


## Development and evaluation of the effectiveness of a solid shampoo bar

### Desenvolvimento e avaliação de eficácia de xampu sólido em barra

Laryssa Silva de Lima <sup>1\*</sup>, Giovanna Calderaro Illiceto <sup>1\*</sup>, Maria Valéria Robles Velasco <sup>2</sup>,  
& Michelli Ferrera Dario <sup>1,2</sup> 

**Keywords:** Stability, hair cosmetics, hair, shampoo, surfactants

**Palavras-chave:** Estabilidade, cosméticos para o cabelo, cabelo, xampu, tensoativos

#### To Cite:

Silva de Lima, L., *et al.* (2023) Development and evaluation of the effectiveness of the solid shampoo bar. *Biomedical and Biopharmaceutical Research*, 20(2), 28-42.

 [10.19277/bbr.20.2.326](https://doi.org/10.19277/bbr.20.2.326)

1 - University Center São Camilo, São Paulo, Brazil

2 - Department of Pharmacy, School of Pharmaceutical Sciences, University of São Paulo, São Paulo, Brazil

\* These authors made an equal contribution to the development of this study. / Estas autoras tiveram igual contributo para o desenvolvimento deste estudo.

Correspondence to / Correspondência a:  
mfdario@gmail.com

Received / Recebido: 25/7/2023

Accepted / Aceite: 7/12/2023

#### Abstract

Solid shampoo is an innovative and alternative cosmetic form of shampoo that, as it does not contain water in its composition, gains the attribute of being more sustainable. This work aims to develop, evaluate the stability, and characterize a solid shampoo formulation. Nine solid shampoo formulations were prepared by varying the concentrations of solid surfactants defined through a statistical design. The formulations, labeled F1 to F9, were submitted to the preliminary stability evaluation under different storage conditions for 30 days, in which organoleptic characteristics as well as the pH values were evaluated. Approved formulations were physically and functionally characterized. Only two formulations (F3 and F5) were approved in the stability assessment because they did not show changes in consistency, color, odor, appearance, and pH under different storage conditions. These formulations showed stable foaming, but crumbled very easily and presented low hardness, which indicates the need to adjust the concentration of consistency agents to make the formulation more resistant to breakage. The formulations demonstrated excellent cleaning and conditioning ability.

#### Resumo

O xampu sólido é uma forma cosmética inovadora e alternativa de xampu que, por não conter água em sua composição, ganha atributo de ser mais sustentável. Este trabalho tem como objetivo desenvolver, avaliar a estabilidade e caracterizar formulação de xampu sólido. Foram preparadas nove formulações variando-se as concentrações dos tensoativos sólidos definidos por meio de um delineamento estatístico. As formulações, denominadas F1 a F9 foram submetidas à avaliação de estabilidade preliminar em diferentes condições de armazenamento por 30 dias, nos quais foram avaliadas características organolépticas assim como o valor de pH. As formulações aprovadas foram caracterizadas física e funcionalmente. Apenas duas formulações (F3 e F5) foram aprovadas na Avaliação da Estabilidade pois não apresentaram alterações na consistência, coloração, odor, aspecto e pH, nas diferentes condições de armazenamento. Essas formulações mostraram formação de espuma estável mas desmancharam muito facilmente e apresentavam baixa dureza, o que indica a necessidade de adequar a concentração dos agentes de consistência a fim de tornar a formulação mais resistente à quebra. Ademais, as formulações demonstraram excelente capacidade de limpeza e de condicionamento.

## Introduction

Shampoos are products primarily intended to promote cleansing of hair and scalp (removal of oils, skin particles, dandruff, dirt, environmental pollutants and other contaminating particles). However, in addition to the elementary attributes, the formulation is expected to guarantee beautification and parameters such as hair combability and mechanical resistance (1).

Shampoo formulations are basically composed of a mixture of surfactants incorporated in a convenient cosmetic form: liquid, solid or powder. Surfactants are the main ingredients in shampoos because, in addition to their high cleaning capacity, they form foam (a quality desired by consumers) due to the amphiphilic characteristics of these molecules (2).

Shampoo bars are an alternative cosmetic form that, unlike conventional shampoo (liquid), does not contain water as the main ingredient in its formulation, making it more sustainable (3,4). Allied to the low amount of water, it is expected that the product needs a lower concentration of substances with preservative action, and this would have a positive impact on the environment since some molecules, such as parabens, can accumulate in marine and water animals (5,6). Reducing the need for preservative ingredients is also interesting as it reduces the ability of the product to cause allergic contact dermatitis and other allergic reactions (7).

However, obtaining solid shampoo represents a challenge since most of the surfactants (cleaning agents and foam formers) currently available on the market have a liquid consistency. The problems frequently found in commercially available solid shampoos are hardness in the bar (plasticity), lack of shine, cracking, foam not pleasant in quantity and creaminess, roughness, and wear in use (loss of mass, softening of the bar) (8,9). Thus, developing and improving a solid shampoo formulation containing innovative ingredients while maintaining the desired attributes of this cosmetic class is essential. Therefore, this work aimed to develop, evaluate the preliminary stability and characterize physically solid shampoo bar formulations.

## Introdução

Xampus são primariamente produtos destinados a promover a limpeza dos cabelos e couro cabeludo (remoção de óleos, partículas de pele, caspa, sujeira, poluentes ambientais e outras partículas contaminantes). Porém, além dos atributos elementares, espera-se que a formulação garanta embelezamento e parâmetros como penteabilidade e resistência mecânica (1).

Formulações de xampu são compostas, basicamente, por uma mistura de tensoativos incorporados em uma forma cosmética conveniente: líquido, sólido ou em pó. Os tensoativos são os principais ingredientes dos xampus pois, além de elevada capacidade de limpeza, formam espuma (qualidade desejada pelos consumidores) em função da característica anfífila dessas moléculas (2).

O xampu em barra é uma forma cosmética alternativa que, diferentemente do convencional (líquido), não contém água como ingrediente principal em sua formulação, tornando-o mais sustentável (3,4). Aliado à baixa quantidade de água, é esperado que o produto necessite de menor concentração de substâncias com ação conservante e isso teria um impacto positivo no meio ambiente visto que algumas moléculas, como os parabens, são capazes de se acumular em animais marinhos e de água doce (5,6). A redução da necessidade de ingredientes conservantes também é interessante pois reduz a capacidade do produto causar dermatites de contato alérgica e outras reações alérgicas (7).

