



### DIRECÇÃO DE COMPROVAÇÃO DA QUALIDADE

Análise Laboratorial de Produtos Cosméticos e de Higiene Corporal com a Menção de Ausência de Conservantes





### **Enquadramento**

No âmbito da análise do mercado de Produtos Cosméticos e de Higiene Corporal (PCHC), foi realizada uma acção de comprovação da qualidade durante o ano de 2008 direccionada maioritariamente a produtos que mencionavam ausência de conservantes, nomeadamente os que apresentavam no rótulo designações do tipo "sem conservantes", "sem parabenos" ou "ingredientes de origem natural", conforme se encontra descrito na Tabela 1.

Tabela 1. Tipo de amostras analisadas de acordo com a informação do rótulo

Informação constante no rótulo	Nº de Amostras
Sem conservantes	10
Sem parabenos	8
Sem conservantes sintéticos	6
Sem parabenos nem conservantes sintéticos	3
99,95% de ingredientes de origem natural	2
100 % de ingredientes naturais	5
Com conservantes	19
Total	53

A análise laboratorial efectuada pela Direcção de Comprovação da Qualidade (DCQ) consistiu na Identificação e Doseamento de Conservantes (53 amostras) e no Controlo Microbiológico (33 amostras) das formas de apresentação indicadas na Figura 1.

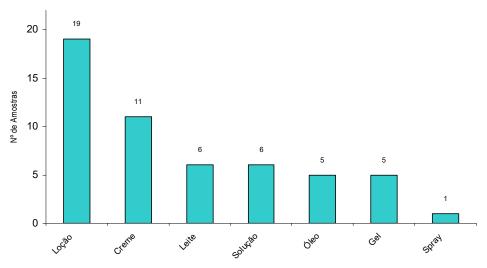


Figura 1. Formas de apresentação das amostras analisadas





#### Análise laboratorial

A avaliação laboratorial dos Produtos Cosméticos e de Higiene Corporal encontra-se regulamentada na Legislação Portuguesa através das Portarias nº 467/98 (D.R série B, nº 174 de 30/07/1998) e n.º 503/94 (D.R. I série B, nº 154 de 06/07/1994) que transpõem para a Ordem Jurídica Nacional as Directivas Europeias sobre esta matéria.

Os parâmetros avaliados nestas amostras foram os seguintes:

- 1. Identificação e Doseamento de Conservantes:
  - 2-fenoxietanol, 1-fenoxi-2-propanol, 4-hidroxibenzoato de metilo, 4-hidroxibenzoato de etilo, 4-hidroxibenzoato de propilo, 4-hidroxibenzoato de butilo e 4-hidroxibenzoato de benzilo, Portaria nº 467/98 de 30 de Julho (cromatografia líquida de alta eficiência).
  - Ácido benzóico, ácido 4-hidroxibenzóico, ácido sórbico, ácido salicílico e ácido propiónico, Portaria nº 503/94 de 6 de Julho, capítulo XXXIV (cromatografia líquida de alta eficiência).

### 2. Controlo microbiológico:

A avaliação da conformidade com os critérios de aceitação de contaminação microbiológica baseia-se na quantificação de microrganismos mesófilos viáveis, com capacidade de desenvolvimento em meios de cultura e temperaturas de incubação que permitem o crescimento da grande maioria destes microrganismos. Em cada amostra são ainda realizados diversos ensaios para detecção de microrganismos específicos, eventualmente presentes.

Para os produtos cuja rotulagem indica a ausência de substâncias conservantes, foi realizado o Ensaio de Eficácia de Conservantes, que permite determinar a capacidade de cada amostra de manter uma gualidade microbiologicamente aceitável.

Considerando que o D.L. nº 179/2007 de 8 de Maio, posteriormente revogado pelo D.L. nº 189/2008 de 24 de Setembro, refere que, na ausência de regulamentação, são seguidos os métodos de análise e os critérios estabelecidos em normas NP (normas portuguesas), em normas EN (Comité Europeu de Normalização), em normas ISO (*International Standard Organization*), Farmacopeias ou outros internacionalmente adoptados, o controlo microbiológico foi efectuado segundo os seguintes documentos de referência:

- Cosmetics Microbiology Enumeration and detection of aerobic mesophilic bacteria (ISO 21149:2006)
- Cosmetics Microbiology Enumeration of yeast and mould (ISO 16212:2008)





- Detection of Pseudomonas aeruginosa (ISO 22717:2006)
- Detection of Staphylococcus aureus (ISO 22718:2006)
- Detection of Escherichia coli (ISO 21150:2006)
- Detection of Candida albicans (ISO 18416:2007)
- Ensaio da Eficácia de Conservantes (Farmacopeia Europeia 6.0, capítulo 5.1.3.)

