

# QUALITÀ FORMULATIVA NEI ROSSETTI

*Formulare un prodotto di qualità significa produrre rispettando certe specifiche e livelli a tolleranza prestabiliti, sulla base delle aspettative e preferenze dei clienti. Nell'accezione più ampia, infatti, si definisce qualità di un prodotto l'adeguatezza del medesimo all'uso per il quale è stato realizzato, ovvero la capacità del prodotto di possedere le proprietà garantite dal produttore di soddisfare le esigenze del mercato e problematiche tecniche con valutazioni di sicurezza idonee*

Lo sviluppo di un processo di qualità si scontra attualmente con una realtà e un senso comune in continua evoluzione. Nel tempo, alla qualità intesa come rispetto e conformità a certi criteri o parametri hanno preso posto «nuove qualità» (ambientale, bio, etico ecc.) non considerate, precedentemente e contemporaneamente si è anche evoluto il concetto di qualità. Data la costante evoluzione che caratterizza la nozione stessa di qualità, i numerosi tentativi di classificazione risultano superati dalle realtà che si incaricano, con grande rapidità, di introdurre sempre nuovi significati. Ciò avviene secondo un modello che procede non per sostituzione ma per addizione, aggiungendo sempre nuovi requisiti e richiedendo sempre nuovi attributi. È perciò utile ricorrere a uno schema semplificato dei diversi requisiti che compongono le qualità e che li suddivide in due categorie, utilizzando due termini inglesi, *musts* e *wants* secondo la seguente definizione:

- **MUSTS (O BASIC FACTOR):** sono tutti quegli elementi che devono essere valutabili in maniera certa perché un prodotto sia dichiarato accettabile e che influenzano direttamente la soddisfazione del cliente
- **WANTS:** sono elementi variabili, che corrispondono a desideri o ad aspettative del cliente

In sostanza si devono per forza confrontare i parametri analitici (giudizio oggettivo) con giudizi soggettivi legati a caratteri che non sono dimostrabili in modo oggettivo, ma che comunque vengono apprezzati dal consumatore ed entrano nel suo giudizio.

L'introduzione delle variabili WANTS apre immediatamente il campo all'incertezza. La loro presenza pone l'irrisolto problema delle loro misurabilità, poiché le loro caratteristiche vengono valutate sulla base di percezioni soggettive, sfuggenti e comunque non comparabili in assoluto, ma soltanto secondo scale di preferenza personali.

### Principi di qualità

Può sembrare ovvio affermare che un nuovo prodotto dovrebbe essere adeguatamente definito sin dalle prime fasi di sviluppo.

Punto di partenza è la definizione di un profilo di qualità («product design») e la sua descrizione analitica attraverso un sistema di indicatori. In pratica, all'inizio dello sviluppo, l'elemento centrale è costituito dalla costituzione del modello (dimensione-criteri-indicatori), ovvero delle relazioni logiche tra le informazioni che vengono raccolte e trattate per produrre gli indici di qualità. Nella fase di «product design» si dovrebbero valutare attentamente i seguenti elementi: Quality Target Product Profile (QTPP)/Minimum Product Profile (MPP); specifiche e parametri critici di qualità; problematiche tecniche e valutazione del rischio; aspetti brevettuali. Il QTPP è uno strumento fondamentale e definisce gli attributi del prodotto e dovrebbe essere stabilito in base ai bisogni dei «clienti». Ogni «cliente» richiede un prodotto che risponda alle sue aspettative di qualità e avrà pertanto i propri requisiti specifici.

Il QTPP si basa sulle caratteristiche ideali del prodotto, cioè quelle considerate ottimali, mentre l'MPP include i requisiti di minima che rendono comunque il prodotto ancora accettabile.

Le specifiche sono una lista di test, con riferimento a metodi analitici, e ai relativi criteri di accettazione, che rappresentano i criteri standard di qualità proposti. Conformità alle specifiche significa che il prodotto in esame, quando analizzato in accordo con le procedure indicate, risponde ai criteri di accettazione stabiliti. È utile sottolineare che sviluppo del prodotto e sviluppo del processo non possono essere separati, semplicemente perché una formulazione, anche se stabile, non può diventare un prodotto senza un processo.