Porém, sua obtenção representa um desafio visto que a maioria dos tensoativos (agentes de limpeza e formadores de espuma) disponíveis no mercado atualmente são de consistência líquida. Os problemas frequentemente encontrados em xampus sólidos comercialmente disponíveis são: dureza na barra (plasticidade), falta de brilho, *cracking* (rachadura), espuma não agradável em quantidade e cremosidade, aspereza e desgaste em uso (perda de massa, amolecimento da barra) (8,9). Assim, torna-se fundamental o desenvolvimento de formulações de xampu sólido contendo ingredientes inovadores, ao mesmo tempo em que mantem os atributos desejados desta classe de cosmético. Portanto, o objetivo deste trabalho foi desenvolver, avaliar a estabilidade preliminar e caracterizar fisicamente formulações de xampu sólido em barra.

**Table 1** - Quali-quantitative composition of the formulations obtained by statistical mixture design (DOE).  
**Tabela 1** - Composição quali-quantitativa das formulações obtidas por planejamento estatístico de mistura (DOE).

Ingredient / Ingrediente (INCI*)	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9
	%w/w / %p/p								
Sodium Cocoyl Isethionate	19.8	19.8	26.4	26.4	23.1	23.1	19.8	26.4	23.1
Cocos Nucifera Oil	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
Stearic Acid	0.65	0.65	0.65	0.65	0.65	0.65	0.65	0.65	0.65
Sodium Coco Sulfate	13.2	19.8	6.6	19.8	9.9	19.8	16.5	13.2	14.85
Cocamidopropyl Betaine	13.2	13.2	17.6	17.6	15.4	15.4	13.2	17.6	15.4
Sodium Lauryl Sulfoacetate	33.0	26.4	33	19.8	33	23.1	29.7	26.4	28.05
Cetearyl Alcohol	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
Cetrimonium Chloride	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
Butyrospermum parkii Butter	1.85	1.85	1.85	1.85	1.85	1.85	1.85	1.85	1.85
Panthenol	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Citric Acid	qs 4-5	qs 4-5	qs 4-5	qs 4-5	qs 4-5	qs 4-5	qs 4-5	qs 4-5	qs 4-5
Parfum	qs	qs	qs	qs	qs	qs	qs	qs	qs
Pilocarpus Pennatifolius Leaf Extract	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0

\*INCI: International Nomenclature of Cosmetic Ingredients

## Materials and methods

### *Development and preparation of formulations*

The quantitative composition of the formulations (Table 1) was obtained according to mixture-type statistical planning (DOE), in which the concentrations of the three solid surfactants used were varied (sodium cocoyl isethionate, sodium coco sulfate, and sodium lauryl sulfoacetate) as their sum corresponded to 100% of the surfactant mixture. Statistical planning was conducted using R software, resulting in nine formulations.

The preparation of the formulations began by mixing sodium isethionate with cocoamidopropyl betaine, which remained under heating in a water bath for approximately one hour until a paste was formed, as shown in Figures 1a-d. This step was necessary because sodium isethionate flakes have a high melting range (191-194 °C), which hinders its homogeneous incorporation only by heating. A previous mixture with cocoamidopropyl betaine facilitates the process. After the mixture was prepared under heating, the paste was crushed with the aid of a mortar and pestle to guarantee an improved homogeneity of the mixture (Figure 1c).

## Materiais e Métodos

### *Desenvolvimento e preparo das formulações*

A composição quantitativa das formulações (Tabela 1) foi obtida segundo um planejamento estatístico (DOE) do tipo mistura, na qual variaram-se as concentrações dos três tensoativos sólidos utilizados (cocoil isetionato de sódio, sulfato de sódio coco e lauril sulfoacetato de sódio) de modo que a soma desses ingredientes compreendesse 100% da mistura de tensoativos. O planejamento estatístico foi realizado no software R obtendo-se nove formulações.

Inicialmente foi preparada uma mistura de isetionato de sódio com cocoamidopropil betaína, que permaneceu sob aquecimento em banho-maria por aproximadamente uma hora, até haver a formação de uma pasta, como mostrado nas Figuras 1a - d. Esta etapa foi necessária pois o isetionato de sódio em flocos apresenta faixa de fusão elevada (191-194 °C), ou seja, não seria possível incorporá-lo de modo homogêneo na formulação utilizando-se apenas aquecimento. Uma mistura previa com cocoamidopropil betaína facilita o processo. Após a mistura realizada sob aquecimento, a pasta foi triturada com auxílio de gral e pistilo a fim de garantir uma mistura ainda mais homogênea (Figura 1c).

Subsequently, the other ingredients (except the Jaborandi glycolic extract) were weighed and incorporated into the sodium isethionate and cocoamidopropyl betaine paste under heating. After obtaining a homogeneous mixture, it was removed from heating, and the glycolic extract of Jaborandi was added under vigorous manual agitation. The formulation was transferred to appropriate molds and cooled in a refrigerator until solidification.

#### *Preliminary Stability Evaluation*

The formulations were subjected to stress conditions for 30 days to accelerate the appearance of possible signs of instability. The samples were stored under the following conditions: room temperature ( $22 \pm 2$  °C), heating ( $40 \pm 2$  °C), and cooling ( $5 \pm 1$  °C). The samples were evaluated for organoleptic characteristics (appearance, color, and odor) and pH value at times 0 (zero), 7, 14, and 30 days (10). Time zero was considered around 48 hours after the preparation of the formulation.

The analysis of the organoleptic characteristics was conducted visually. The pH measurements were made with a pH meter using 10% (w/w) dispersions of solid shampoo formulations in purified water.

#### *Foam Formation Test*

The test used to characterize the formed foam was an adaptation of the Ross-Miles Test (11). About 1 gram of shampoo, previously triturated, was transferred to graduated cylinders. Deionized water was added

Posteriormente, os demais ingredientes (exceto o extrato glicólico de Jaborandi) foram incorporados à pasta de isetionato de sódio e cocoamidopropil betaína sob aquecimento. Após a mistura adquirir um aspecto homogêneo, retirou-se do aquecimento e adicionou-se o extrato glicólico de Jaborandi sob agitação manual vigorosa. A formulação foi transferida para moldes apropriados e resfriada em geladeira até a solidificação.