#### Parâmetros Analíticos e Especificações

Identificação e Doseamento de Conservantes:

A avaliação da conformidade das amostras foi efectuada de acordo com os limites máximos admitidos na Legislação Portuguesa, tal como indica a Tabela 2.

LMA Método Substâncias (DL nº 179/07, de 08 de Maio) 2-fenoxietanol ≤ 1% (m/m) Proibido nos produtos para higiene 1-fenoxi-2-propanol bucal 4-hidroxibenzoato de metilo Portaria nº 467/98, 4-hidroxibenzoato de etilo de 30 de Julho 4-hidroxibenzoato de ≤ 0,4 % (m/m) para um éster ou ≤ 0,8% propilo (m/m) para misturas de ésteres 4-hidroxibenzoato de butilo 4-hidroxibenzoato de benzilo ≤ 2,5 % (m/m) produtos destinados a serem enxaguados Ácido benzóico ≤ 0,5 % (m/m) produtos que não são enxaguados Portaria nº 503/94, de 6 de Julho, Ácido 4-hidroxibenzóico ≤ 0,4 % (m/m) capítulo XXXIV Ácido sórbico ≤ 0,6 % (m/m) Ácido salicílico ≤ 0,5 % (m/m)

Tabela 2. Substâncias analisadas e seus limites máximos admitidos (LMA)

#### 2. Controlo Microbiológico:

Do ponto de vista da qualidade microbiológica, a avaliação da conformidade das amostras foi efectuada de acordo com Guidelines on Microbiological Quality of the Finished Cosmetic Product, The Scientific Comitee on Cosmetic Products's (SCCP), Notes of Guidance for the Testing of Cosmetic





*Ingredients and their Safety Evaluation* (Capítulo 6-4), 6th ed., Comissão Europeia, que define duas categorias de produtos cosméticos:

**Categoria 1:** produtos especificamente utilizados em crianças com idade inferior a 3 anos, produtos que se aplicam na zona dos olhos ou em membranas mucosas.

Categoria 2: outros produtos.

Os critérios de aceitação para a contaminação microbiológica dos produtos cosméticos e de higiene corporal são os constantes da Tabela 3.

Tabela 3. Produtos Cosméticos e de Higiene Corporal - Parâmetros de análise e critérios de aceitação

Tipo de produto	Parâmetros Analisados	Critérios de Aceitação
	Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – bactérias	≤ 10² UFC*/g ou mL em 0,5g o mL de produto
	Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – leveduras e bolores	≤ 10² UFC*/g ou mL em 0,5g o mL de produto
Categoria 1	Detecção de Staphylococcus aureus Detecção de	
	Pseudomonas aeruginosa Detecção de Escherichia coli	Ausência por 0,5g de produto
	Detecção de Candida albicans	
	Ensaio de Eficácia de Conservantes	Tabela 5.1.32 "Preparações Tópicas" (Farmacopeia Europe Capítulo 5.1.3)
	Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – bactérias	≤ 10³ UFC*/g ou mL em 0,5g o mL de produto
	Microrganismos aeróbios mesófilos viáveis totais – leveduras e bolores	≤ 10³ UFC*/g ou mL em 0,5g o mL de produto
Categoria 2	Detecção de Staphylococcus aureus	
Categoria 2	Detecção de Pseudomonas aeruginosa	Ausência por 0,1g de produto
	Detecção de Escherichia coli Detecção de	
	Candida albicans	
	Ensaio de Eficácia de Conservantes	Tabela 5.1.32 "Preparações Tópicas" (Farmacopeia Europe Capítulo 5.1.3)

\*UFC – Unidades Formadoras de Colónias.





### Resultados

Do ponto de vista analítico, tendo em consideração que para cada amostra foram analisados vários parâmetros, num total de 53 amostras, este estudo traduziu-se em:

1. Identificação e Doseamento de Conservantes: 1166 resultados analíticos.

De salientar que, de entre as amostras analisadas:

- Das 34 amostras que reivindicavam não ter conservantes na sua composição, 31 (91%) apresentavamse em conformidade com as especificações, nos parâmetros analisados;
- Em 3 amostras (9%) com menção "sem conservantes", foram detectadas quantidades vestigiais destas substâncias;
- Todas as amostras analisadas que declaravam ter conservantes na sua composição (19 amostras) cumpriram os Limites Máximos Admitidos, previstos na Legislação em vigor.

