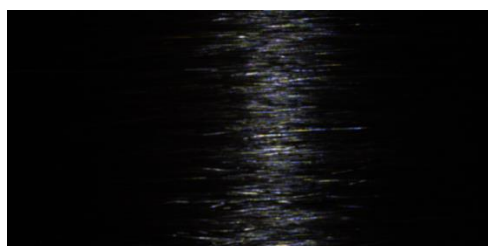
Mecha 1 – G04



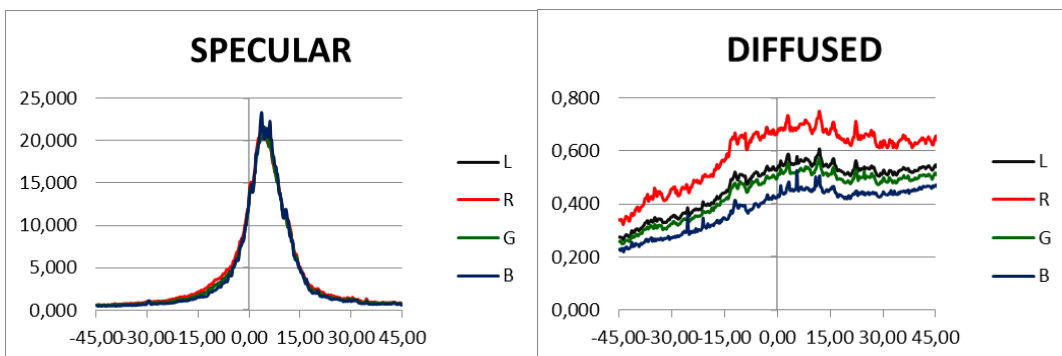
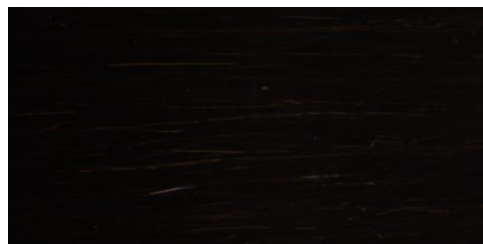
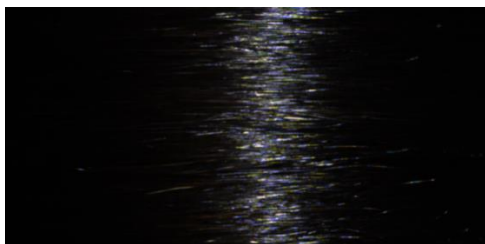
Mecha 2 – G04



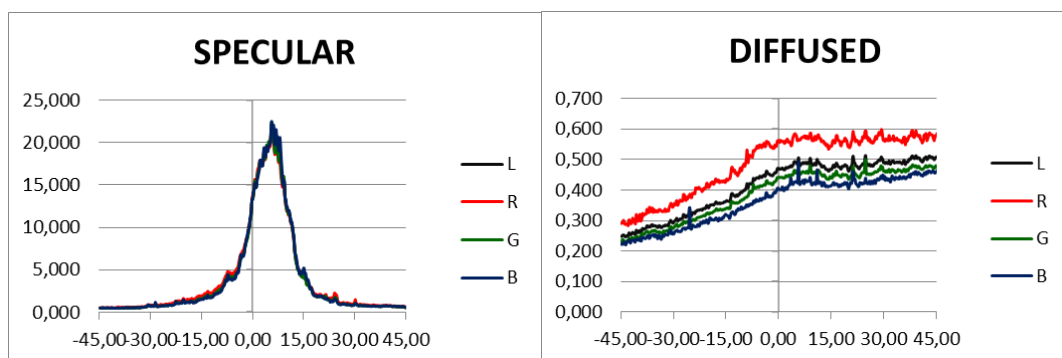
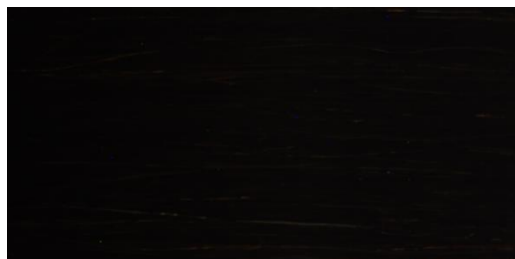
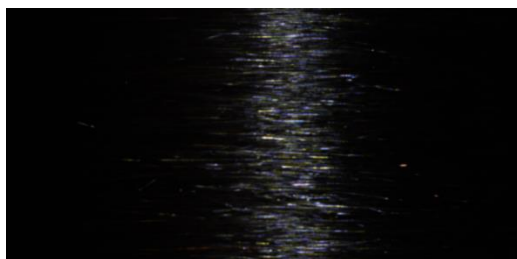
Mecha 3 – G04