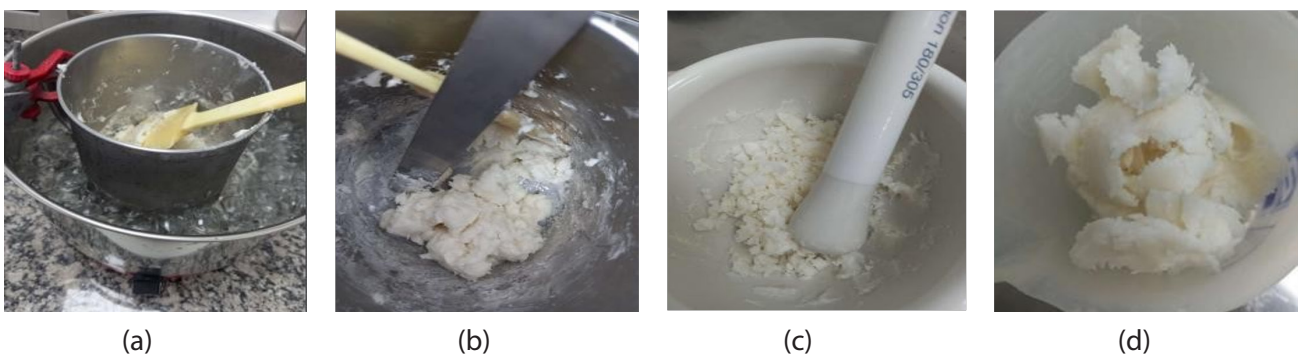
#### *Avaliação de Estabilidade Preliminar*

As formulações foram submetidas a condições de estresse, por 30 dias, visando acelerar o surgimento de possíveis sinais de instabilidade. As amostras foram armazenadas nas seguintes condições: temperatura ambiente ( $22 \pm 2$  °C), aquecimento ( $40 \pm 2$  °C) e resfriamento ( $5 \pm 1$  °C). As amostras foram avaliadas quanto às características organolépticas (aspecto, cor e odor) e valor de pH nos tempos 0 (zero), 7, 14 e 30 dias (10). Considerou-se como tempo zero cerca de 48 horas após o preparo da formulação.

A análise das características organolépticas foi realizada visualmente. As medidas de pH foram realizadas em pH metro a partir de dispersões de 10% (p/p) das formulações de xampu sólido em água purificada.

#### *Teste de Formação de Espuma*

O ensaio para caracterização da espuma formada utilizado foi uma adaptação do Teste de Ross-Miles (11). Cerca de 1 grama do xampu, previamente ralado, foi transferido para provetas, completando



**Figure 1** - A mixture of sodium isethionate and cocoamidopropyl betaine. (a) The image shows the heating performed in a water bath. (b) Paste formation of sodium isethionate and cocoamidopropyl betaine. (c) Paste of sodium isethionate and cocoamidopropyl betaine being milled. (d) Paste after shredding.

**Figura 1** - Mistura de isetionato de sódio e cocoamidopropil betaína. (a) Imagem mostra o aquecimento realizado em banho-maria. (b) Formação da pasta de isetionato de sódio e cocoamidopropil betaína. (c) Pasta de isetionato de sódio e cocoamidopropil betaína sendo triturada. (d) Pasta após a trituração.

**Table 2** - Scale for evaluating cracks (8).**Tabela 2** - Escala para avaliação de rachaduras (8).

Scale / Escala	Level / Nível
0	No Changes / Sem alterações
I	Superficial cracks / Fissuras superficiais
II	Deep cracks / Fissuras profundas
III	Splitting / Partição

up to the 50 ml level. The graduated cylinder was inverted three times. The foam level generated at the initial instant and after 20 minutes of rest was recorded. The test was performed in triplicate.

#### *Crack test*

Shampoo samples (in triplicate) were suspended in a system where half of the shampoo was immersed in deionized water inside a plastic container for 24 hours at room temperature. After this period, they were removed from the water and remained suspended for drying for 32 hours. Subsequently, the levels of cracks were classified as 0, I, II, or III, according to Table 2 (8,12).

#### *Texture test*

The analysis of texture parameters (consistency, hardness, cohesiveness, and work of cohesion) of the shampoo bars was conducted in penetration compression mode, in the Stable Micro Systems Texture Analyzer® texturometer (Surrey, United Kingdom) using the SMS P/N probe, penetration depth of 8 mm, test speed of 1 mm/s and trigger force of 0.049 N. Eight repetitions were made for each shampoo bar (in duplicate) and tests were performed at room temperature (~25°C).

#### *Hair Strand Cleaning Test*

Strands of virgin natural straight Caucasian hair (triplicate per group), purchased commercially, with 15 cm in length and mass of 2.5 g, were initially weighed obtaining its exact initial mass. Subsequently, these were immersed in a solution of artificial sebum dispersed in hexane (6% w/w) After evaporation of the organic solvent, the resulting condition mimics the natural human sebum that adheres to the hair fiber, leaving it with a dirty appearance (13,14). The artificial sebum (Table 3) was prepared by simply mixing the ingredients after melting.

com água deionizada até o nível de 50 ml. A proveta foi invertida três vezes. O nível de espuma gerado no instante inicial e após 20 minutos de repouso foi anotado. O ensaio foi realizado em triplicata.

#### *Teste de Rachadura*

As amostras dos xampus (em triplicata) foram suspensas por um sistema onde metade ficou imersa em água deionizada dentro de um recipiente plástico por 24 horas à temperatura ambiente. Após este período, os mesmos foram retirados da água e permaneceram suspensos para secagem por 32 horas. Posteriormente, os níveis de rachaduras foram classificados em 0, I, II ou III, de acordo com a Tabela 2 (8,12).

#### *Análise de textura*

Os parâmetros de textura (consistência, dureza, coesividade e trabalho da coesão) dos xampus em barra foi realizada em modo de compressão por penetração, no texturômetro Stable Micro Systems Texture Analyzer® (Surrey, Reino Unido) utilizando a sonda SMS P/N, profundidade de penetração de 8 mm, velocidade de teste de 1 mm/s e *trigger force* de 0,049 N. Foram feitas 8 repetições para cada barra de xampu (em duplicata) e os testes foram realizados em temperatura ambiente (~25°C).