2. Controlo microbiológico: 211 resultados analíticos.

Os ensaios para controlo microbiológico incidiram sobre um universo de 33 amostras de PCHC, sendo testados seis parâmetros analíticos em cada amostra. Destas, 13 amostras (35%) foram sujeitas a Ensaio de Eficácia de Conservantes.

Da totalidade de amostras analisadas, verificou-se que 3 amostras (9%) não cumpriram pelo menos um dos critérios de aceitação dos parâmetros analisados. As restantes 30 amostras (91%) apresentavam conformidade de resultados.

Das 13 amostras sujeitas ao "Ensaio de Eficácia de Conservantes" que, de acordo com a sua rotulagem não possuíam substâncias conservantes, verificou-se que 5 (38%) não cumpriram os critérios de aceitação estipulados para este parâmetro.





#### **Conclusões**

A análise laboratorial dos Produtos Cosméticos e de Higiene Corporal com a menção de ausência de Conservantes, realizada no ano de 2008, pela Direcção de Comprovação da Qualidade do Infarmed revelou a existência de três categorias principais de não conformidades (Figura 2). Nas 53 amostras analisadas foram detectadas nove amostras em não conformidade nos parâmetros analisados, cuja distribuição por categoria está identificada na Figura 2.

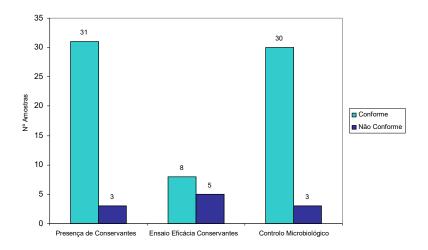


Figura 2. Análise de PCHC: Comparação entre o nº de amostras por categoria de não conformidade identificada

Da totalidade das amostras analisadas que declaravam ter conservantes na sua composição, todas se encontravam em conformidade com os Limites Máximos Admitidos, previstos pela legislação em vigor, para estas substâncias.

No caso das amostras que reivindicavam ausência de conservantes na sua composição, foi detectada a Presença de Conservantes em quantidades vestigiais em três amostras, nomeadamente, 2-fenoxietanol, 4-hidroxibenzoato de metilo, 4-hidroxibenzoato de etilo, ácido benzóico e ácido sórbico. Constatou-se que a sua presença se devia à contaminação de matérias-primas de origem natural (*Tea tree oil*, e "extracto de flor de *Calendula officinalis*") e não à sua adição intencional durante o processo de fabrico.

Os resultados do Ensaio de Eficácia de conservantes em 5 amostras, cuja rotulagem indica ausência de conservantes, demonstraram que a sua composição não permite assegurar uma adequada qualidade microbiológica.

No Controlo Microbiológico foram detectadas três amostras cuja contaminação microbiológica por Microrganismos Aeróbios Mesófilos Viáveis Totais – bactérias e/ou leveduras e bolores apresentou valores superiores aos critérios de aceitação.





#### Considerações Finais

Na sequência das não conformidades detectadas no decorrer do Controlo Laboratorial (9 amostras) desenvolvido na Direcção de Comprovação de Qualidade do Infarmed e, tendo em conta os potenciais riscos para a Saúde Pública, foram implementadas diferentes medidas com vista à reposição da conformidade dos Produtos Cosméticos e de Higiene Corporal no mercado nacional (Figura 3).

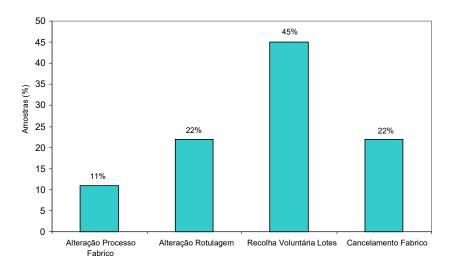


Figura 3. Acções correctivas implementadas no mercado nacional

Estas medidas incidiram maioritariamente na recolha voluntária dos lotes em situação irregular (45% das amostras), por parte dos responsáveis por colocação no mercado (http://www.infarmed.pt/portal/page/portal/INFARMED/MAIS ALERTAS/ALERTAS DE QUALIDADE).