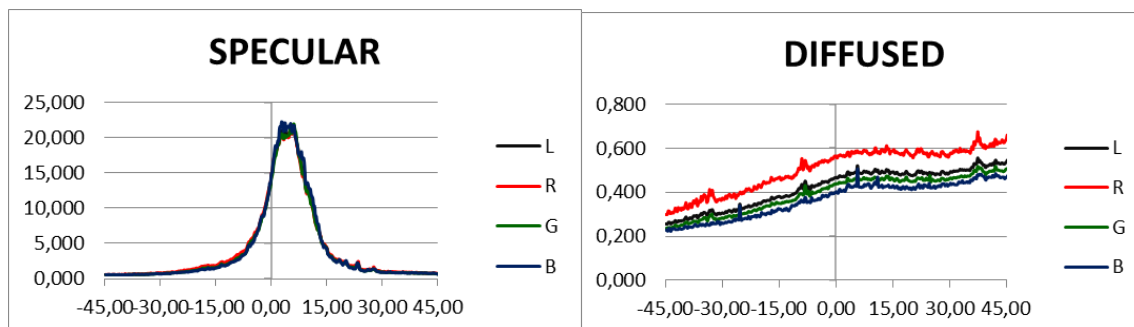
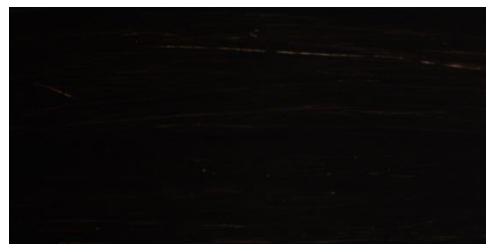
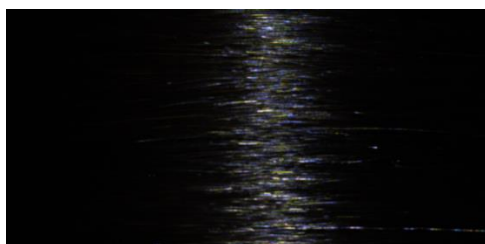
Mecha 1 – G05



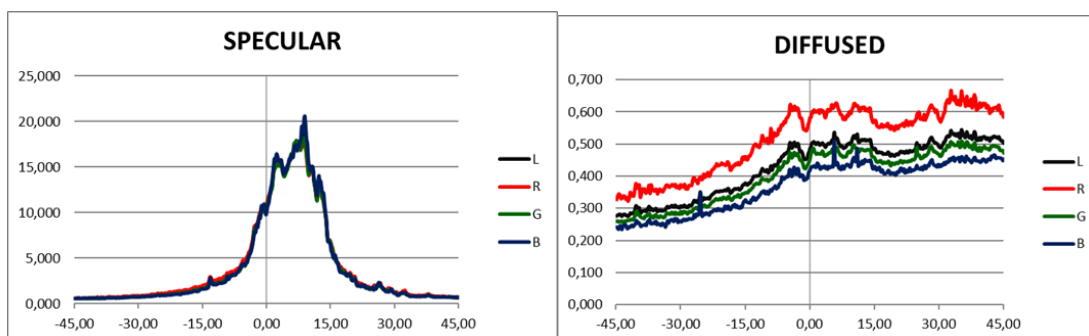
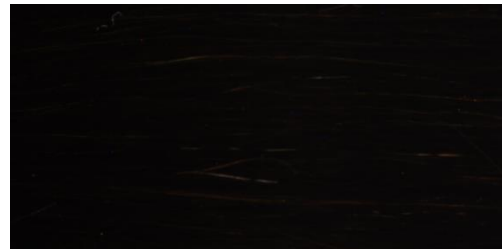
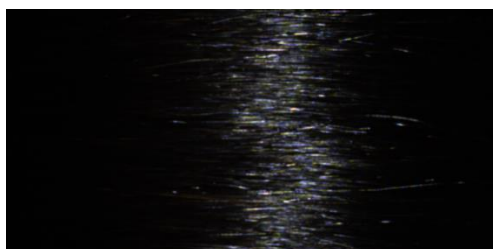
Mecha 2 – G05