#### *Teste de Limpeza de Mechas de Cabelo*

Mechas de cabelo caucasiano liso natural virgem (triplicata por grupo), adquiridas comercialmente, com aproximadamente 15 cm de comprimento e massa de 2,5 g foram inicialmente pesadas, obtendo-se sua massa inicial exata. Posteriormente, estas foram mergulhadas em uma solução de sebo artificial (6% p/p) em hexano, condição que mimetiza o sebo natural humano que fica aderido à fibra capilar, após evaporação do solvente orgânico, deixando-a com a aparência de suja (13,14). O sebo artificial (Tabela 3) foi preparado por meio da simples mistura dos ingredientes após fusão.

**Table 3** - Quali-quantitative composition of the artificial sebum.**Tabela 3** - Composição quali-quantitativa do sebo artificial.

Ingredient/ Ingrediente, *INCI	%w/w / %p/p
Cetyl alcohol	20.0
Stearic Acid	20.0
Petrolatum	10.0
Ricinus Communis Seed Oil	20.0
Cocos Nucifera Oil	20.0
Caprylic / Capric Triglyceride	10.0

\*INCI: International Nomenclature of Cosmetic Ingredients

Hair locks remained in contact with the artificial sebum solution for 20 minutes with the aid of a magnetic stirrer. Subsequently, the excess solution was removed manually and left to rest for 24 hours at room temperature ( $22.0 \pm 2.0$  °C) and controlled relative humidity (65% RH), for drying. After this period, the locks were weighed again, obtaining the mass that comprises the sum of the lock of hair and the adhered sebum.

After drying, the locks were washed according to a standardized procedure. Initially, the locks were rinsed for 10 seconds in warm water at  $40.0 \pm 1.0$  °C. Approximately 1.0 g of shampoo was then applied to the locks, followed by a massage for 1 minute. Subsequently, the locks were rinsed for 30 seconds with warm water at  $40.0 \pm 1.0$  °C. Excess water was removed manually, and the locks were left to dry naturally at room temperature ( $22.0 \pm 2.0$  °C) for at least 48 hours (15). After drying, the locks were weighed obtaining the sum of the mass of the lock and the residual artificial sebum. This assay was performed in triplicate. The detergency power was calculated by the percentage of sebum removed, according to Equation 1 (14).

$$DP = 100 \times \left( \frac{ST - SR}{ST} \right) \quad [\text{Eq. 1}]$$

where: DP = detergency power; SR = amount of residual sebum present in the lock after the washing procedure; ST = amount of total sebum present in the lock before the washing procedure.

As mechas permaneceram em contato com a solução de sebo artificial por 20 minutos sob agitação, com auxílio do agitador magnético. Posteriormente, o excesso de solução foi retirado manualmente, sendo deixadas em repouso por 24 horas à temperatura ambiente ( $22,0 \pm 2,0$  °C) e umidade relativa controlada (65% UR), para secagem. Após este período, as mechas foram pesadas novamente, obtendo-se a massa que compreende a soma da mecha de cabelo e do sebo aderido.

Após o processo de secagem, as mechas foram lavadas conforme procedimento padronizado. Inicialmente, as mechas foram enxaguadas por 10 segundos em água morna a  $40,0 \pm 1,0$  °C. Em seguida, cerca de 1,0g de xampu foi aplicado às mechas, sendo massageada por 1 minuto. Posteriormente, as mechas foram enxaguadas durante 30 segundos com água morna a  $40,0 \pm 1,0$  °C. O excesso de água foi retirado manualmente, e as mechas foram deixadas para secar naturalmente à temperatura ambiente ( $22,0 \pm 2,0$  °C) durante pelo menos 48 horas (15). Após a secagem, as mechas foram pesadas, sendo obtido a soma da massa da mecha e do sebo artificial residual. Este ensaio foi realizado em triplicata. O poder de detergência foi calculado pela porcentagem de sebo removido, conforme Equação 1 (14).

$$DP = 100 \times \left( \frac{ST - SR}{ST} \right) \quad [\text{Eq. 1}]$$

onde: DP = poder de detergência; SR = quantidade de sebo residual presente na mecha após o procedimento de lavagem; ST = quantidade de sebo total presente na mecha antes do procedimento de lavagem.

### *Combability*

Total work for dry combing was determined on the Dia-Stron<sup>®</sup> MTT 175 (Dia-Stron LTD, Hampshire, UK) at room temperature ( $22.0 \pm 2.0^\circ\text{C}$ ) and 65% RH. The locks of hair (approximately 2.5 g in mass and 15 cm in length) were initially combed ten times using a plastic comb to untangle the strands, thus preventing damage to the equipment. Five trials, at least, were conducted for each lock, and between each trial, the lock was rotated  $360^\circ$  five times (16). The percentage change in force required for dry combing was calculated by comparing the values obtained for the same lock of hair, before and after washing with the solid shampoo. The test was done in triplicate.

### *Statistical analysis*

Statistical analysis was performed using Student's t-test for two means, except the combing test, in which the paired t-test was used, comparing the results obtained before and after washing the locks with solid shampoo. The significance level adopted was  $\alpha=0.05$ .

## **Results and discussion**

Shampoo formulations are generally prepared from a mixture of anionic, amphoteric and cationic surfactants. The anionic substances used in this work (sodium coco sulfate, sodium cocoyl isethionate and sodium lauryl sulfoacetate) have a high cleaning and foaming capacity. Sulfoacetates (e.g., sodium lauryl sulfoacetate) and sulfosuccinates (e.g., disodium lauryl sulfosuccinate) can be used for milder "Sodium Lauryl Ether Sulfate (LESS)-free" shampoos. Isethionates have been used to obtain synthetic bars as they are gentle on the skin and have recently attracted much interest as suitable replacement for sulfates in "sulfate-free" shampoos. Cocoamidopropyl betaine is one of the amphoteric secondary surfactants most used in shampoos, it has a low irritation potential compared to sulfated ones but reduces the foaming capacity of anionic compounds (17). Cationic surfactants, such as cetrimonium chloride, act as conditioning agents, improving combability and neutralizing the static negative charge present on the surface of the hair shaft (18).