Ogni processo produttivo, ogni produzione è un evento, una successione di azioni e di trasformazioni che conducono al prodotto finale. Si individua così una specifica storia che è corrispondente essenziale della qualità intrinseca posseduta da un prodotto.

### Progettare il paradigma ideale

Un processo sistematico allo sviluppo inizia con obiettivi prestabiliti (QTPP) ed enfatizza le conoscenze del prodotto e del controllo del processo basato su un ap-

proccio scientifico approfondito applicato agli aspetti di qualità. Il modello che parte con la definizione delle attese sia di prodotto che di sistema, segue la loro interpretazione, la loro traduzione in proprietà realizzabili e misurabili, andando così a creare il profilo di qualità integrale di prodotto. Questo passaggio, che richiede grande competenza ed esperienza, non tratta solo di una semplice elencazione di proprietà e valori, ma è la definizione delle caratteristiche che devono essere di carattere scientifico. Gli studi di ottimizzazione durante lo sviluppo sono pertanto condotti per determinare gli attributi formulativi critici e i parametri critici di processo e per valutare l'impatto delle loro variazioni sugli attributi di qualità del prodotto finito, così da identificare quello che viene chiamato «design space», cioè lo spazio entro il quale la combinazione e l'interazione delle variabili legate ai materiali e dei parametri di processo hanno dimostrato di garantire le qualità del prodotto finito.

Nel «paradigma» QdD la riproducibilità viene dal «design» e i controlli a fronte di specifiche sul prodotto finito sono utilizzati solo per confermare le qualità del lotto.

L'acquisizione di una conoscenza così approfondita può essere ottenuta con l'applicazione di metodi sperimentali quali «design of experiments» (DoE) con il quale si possono ottenere le relazioni tra i fattori che influenzano il processo e l'output del processo stesso, e PAT (Process Analytical Technology). È durante lo sviluppo che devono essere studiati i materiali, i parametri di processo e gli attributi di qualità con lo scopo di determinare gli attributi critici dei materiali («Critical Material Attributes»-CMAs), i parametri critici di processo («Critical Process Parameters-CPPs) e gli

attributi critici di qualità (CQAs), stabilendo tra essi ogni possibile correlazione (fig. 1). La criticità di un parametro diventa fondamentale se, quando viene variato all'interno di un limitato range operativo, ha un'influenza diretta e significativa sulle qualità del prodotto che si ottiene.

La robustezza di un processo è quindi la sua capacità di dimostrare qualità e performance accettabili e al tempo stesso di tollerare la variabilità degli input. Essa deve essere incorporata nel «design» e nello sviluppo del prodotto. La prima fase della classificazione dei parametri è quindi la definizione dell'intervallo di interesse, che possiamo chiamare «spazio operativo potenziale» (POS – Potential Operating Space) che è regione tra il valore massimo e il valore minimo di interesse per ciascun parametro.

### Controlli di sicurezza

- **STABILITÀ:** indica il periodo entro il quale le caratteristiche del rossetto (innocuità ma anche gradevolezza e funzionalità) si mantengono entro certi standard di qualità fissati a priori. Il progetto degli studi di stabilità deve basarsi su: a) conoscenza delle proprietà e del comportamento degli ingredienti; b) esperienza ottenuta dagli studi formulativi; c) razionale in base al quale sono stati selezionati gli attributi che verranno monitorati. Con procedure analitiche basate su linee guida internazionali e criteri di accettabilità definiti e approvati, si controllano: le proprietà organolettiche e sensoriali (aspetto, colore, odore e sapore), le proprietà chimico-fisiche (stabilità ossidativa, melting point, breaking point), monitoraggio di sostanze attive, screening di sostanze aromatiche per determinare l'alterazione qualitativa e