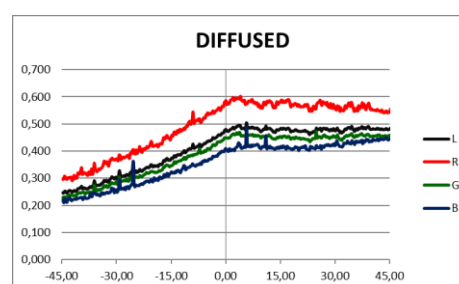
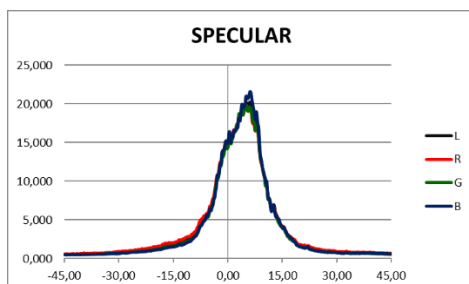
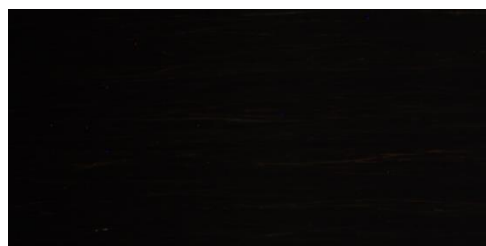
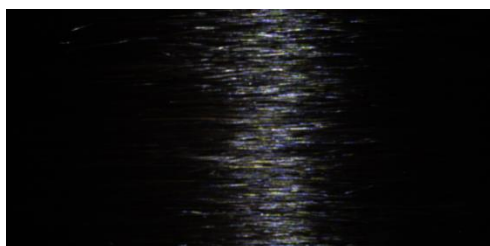
Mecha 3 – G05



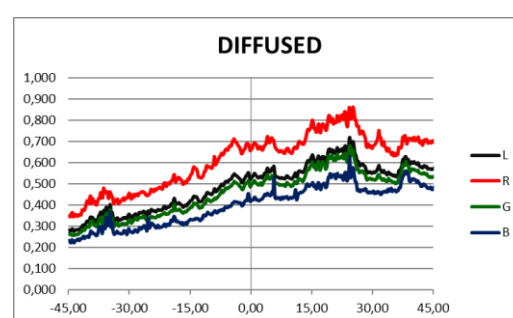
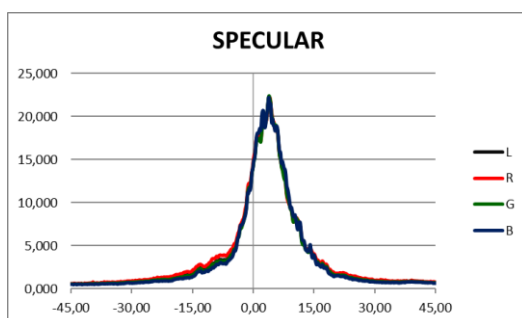
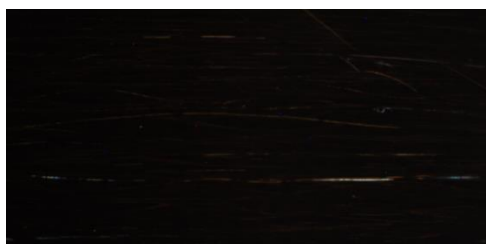
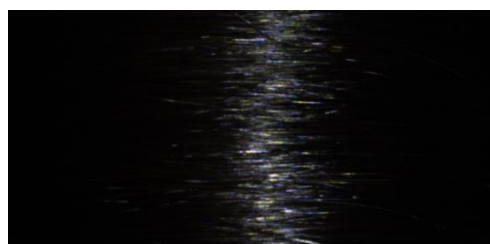
Mecha 1 – G06



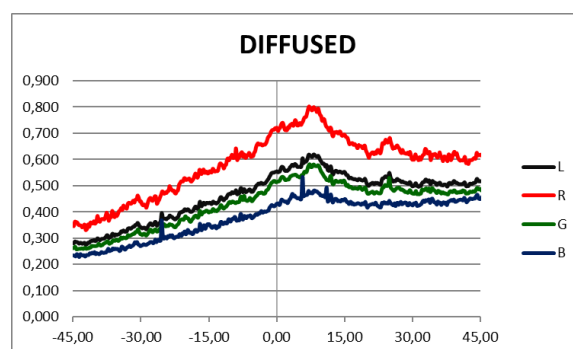
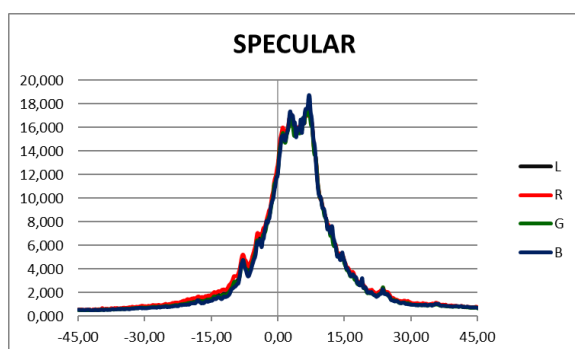
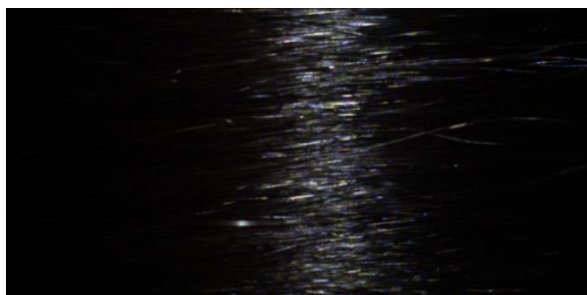
Mecha 2 – G06