### *Penteabilidade*

O trabalho total para pentear a seco foi determinado no Dia-Stron<sup>®</sup> MTT 175 (Dia-Stron LTD, Hampshire, RU) à temperatura ambiente ( $22,0 \pm 2,0^\circ\text{C}$ ) e 65% UR. As mechas de cabelo (com aproximadamente 2,5g de massa e 15cm de comprimento) foram inicialmente penteadas dez vezes usando um pente plástico para desembaraçar os fios, evitando assim danos ao equipamento. Cinco ensaios, no mínimo, foram conduzidos para cada mecha, sendo que entre cada ensaio a mecha era rotacionada  $360^\circ$  por cinco vezes (16). A porcentagem de variação na força necessária para pentear a seco foi calculada comparando-se os valores obtidos para a mesma mecha de cabelo, antes e após a lavagem com o xampu sólido. O ensaio foi feito em triplicata.

### *Análise estatística*

A análise estatística foi realizada pelo teste t de Student para duas médias, exceto o teste de penteabilidade, em que empregou-se o teste t pareado, comparando os resultados obtidos antes e após a lavagem das mechas com xampu sólido. O nível de significância adotado foi  $\alpha=0,05$ .

## **Resultados e discussão**

Formulações de xampu são geralmente preparadas a partir de uma mistura de tensoativos aniônicos, anfotéricos e catiônicos. Os aniônicos, empregados neste trabalho (sulfato de sódio coco, cocoil isetionato de sódio e lauril sulfoacetato de sódio), possuem elevada capacidade de limpeza e formação de espuma. Sulfoacetatos (por exemplo, lauril sulfoacetato de sódio) e sulfosuccinatos (por exemplo, lauril sulfosuccinato dissódico) podem ser usados para shampoos mais suaves e "sem Lauril Éter Sulfato de Sódio (LESS)". Isetionatos têm sido empregados para obter barras sintéticas pois são suaves para a pele e, recentemente, têm atraído muito interesse como substitutos adequados para sulfatos em xampus "sem sulfato". Cocoamidopropil betaína é um dos tensoativos secundários anfotéricos mais utilizados em xampus, possui baixo potencial de irritação em relação aos sulfatados mas reduz a capacidade de formação de espuma proveniente dos aniônicos (17). Tensoativos catiônicos, como o cloreto de cetrimônio, atuam como agentes condicionantes, melhorando a penteabilidade e neutralizando a carga negativa estática presente na superfície da fibra capilar (18).

The formulations, prepared from the experimental design, had a characteristic coconut aroma, due to the various raw materials derived from coconut present in it (cocoyl sodium isethionate, coconut oil, and sodium coco sulfate), white color, and homogeneous appearance (Figure 2).

According to the Stability Guide for Cosmetic Products of ANVISA (Brazil) (10), the Preliminary Stability Evaluation aims to guide the choice of formulations in the product development stage. Thus, due to the nature of the test, the formulations are exposed to extreme temperature conditions, which allows the anticipation of possible reactions between the components, being useful in the screening stage. Changes in the pH value, for example, may indicate the occurrence of some chemical reaction, including degradation of the present components and oxidation (19). Information on organoleptic characteristics (appearance, odor, and color) is also essential, as they show chemical and physical changes in the inputs used.

The pH values of the formulations during the stability test under storage conditions at room temperature ( $22 \pm 2$  °C), heating in an oven ( $40 \pm 2$  °C), and cooling in a refrigerator ( $5 \pm 1$  °C) reached the maximum value of 6.6, independent of temperature. The surfactant sodium cocoyl isethionate is easily hydrolysable, generating fatty acids and sodium isethionate, a substance that, in water, has a pH of 7 to 11. Therefore, the increase in pH observed may be the result of the formation of sodium isethionate during storage of the formulation in the presence of moisture (20). The pH values are considered acceptable because the hair fiber, like the skin, has a slightly acidic pH, being biocompatible with pH values between 4.5 and 7.0 (21).

As formulações preparadas a partir do delineamento experimental apresentaram aroma característico de coco, devido as diversas matérias-primas derivadas de coco presentes na mesma (cocoil isetionato de sódio, óleo de coco e sulfato de sódio coco), coloração branca e aspecto homogêneo (Figura 2).

De acordo com Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos da ANVISA (Brasil) (10), o ensaio de estabilidade preliminar visa orientar a escolha das formulações, na etapa de desenvolvimento do produto. Assim, devido à natureza do ensaio, as formulações são expostas a condições extremas de temperatura, o que permite a antecipação de possíveis reações entre os componentes, sendo útil na etapa de triagem. Alterações no valor de pH, por exemplo, podem indicar a ocorrência de alguma reação química, incluindo degradação dos componentes presentes e oxidação (19). Informações sobre características organolépticas (aspecto, odor e cor) também são fundamentais pois evidenciam alterações químicas e físicas nos insumos utilizados.

Os valores de pH das formulações ao longo do ensaio de estabilidade nas condições de armazenamento temperatura ambiente ( $22 \pm 2$  °C), aquecimento em estufa ( $40 \pm 2$  °C) e resfriamento em refrigerador ( $5 \pm 1$  °C) durante os 30 dias de estudo chegou, no máximo, a 6,6 independentemente da temperatura. O tensoativo cocoil isetionato de sódio é facilmente hidrolisável, gerando ácidos graxos e isetionato de sódio, substância que, em água, possui pH 7 a 11. Portanto, o aumento de pH observado pode ser resultado da formação de isetionato de sódio durante o armazenamento da formulação na presença de umidade (20). Os valores de pH são considerados aceitáveis pois a fibra capilar, assim como a pele, apresenta pH levemente ácido, sendo biocompatível com valores de pH entre 4,5 e 7,0 (21).



**Figure 2** - Example of the appearance of the solid shampoo.  
**Figura 2** - Exemplo de aspecto do xampu sólido.



Regarding the aspect of the formulations, at room temperature storage conditions ( $22.0 \pm 2.0$  °C), only formulations F3, F5, F7, and F8 did not show changes in consistency (solid), color (white), odor (characteristic of coconut), and aspect (homogeneous), being considered stable. The other formulations showed changes in appearance as the surfaces because they became heterogeneous. At high-temperature storage conditions ( $40.0 \pm 2.0$  °C), only formulations F3, F4, and F5 maintained their initial characteristics after 30 days of testing. Formulations F2, F6, F7, F8, and F9 showed a change in appearance (they had a heterogeneous surface), while F1 also showed a change in consistency, becoming semi-solid (paste). When stored in a refrigerator ( $5.0 \pm 1.0$  °C), only F1 did not maintain its initial characteristics after 30 days of testing. The greater number of unaltered formulations observed in low-temperature conditions can be explained by the lower speed of chemical reactions in this condition.