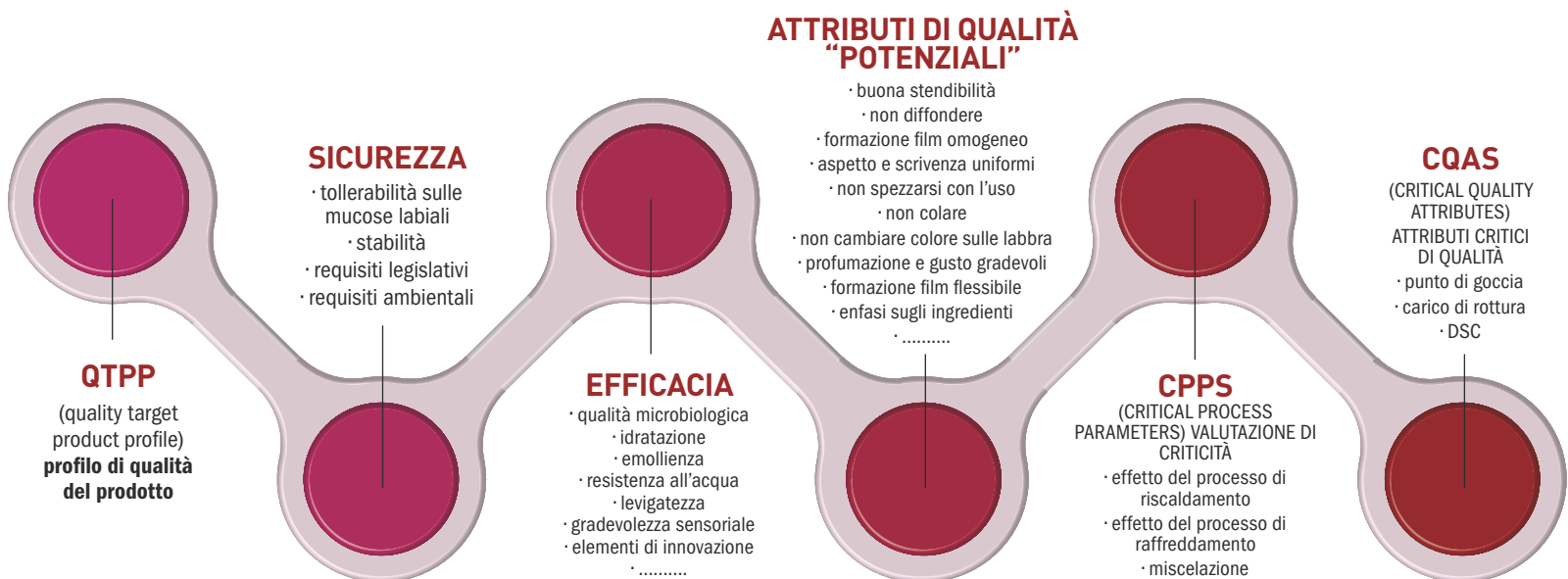


Fig. 1 - Dal «Quality Target Product Profile» al «Critical Quality Attributes».



quantitativa delle fragranze.

- **PATCH TEST** (in vivo): è un test epicutaneo per valutare l'insorgenza di fenomeni irritativi, eritema e/o edema, e la buona tollerabilità. Il prodotto viene applicato con modalità occlusive (patch) su un numero congruo di volontari (almeno 20), in condizioni volutamente esasperate e molto diverse dall'uso reale del prodotto. Al termine dell'esposizione si valutano le condizioni della cute assegnando un punteggio da 0 (nessuna reazione avversa) a 4 (reazione grave).

- **PAO** (period after opening): non esistono metodi scientifici specifici e validati, né protocolli standardizzati, né riferimenti bibliografici che documentino con precisione il metodo di determinazione. È necessario definire specifici protocolli che permettano di valutare la stabilità nel tempo attraverso una metodica di approccio basata sul «Decision Three», con le relative criticità.

- **TEST METALLI PESANTI**: a causa della loro presenza ubiquitaria, sono tra i principali responsabili dei fenomeni di dermatite allergica da contatto (DAC); in particolare il nichel, il cadmio, il cobalto e il cromo sono gli allergeni più comuni. Ad oggi, l'Unione Europea e l'Italia non hanno ancora definito la quantità di metalli pesanti che si possa considerare come traccia tollerabile, quindi, in assenza di limiti specifici, la valutazione di conformità viene effettuata facendo riferimento a documenti specifici esplicativi emessi dall'Istituto Superiore di Sanità.