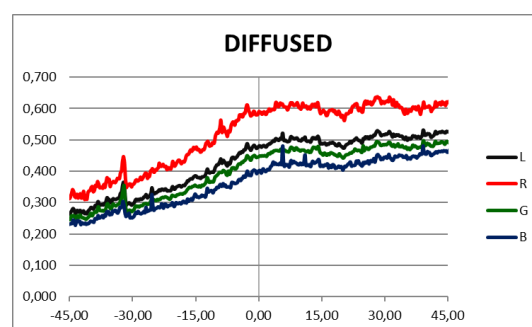
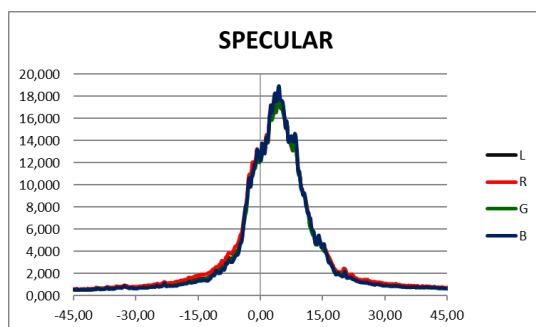
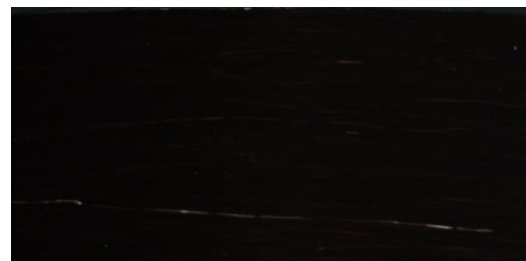
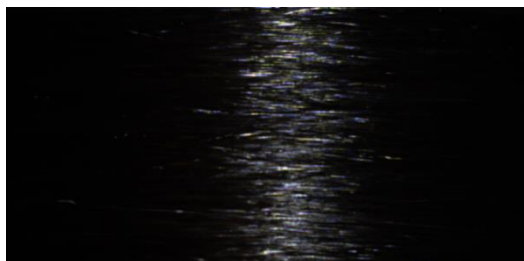
Mecha 3 – G06



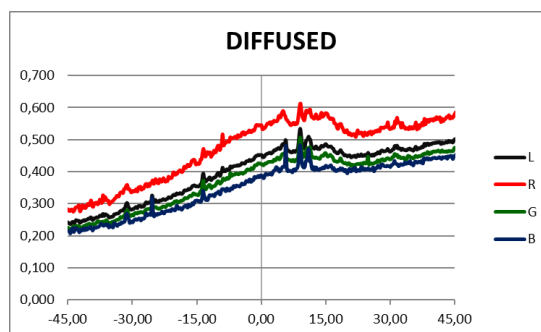
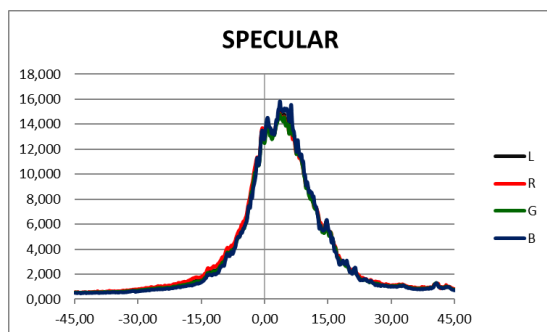
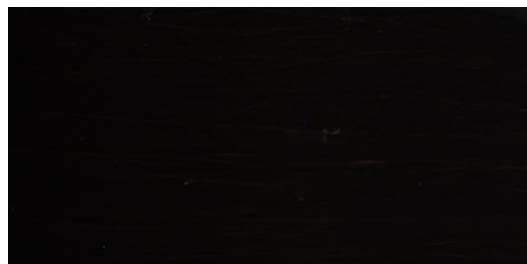
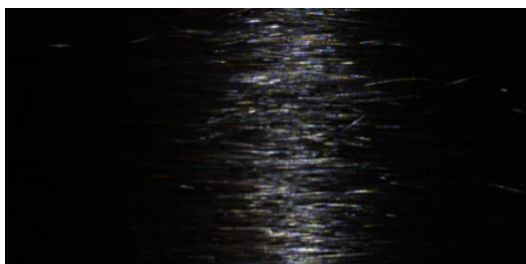
Mecha 1 – G07