As only formulations F3 and F5 were stable at all storage temperatures for 30 days, they were physically and functionally characterized. Both formulations had the lowest concentrations of sodium coco surfactant sulfate and high proportions of sodium cocoyl isethionate and sodium lauryl sulfoacetate.

In general, the formulations approved in the stability tests performed well in foaming, with a small variation in volume during rest time. Formulation F3 generated  $25.0 \pm 4.0$  ml of foam initially, while F5 generated  $18.67 \pm 2.31$  ml. After 20 minutes of rest, the F3 presented a variation of  $4.07 \pm 0.66\%$  and the F5 a variation of  $2.08 \pm 3.61\%$ . Thus, the foam stability of the F3 formulation was  $95.9 \pm 0.7\%$  while the F5 was  $97.9 \pm 3.6\%$ . However, statistical analysis revealed that the samples did not show significantly different results ( $p = 0.447$ ).

These results indicate that the prepared solid shampoo formulations have similar or greater foam stability values than liquid shampoo formulations, bar soaps, or liquid surfactant dispersions (22-25). Antonic *et al.* (22) evaluated bar soaps obtained by saponification reactions and observed that soaps prepared with canola or palm oil generated soaps with foam stability of around 70%. A dispersion of saponins extracted from *Furcraea foetida* showed a stability of 85% (24). Badi and Khan showed that the liquid shampoo formulations evaluated had foam stability of around 100% (25).

Com relação ao aspecto das formulações armazenadas à temperatura ambiente ( $22,0 \pm 2,0$  °C), apenas as formulações F3, F5, F7 e F8 não apresentaram alterações na consistência (sólida), coloração (branca), odor (característico de coco) e aspecto (homogênea), sendo consideradas estáveis. As demais formulações apresentaram alterações de aspecto pois as superfícies tornaram-se heterogêneas. À temperatura elevada ( $40,0 \pm 2,0$  °C), apenas as formulações F3, F4 e F5 mantiveram as características iniciais após 30 dias de ensaio. As formulações F2, F6, F7, F8 e F9 apresentaram alteração de aspecto (apresentaram superfície heterogênea), enquanto a F1 também mostrou alteração de consistência, tornando-se semissólida (pastosa). Em baixa temperatura ( $5,0 \pm 1,0$  °C) somente a F1 não manteve as características iniciais após 30 dias de ensaio. O maior número de formulações inalteradas observado em condição de baixa temperatura pode ser explicado pela menor velocidade de reações químicas nessa condição.

Como apenas as formulações F3 e F5 mostraram-se estáveis em todas as temperaturas de armazenamento, por 30 dias, elas foram caracterizadas física e funcionalmente. Ambas as formulações possuíam as menores concentrações do tensoativo sulfato de sódio coco e elevadas proporções de cocoil isetionato de sódio e lauril sulfoacetato de sódio.

De modo geral, as formulações aprovadas nos testes de estabilidade obtiveram um bom desempenho em formar espuma, apresentando pequena variação de volume no tempo de repouso. A formulação F3 gerou  $25,0 \pm 4,0$  ml de espuma inicialmente, enquanto a F5 gerou  $18,67 \pm 2,31$  ml. Após 20 minutos de repouso, a F3 apresentou variação de  $4,07 \pm 0,66\%$  e a F5 de  $2,08 \pm 3,61\%$ . Assim, a estabilidade da espuma da formulação F3 foi de  $95,9 \pm 0,7\%$  enquanto a F5 de  $97,9 \pm 3,6\%$ . Porém, a análise estatística revelou que as amostras não apresentaram resultados significativamente diferentes ( $p$ -valor = 0,447).

Esses resultados indicam que as formulações de xampu sólido preparadas apresentam valores de estabilidade de espuma semelhantes ou maiores que formulações de xampu líquido sabonetes em barra ou dispersões de tensoativos líquidos (22-25). Antonic *et al.* (22) avaliou sabonetes em barra obtidos por meio de reações de saponificação e observou que os sabões preparados com óleo de canola ou de palma geraram sabonetes com estabilidade de espuma em torno de 70%. Uma dispersão de saponinas extraídas de *Furcraea foetida* apresentou estabilidade de 85% (24). Badi e Khan mostrou que as formulações de xampu líquidas avaliadas apresentaram estabilidade da espuma em torno de 100% (25).

Cracking test results are intended to classify shampoos into cracking levels from 0 to III. Level 0 bars do not have cracks, Level I bars have cracks with superficial cracks, Level II bars have cracks with deep cracks, and Level III bars have deeper cracks, causing partitioning (26). As can be seen in Figure 3, it was not possible to evaluate the formation of cracks because the formulations collapsed soon after being removed from immersion. This result indicates the need to increase the concentration of consistency agents, namely stearic acid and cetostearyl alcohol, as it is known that incorporating consistency agents can reduce cracking in the formulation and increase its resistance.








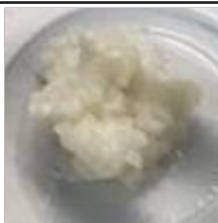




Texture characterization methods for cleaning bars involve penetration tests using texturometers and probes such as needles, cones, or wires. Thus, it is possible to measure parameters such as consistency, hardness, cohesiveness, and cohesion work through analysis of curves generated by the equipment that relate time and force (N) (27) (Figure 4). The peak or maximum force is considered the measure of firmness or hardness of the sample, that is, the higher the value, the firmer the sample. The area under the curve in this positive region of the graph indicates the consistency of the formulation. The maximum force observed in the negative portion of the graph, produced in the return of the probe, is related to the cohesiveness of the sample, while the area under the curve in the negative region indicates the work of cohesion (28). In this work, a needle-type probe was used, and the texture analysis results obtained for samples F3 and F5 are presented in Table 4.