Outra das medidas implementadas pelos responsáveis por colocação no mercado, teve por base a alteração do processo de fabrico (11% das amostras), mais concretamente no método de extracção de matérias-primas de origem natural. Esta medida visou eliminar a contaminação com conservantes, em amostras que reivindicavam não possuir estas substâncias.

Em 22% dos casos, houve alteração da rotulagem, nomeadamente a retirada da menção "sem conservantes" quando esta não era verdadeira, e a actualização da lista dos ingredientes na embalagem, passando esta a incluir os conservantes efectivamente presentes na amostra mesmo que apenas existissem em quantidades vestigiais.

Nos restantes casos de amostras não conforme (22 % das amostras), houve cancelamento do seu fabrico deixando estas de existir no mercado.





Produto/Marca	Forma de Apresentação	Nº lote	Responsável por colocação no Mercado	Controlo Laboratorial
Halibut derma creme Plus	Creme	70917	Grünenthal, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Angel's Spa, Loção Corporal de Chocolate Preto	Loção Corporal	407	Essência Viva, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Angel's Spa, Loção Corporal Ylang-Ylang e Tangerina	Loção Corporal	58	Essência Viva, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Angel's Spa, Loção Corporal de Cana de Açúcar	Loção Corporal	57	Essência Viva, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Angel's Spa, Loção Corporal Gengibre, Salva, Alecrim	Loção Corporal	58	Essência Viva, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Angel's Spa, Loção Corporal Canela	Loção Corporal	036	Essência Viva, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Avène, Óleo Corporal	Óleo Corporal	AV832	Pierre Fabre - Laboratórios Dermatológicos Avène	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Avène, Cicalfate Loção	Loção Corporal	AV217	Pierre Fabre - Laboratórios Dermatológicos Avène	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico





Produto/Marca	Forma de Apresentação	Nº lote	Responsável por colocação no Mercado	Controlo Laboratorial
Avène, Pediatril Creme Barreira	Creme	F137	Pierre Fabre	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Avène, Cicalfate Creme Reparador	Creme	F2257	Pierre Fabre - Laboratórios Dermatológicos Avène	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Avène Pediatril, Gel "Crosta láctea"	Gel	AV96	Pierre Fabre - Laboratórios Dermatológicos Avène	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Aveeno, Creme Hidratante Corporal	Creme	0778VA	Johnson & Johnson	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Logona, Máscara de Limpeza Facial Purificante (com óleo de Hortelã - Pimenta)	Máscara de Limpeza Facial Purificante	0709138	Dietimport, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Sante, Loção Auto - Bronzeadora	Loção	600	Dietimport - Lisboa	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Logona, Gel Contorno de Olhos (com extractos de Marmelo e de Aloé)	Gel	0802782	Dietimport - Lisboa	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Blephasol	Loção	08591	Laboratoires Théa	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico





Produto/Marca	Forma de Apresentação	Nº lote	Responsável por colocação no Mercado	Controlo Laboratorial
Uriage, Cu-Zn Creme	Creme	711007	Laboratórios Dermatológicos D'Uriage.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Uriage, Cu-Zn Gel de Limpeza	Gel	707116	Laboratórios Dermatológicos D'Uriage.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Uriage, Cu-Zn Spray	Spray	803016	Laboratórios Dermatológicos D'Uriage.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
La Roche - Posay, Toleriane Riche, Creme Protector Suavizante	Creme	NE070	L'oréal	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
La Roche - Posay, Toleriane Desmaquilhante de Olhos, Especial Olhos Sensíveis	Monodose Esterilizada	NE052U	L'oréal	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Jacques Paltz, Água Floral Facial anti - rugas	Água Floral	030B/151206/1 00	Laboratório Jacques PALTZ	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Jacques Paltz, Água Floral Facial Hidratante	Água Floral	020B/040408/1 00	Laboratório Jacques PALTZ	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Angel's Spa, Loção Corporal Menta, Lima e Beringela	Loção Corporal	407	Essência Viva, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico





Produto/Marca	Forma de Apresentação	Nº lote	Responsável por colocação no Mercado	Controlo Laboratorial
Faith in Nature, Creme Reparador e Hidratante	Creme	BN06B8	Efeito Verde, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Faith in Nature, Creme de Noite Hidratante	Creme	BN21L7	Efeito Verde, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Faith in Nature, Loção Purificante de Limpeza	Loção	BN12F7	Efeito Verde, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Faith in Nature, Loção Corporal Reparadora	Loção Corporal	BN03K7	Efeito Verde, Lda.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Aubrey, Natural Herbal, Tónico Facial Adstringente	Tónico Facial	457	Rita C	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Aubrey Organics, Creme Rejuvenescedor para Contorno dos Olhos - lumussence	Creme	4127	Aubrey Organics, INC.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Aubrey, Loção Corporal para Bebé e Criança	Loção Corporal	4107	Rita C	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Aubrey, Loção Hidratante Facial Blue Green Algae com Extracto de Graínha de Uva (SPF15)	Loção	7237	Rita C	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico