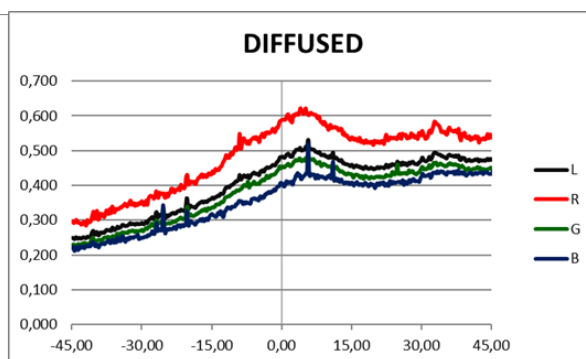
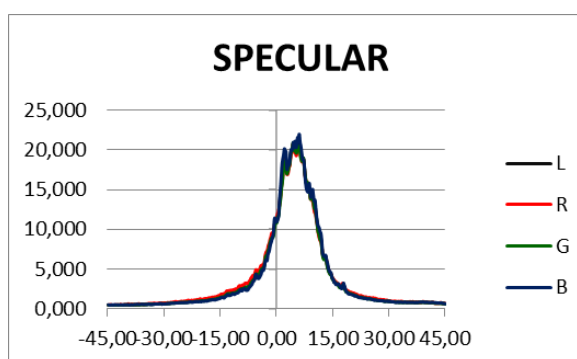
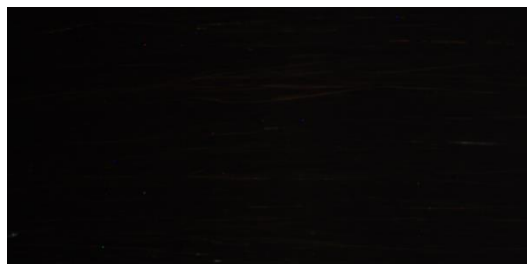
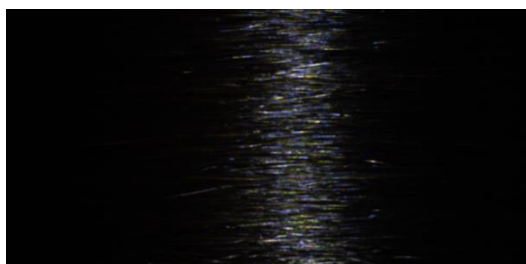
Mecha 2 – G07



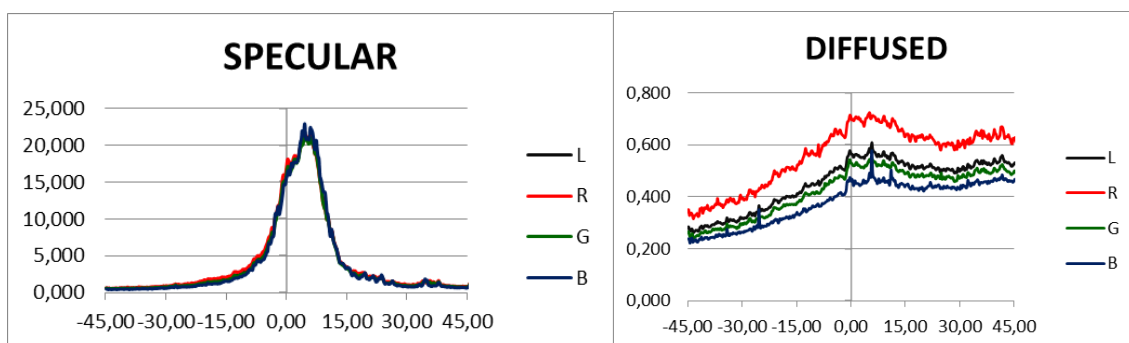
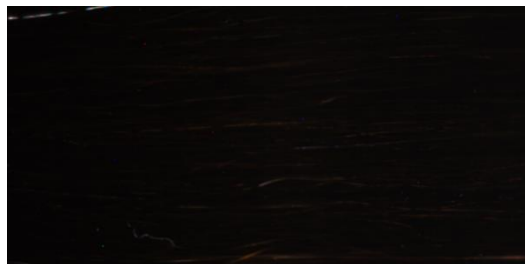
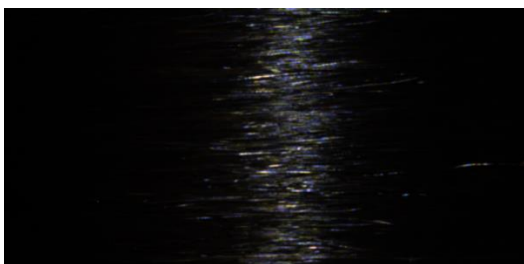
Mecha 3 – G07