There are few works published in the literature that present texture analysis results of bar formulations, such as soaps or shampoos. Existing works more frequently present only firmness data, to the detriment of other tests. As there is no international standardization of the test parameters (probe type, penetration depth, test speed), the results obtained in this work cannot be compared with many others. Sousa (2020) developed bar soaps and obtained firmness results, using the same test parameters, in the order of 40N (26). Therefore, the shampoo bar (F3 and F5) showed low hardness values,  $1.12 \pm 0.05\text{N}$  e  $0.81 \pm 0.28\text{N}$ , respectively, which corroborates the results obtained in the crack test. From the small number of samples evaluated (only two were approved in the preliminary stability evaluation) and published works in this area, it is not possible to infer

Os resultados do teste de rachadura tem como objetivo classificar os xampus em níveis de rachaduras de 0 a III. As barras de Nível 0 não apresentam rachadura, as de nível I apresentam rachaduras com fissuras superficiais, de Nível II apresentam rachaduras com fissuras profundas e as de Nível III apresentam rachaduras mais profundas, ocasionando partição do mesmo (26). Como pode-se observar na Figura 3, não foi possível avaliar a formação de rachaduras porque as formulações desmancharam logo após serem retiradas da imersão. Esse resultado indica a necessidade de aumentar a concentração dos agentes de consistência, nomeadamente o ácido esteárico e o álcool cetosteárico, pois sabe-se que incorporar agentes de consistência pode gerar redução de rachaduras na formulação e aumentar sua resistência.

Os métodos de caracterização de textura para barras de limpeza envolvem testes de penetração empregando texturômetros e sondas do tipo agulhas, cones ou arames. Assim, é possível medir parâmetros como consistência, dureza, coesividade e trabalho da coesão por meio de análise de curvas geradas pelo equipamento que relacionam tempo e força (N) (27) (Figura 4). O pico ou força máxima é considerada a medida de firmeza ou dureza da amostra, ou seja, quanto maior o valor, mais firme é a amostra. A área sob a curva nessa região positiva do gráfico indica a consistência da formulação. A força máxima observada na porção negativa do gráfico, produzida no retorno da sonda, está relacionada à coesividade da amostra, enquanto a área sob a curva na região negativa indica o trabalho da coesão (28). Neste trabalho utilizou-se uma sonda tipo agulha e os resultados da análise de textura obtidos para as amostras F3 e F5 são apresentados na Tabela 4.

Há poucos trabalhos publicados na literatura que apresentam resultados de análise de textura de formulações em barra, como sabonetes ou xampus. Os trabalhos existentes apresentam com mais frequência apenas dados de firmeza, em detrimento dos demais. Como não há padronização internacional dos parâmetros do teste (tipo de sonda, profundidade de penetração, velocidade do teste), os resultados obtidos neste trabalho não podem ser comparados com muitos outros. Sousa (2020) desenvolveu sabonetes em barra e obteve resultados de firmeza, utilizando os mesmos parâmetros do teste, da ordem de 40N (26). Portanto, os xampus em barra F3 e F5 apresentaram valores de dureza baixos,  $1,12 \pm 0,05\text{N}$  e  $0,81 \pm 0,28\text{N}$ , respectivamente, o que corrobora com os resultados obtidos no Teste de Rachadura. Com o pequeno número de amostras avaliadas (apenas duas foram aprovadas na avaliação de estabilidade preliminar) e de trabalhos publicados

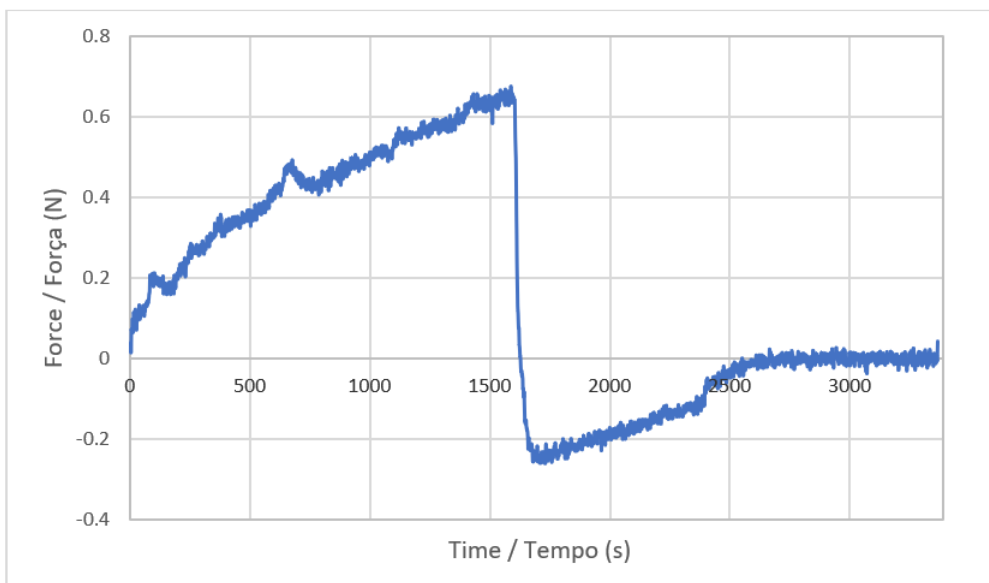
Formulation / Formulação	After 24 hours of immersion / Após 24h de imersão	After 32 hours of drying / Após 32h de secagem
F3.1		
F3.2		
F3.3		
F5.1		
F5.2		
F5.3		