- **TEST DI COMPATIBILITÀ**: è necessario valutare la potenziale evoluzione del sistema rappresentato dal «prodotto + contenitore» per garantire un sufficiente grado di inerzia e conformità alle normative. Lo studio dell'interazione caso per caso è della massima importanza così come l'evidenziazione degli elementi utili per stimare il rischio tossicologico. Test di migrazione specifica dal / al materiale per sostanze potenzialmente pericolose quali metalli pesanti, bisfenoli, ftalati; determinazione di olii minerali (MOSH e MOAH) nel packaging; studi di set-off per valutare la migrazione per diffusione degli inchiostri di stampe ed etichette.

- **STABILITÀ OSSIDATIVA**: è un parametro rilevante negli studi di shelf life. Il metodo accelera i processi naturali di invecchiamento esponendo il prodotto ad alta temperatura in presenza di un elevato flusso d'aria e determina il tempo necessario per innescare l'ossidazione, definita come tempi di induzione o oxidation stability index (OSI).

### Controlli di validazione tecnica

È di fondamentale importanza l'utilizzo di uno standard di riferimento

- **ANALISI TERMICA** (differential scanning calorimetry): le informazioni ricavabili riguardano le entalpie di fusione, le transizioni vetrose e le cinetiche di cristallizzazione, il calore specifico

## DAGLI OBIETTIVI ALLE SPECIFICHE DI QUALITÀ R&D

Ogni cliente ha esigenze e priorità diverse (alcuni scelgono in base alle esigenze di singolarità produttiva, altri in virtù di necessità organizzativa o per il prezzo di acquisto ecc.). Questo significa che non si può parlare di un'unica qualità, ma di un insieme di qualità «contenute» in ogni prodotto. Da qui è stata definita l'individuazione di una «linea mediana» che costituisce il riferimento per il livello di qualità degli standard che interessano. La progettazione e lo sviluppo di un rossetto è quindi finalizzata a definire:

### SICUREZZA

non deve causare danni alla salute umana se applicato in condizioni di uso normali o ragionevolmente prevedibili.

### VALIDAZIONE TECNICA

sintesi di parametri analitici ristretti al controllo strumentale di specifiche concordate.

### EFFICACIA

qualsiasi dichiarazione relativa al prodotto, sia essa esplicita o implicita (claim) deve essere documentata con prove idonee e adeguate.

### GRADEVOLEZZA

riguarda la misura, l'interpretazione e la comprensione delle risposte umane alle proprietà di un prodotto come percepite dagli organi di senso in grado di soddisfare bisogni psico-fisiologici del consumatore.



e le qualità endo ed esotermiche delle transizioni stesse.

- **PUNTO DI GOCCIA** (drop melting point): è la temperatura alla quale il prodotto passa dalla fase semisolido alla fase semiliquida determinata dalla caduta della prima goccia di prodotto. Viene determinato in sede di prova normalizzata con diversi metodi (AOCS Cc 18-80, ASTM D127, DIN 51801-2). È utile per caratterizzare la relazione con le proprietà di struttura e il comportamento termico dello stick.

- **CARICO DI ROTTURA** (break strength): è il valore massimo che rappresenta la forza necessaria a spezzare il rossetto. Il test, mediante un procedimento a leva, analizza e registra risultati sia empirici che imitativi. Utile per misurare le proprietà strutturali e per monitorare in modo obiettivo gli effetti che gli ingredienti e le variabili di processo hanno sulla qualità del prodotto finito.

- **ATTIVITÀ DELL'ACQUA** (aw): la presenza di acqua in termini di disponibilità metabolica contribuisce a inibire la crescita microbiologica. La proliferazione della maggior parte dei batteri viene inibita a valori di aw inferiori a 0,90 mentre solo alcuni tipi di muffe e lieviti riescono a riprodursi fino a valori di 0,60. Il rossetto (prodotto anidro) non offre in genere le condizioni necessarie per la sopravvivenza microbica poiché aw è normalmente  $\leq 0,40$ .

- **VALUTAZIONE DELLA SCRITTURA** (pay off test): il test dà un'idea del rilascio della massa mentre lo stick viene applicato. Lo strumento è progettato per misurare la quantità di massa in grammi su un foglio di filtro prepesato, mentre uno stick viene applicato sotto una pressione standard a velocità costante.