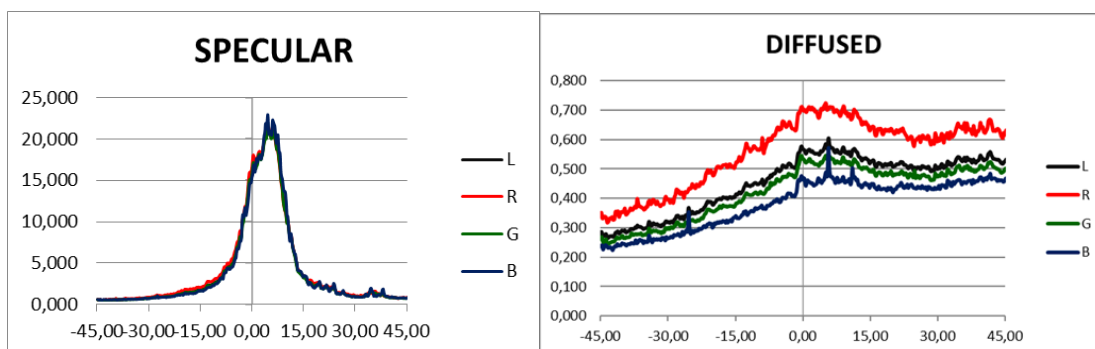
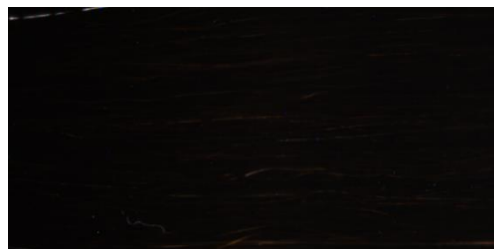
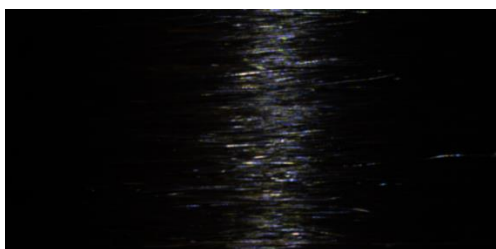
Mecha 1 – G08



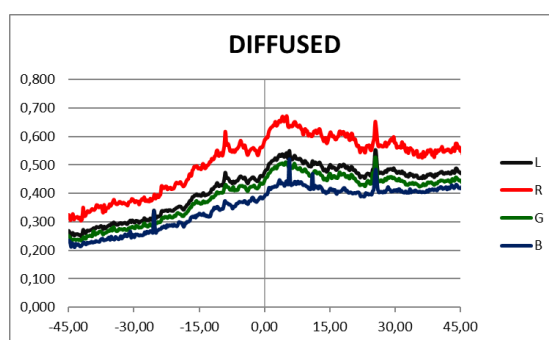
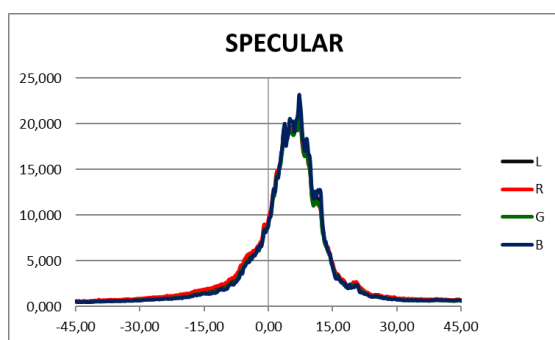
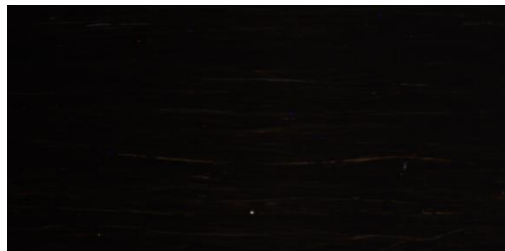
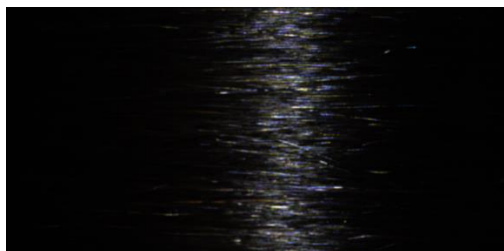
Mecha 2 – G08