Produto/Marca	Forma de Apresentação	Nº lote	Responsável por colocação no Mercado	Controlo Laboratorial
Aubrey Organics, Loção para Corpo e Mãos - Colagénio e Amêndoas	Loção Corporal	947	Rita C	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Óleo Corporal com Aloé Vera - Continente	Óleo Corporal	S-01	Modelo Continente Hipermercados, S.A	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Leite Corporal Hidratante Continente	Leite Corporal	R-03	Modelo Continente Hipermercados, S.A	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Baby Lotion Classic - Dia	Loção	0813705B	Dia Portugal Supermercados, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Baby Oil Lavender Relax - Dia	Óleo	0845J	Dia Portugal Supermercados, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Baby Oil Classic Soft - Dia	Óleo Corporal	0845V	Dia Portugal Supermercados, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Leite de Limpeza - Beauty Iseree	Leite de Limpeza	63681002402.1	LIDL Stiftung & Co.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Loção de Limpeza - Beauty Iseree	Loção de Limpeza	43881002702.3	LIDL Stiftung & Co.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico





Produto/Marca	Forma de Apresentação	Nº lote	Responsável por colocação no Mercado	Controlo Laboratorial
Loção Corporal Vital - Beauty Iseree	Loção Corporal	73080372302.3	LIDL Stiftung & Co.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Gel Exfoliante - Beauty Iseree	Gel Exfoliante	34081593902.3	LIDL Stiftung & Co.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Leite de Limpeza Facial - Plaisirs Du Visage - Dia	Leite de Limpeza	L-268809-D	Dia, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Tónico Facial - Plaisirs Du Visage - Dia	Tónico	L-255808-D	Dia, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Água Desmaquilhante Rosto - Auchan	Água Desmaquilhante	U278	Companhia Portuguesa de Hipermercados, S.A - Auchan	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Leite Desmaquilhante Peles Secas - Auchan	Leite Desmaquilhante	Q248	Companhia Portuguesa de Hipermercados, S.A - Auchan	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Gel Esfoliante Diário Rosto - Auchan	Gel Esfoliante	X218	Companhia Portuguesa de Hipermercados, S.A - Auchan	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Leite Desmaquilhante Peles Normais - Auchan	Leite Desmaquilhante	R467	Companhia Portuguesa de Hipermercados, S.A - Auchan	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico





Produto/Marca	Forma de Apresentação	Nº lote	Responsável por colocação no Mercado	Controlo Laboratorial
Loção Desmaquilhante para os Olhos e os Lábios - Auchan	Loção Desmaquilhante	EH148	Companhia Portuguesa de Hipermercados, S.A - Auchan	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Loção Doçura Rosto e Corpo - Les Floressances	Loção	7151DC	Hydrafarma, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Leite de Toilette Limpeza Rosto e Corpo - Les Floressances	Leite	7151DB	Hydrafarma, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Óleo de Amendoas Doces - Les Floressances	Óleo	81360B	Hydrafarma, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico
Creme Nutritivo Rosto e Corpo - Les Floressances	Creme	7052L1	Hydrafarma, S.A.	XXXIV; XXXVI; Controlo Microbiológico

### Legenda:

XXXIV: Cap XXXIV Ácido benzóico, ácido 4-hidroxibenzóico, ácido sórbico, ácido salicílico e ácido propiónico - Identificação e doseamento, D.R. I série B, nº 154 de 06/07/1994 portaria n.º 503/94

XXXVI :Cap. XXXVI Identificação e doseamento de Parabenos e outros conservantes, D.R série B, nº 174 de 30/07/1998, portaria nº 467/98

Controlo Microbiológico: THE SCCP'S NOTES OF GUIDANCE FOR THE TESTING OF COSMETIC INGREDIENTS AND THEIR SAFETY EVALUATION, 6th Revision, Adopted by the SCCP during the 10th plenary meeting of 19 December 2006. Norma ISO 16212, Norma ISO 18416, Norma ISO 21149, Norma ISO 21150, Norma ISO 22717, Norma ISO 22718.