- **RESISTENZA AL TRASFERIMENTO**: la valutazione alla lunga durata è soprattutto verifica visiva, a diversi tempi, fatta da esperti.

## Controlli di efficacia

- **TEST DI IDRATAZIONE**: il metodo più impiegato sono le misure di capacitance condotte grazie al corneometro. Lo strumento genera un campo elettrico di frequenza variabile negli strati epidermici esterni. Quando lo strato corneo è idratato aumenta la sua tendenza a contrastare il campo elettrico indotto. Lo strumento esprime un valore la cui unità di misura è l'unità arbitraria denominata unità corneometrica, che può esprimere valori tra 0 e 150. I valori compresi tra 30-60 indicano pelle molto secca, tra 70-90 pelle idratata, superiore a 90 pelle molto idratata.

- **TEST DI EMOLLIENZA**: lo strumento è il cutometro. Esso è costituito da una sonda collegata a un display. La sonda applica una pressione negativa sulla zona d'applicazione (solitamente 400 mbar per 2 sec.) risucchiando il tessuto, dopo di che si rilascia rapidamente la pressione e la pelle ritorna allo strato originale. Si ottiene una curva riferita alla deformazione della

**La qualità non è solo un obiettivo produttivo, ma oggi è in primo luogo, obiettivo del progetto. Lo deve essere perché chiarisce e incrocia la voce delle aziende, con i desideri del cliente e il suo "reale" fatto di percezioni**

cute in funzione del tempo. Dalla tipica curva di deformazione cutanea vengono estratti i seguenti parametri: Ue, distensione immediata; Uv, distensione ritardata; Uf, distensione finale; Ur retrazione immediata; Ua, retrazione finale. Dai parametri assoluti sopra descritti si possono dedurre i seguenti parametri di elasticità e viscoelasticità della cute:

$Ua/Uf$  = elasticità lorda (retrazione totale/distensione totale).

$Ur/Uf$  e  $Ur/Ue$  = capacità della cute di ritornare alla posizione iniziale dopo la deformazione (parametri di elasticità).

$Uv/Ue$  = proprietà viscoelastiche della cute (distensione viscoelastica/distensione elastica = viscoelasticità).

RD = Deformazione Residua (elevazione della cute che rimane alla fine ciclo di suzione e rilassamento).

E = Elasticità Biologica (espressa in valore percentuale).

Il dato che indica maggiormente emollienza a lungo termine è la differenza tra Uf (distensibilità) e Uv/Ue (viscoelasticità) e si registrano aumenti dei seguenti valori: Uv, Ur, Uf, Ue, Uv/Ue; e una diminuzione di Ur/Uf; queste variazioni stanno a indicare che la cute diminuisce la capacità di ritornare nella sua posizione iniziale dopo la deformazione.

Si definiscono, inoltre, specifiche di efficacia anche per altri obiettivi (Spf, antirughe ecc.).

## Controlli di gradevolezza

Identificare le sensazioni e tradurle in dati oggettivi monitorando preventivamente il prodotto attraverso una mappa di gradimento è un approccio «polisensoriale» metodologico fondamentale e indispensabile. È su queste basi di approccio «polisensoriale» che il prodotto viene analizzato in un'ottica innovativa in grado di legare il mondo della produzione con quello del consumatore. La percezione sensoriale, utilizzando più sensi contemporaneamente, è un atto con il quale si diventa coscienti delle informazioni chimiche e fisiche relative al prodotto. ●

## BIBLIOGRAFIA

- *Rossetti: il controllo qualità del prodotto finito. Kosmetica, febbraio 2018. E. Biraghi, P. Abbà, L. Vitaloni.*
- *La qualità nello sviluppo formulativo. Kosmetica, novembre 2017. E. Biraghi, P. Abbà, L. Vitaloni.*
- *Shelf life e stabilità del prodotto cosmetico. Kosmetica, ottobre 2017. E. Biraghi, P. Abbà, L. Vitaloni.*
- *Idratazione ed emollienza delle labbra. Kosmetica, febbraio 2017. E. Biraghi, P. Abbà, D. Quaggio.*
- *Prodotti anidri per labbra: valutazione del rischio microbiologico. Kosmetica, novembre 2016. E. Biraghi, P. Abbà, D. Quaggio.*