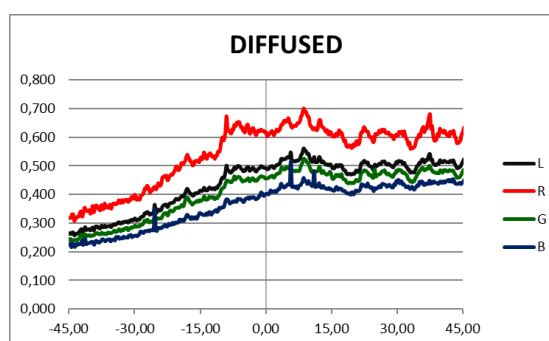
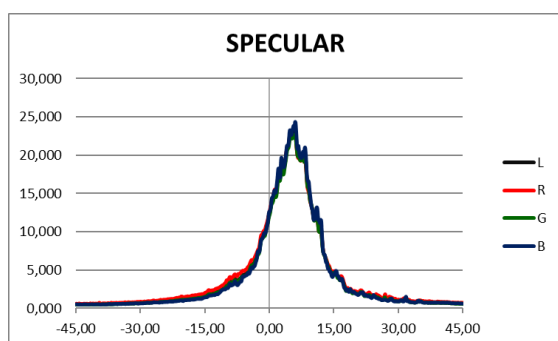
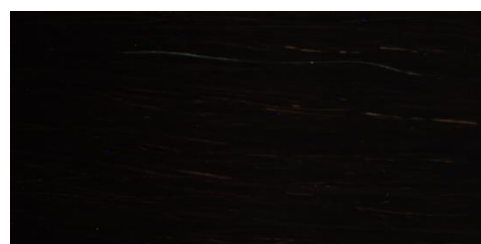
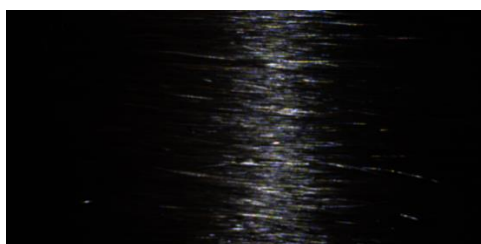
Mecha 3 – G08



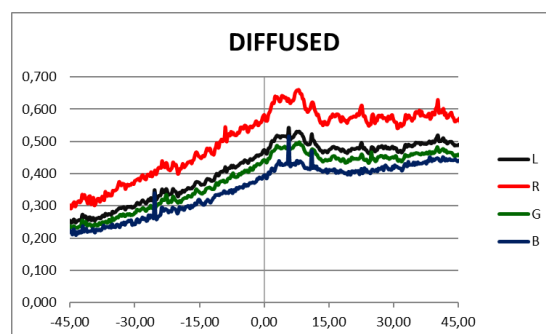
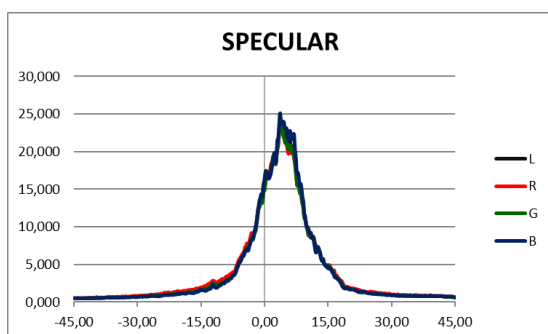
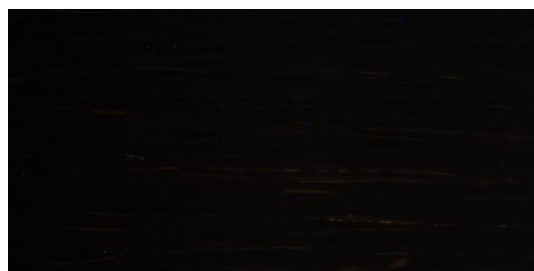
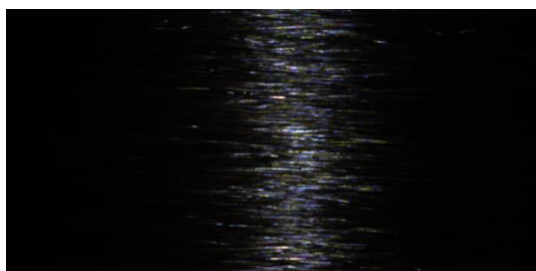
Mecha 1 – G09



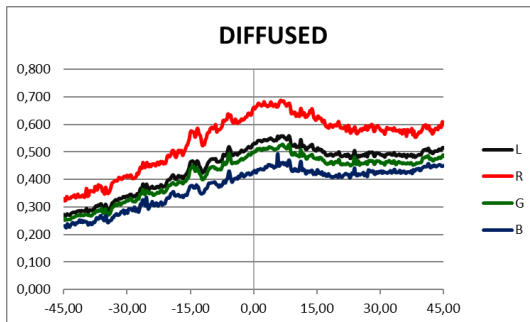
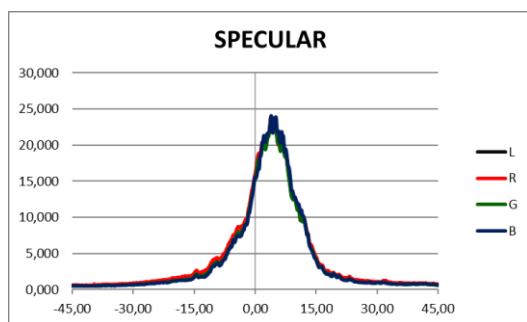
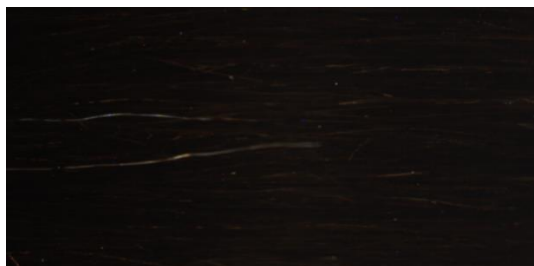
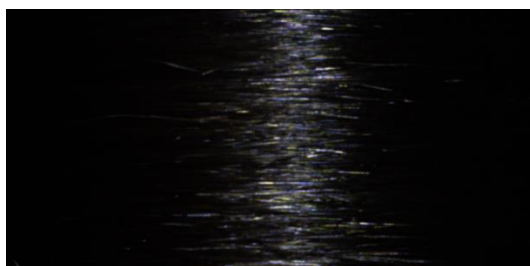
Mecha 2 – G09



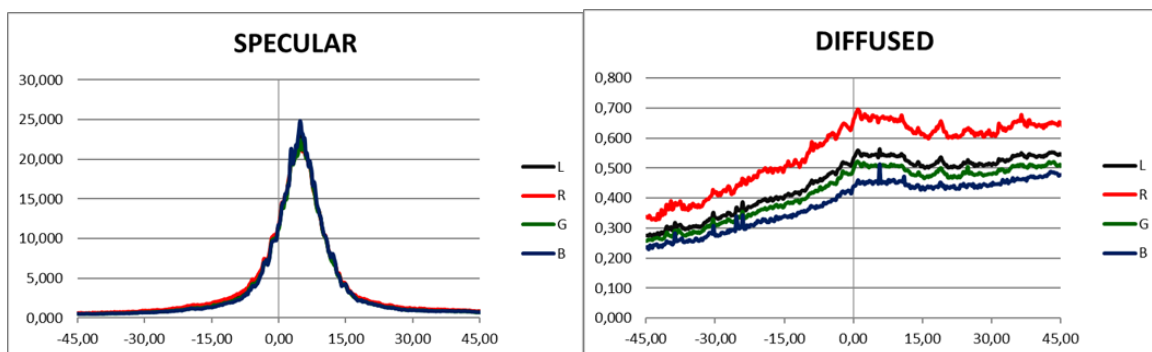
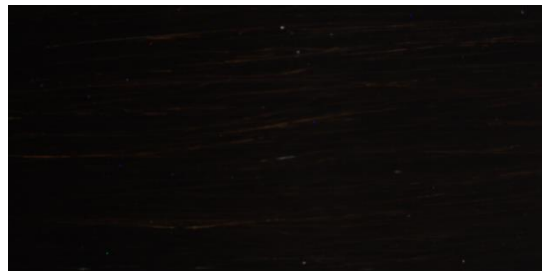
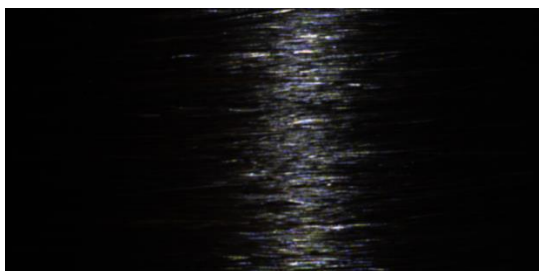
Mecha 3 – G09



Mecha 1 – G10



Mecha 2 – G10



Mecha 3 – G10