**Figure 3** - The aspect of the solid shampoos in the Crack Test, indicated by formulation code and triplicate.

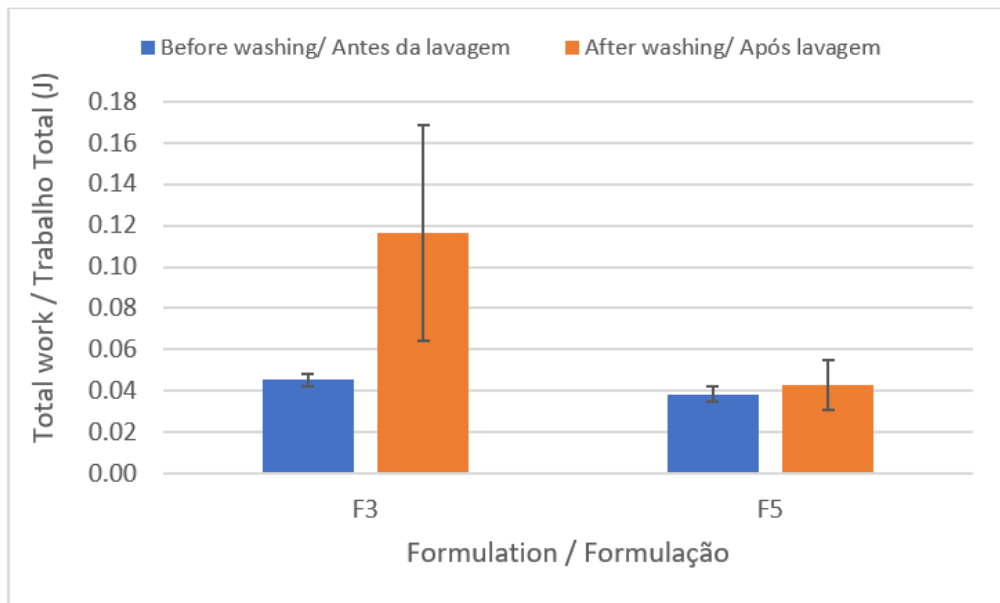
**Figura 3** - Exemplo de aspecto do xampu sólido no teste de rachadura, indicado pelo código da formulação e pela triplicata.

**Table 4** - Physical characterization of solid shampoo bar samples  
**Tabela 4** - Caracterização física das amostras de xampu sólido em barra.

Test / Teste	F3	F5	p-value / p-valor
Foam Formation Test / Teste de Formação de Espuma (cm)	25.0 ± 4.0	18.67 ± 2.31	0.201
Foam Stability / Estabilidade da Espuma (%)	95.9 ± 0.7	97.9 ± 3.6	0.447
Detergency power / Poder de detergência (%)	84.3 ± 7.8	75.0 ± 19.3	0.521
Consistency / Consistência (N.s)	5.35 ± 0.26	3.74 ± 0.47	2.07x10-8
Work of cohesion / Trabalho da coesão (N.s)	-0.63 ± 0.06	-0.65 ± 0.08	0.281
Hardness / Dureza (N)	1.12 ± 0.05	0.81 ± 0.28	0.001
Cohesiveness / Coesividade (N)	-0.26 ± 0.02	-0.26 ± 0.03	0.476



**Figure 4** - Curve displayed in the texture analysis test.  
**Figura 4** - Curva exibida no ensaio de análise de textura.



**Figure 5** - Total work to comb the locks before and after the washing step.  
**Figura 5** - Trabalho total para pentear as mechas antes e após a etapa de lavagem.

the impact of each surfactant on texture parameters. Therefore, new experiments are necessary to deepen understanding of this type of formulation.

Both formulations analyzed showed excellent potential for cleaning hair strands (around 80%), as shown in Table 4, in comparison with literature data that show that commercial liquid shampoo formulations have a cleaning capacity of around 60% (29). Statistical analysis revealed that the samples did not show significantly different results ( $p$ -value = 0.521), that is, the difference in composition did not impact this effectiveness parameter of the solid shampoo.

In the combability test, the statistical analysis revealed that both F3 and F5 did not impact the combability of the hair strands (Figure 5), since the total work values, before and after shampoo application, were not significantly different ( $p$ -value equal to 0.142 and 0.672, respectively), that is, the difference in composition does not influence this characteristic. However, notably, it is possible to observe a tendency towards a decrease in the conditioning power of the F3 formulation.

Despite the high concentration of anionic surfactants (sodium cocoyl isethionate, sodium coco sulfate, sodium lauryl sulfoacetate) present in the solid shampoo formulation, there was no increase in the force required for combing. This result is due to the presence of positively charged molecules, such as cocoamidopropyl betaine (amphoteric surfactant that has a net positive charge at the pH of the formulation) and cetyltrimethylammonium chloride (antistatic cationic agent). Both contribute to the neutralization of negative charges naturally present in the hair fiber as well as those deposited by the anionic surfactants in the formulation, thus reducing frizz and combing work (30). In addition, the formulations have moisturizing and emollient agents such as coconut oil, d-panthenol, and shea butter that, by lubricating the hair fiber, improve its combability (31).

nesta área, não é possível inferir sobre o impacto de cada tensoativo nos parâmetros de textura. Assim, novos experimentos são necessários para aprofundar o entendimento nesse tipo de formulação.

Ambas as formulações analisadas apresentaram excelente potencial de limpeza das mechas de cabelo (cerca de 90%), como mostrado na Tabela 4, em comparação com dados da literatura que mostram que formulações de xampu líquido comercial apresentam capacidade de limpeza de cerca de 60% (29). A análise estatística revelou que as amostras não apresentaram resultados significativamente diferentes ( $p$ -valor = 0,521), ou seja, a diferença na composição não impactou esse parâmetro de eficácia do xampu sólido.

No teste de penteabilidade, a análise estatística revelou que tanto a F3 quanto a F5 não impactaram na penteabilidade das mechas de cabelo (Figura 5), pois os valores de trabalho total, antes e após a aplicação do xampu, não se mostraram significativamente diferentes ( $p$ -valor igual a 0,142 e 0,672, respectivamente), ou seja, a diferença na composição não influenciou essa característica. Porém, notavelmente, é possível observar uma tendência na diminuição do poder condicionante da formulação F3.

Apesar da elevada concentração de tensoativos aniônicos (cocoil isetionato de sódio, sulfato de sódio coco, lauril sulfoacetato de sódio) presentes na formulação do xampu sólido, não houve aumento significativo da força necessária para pentear. Esse resultado deve-se a presença de moléculas carregadas positivamente, como a cocoamidopropil betaína (tensoativo anfotérico que apresenta carga líquida positiva no pH da formulação) e cloreto de cetiltrimetil amônio (agente catiônico antiestático). Ambos contribuem para a neutralização das cargas negativas presentes naturalmente na fibra capilar assim como daquelas depositadas pelos tensoativos aniônicos da formulação, reduzindo, assim, o frizz e o trabalho para pentear (30). Além disso, as formulações possuem agentes hidratantes e emolientes como óleo de coco, d-pantenol e manteiga de karité que, ao lubrificarem a fibra capilar, melhoram a sua penteabilidade (31).

## **Conclusions**

Formulations approved in the preliminary stability evaluation showed stable foaming, and excellent cleaning and conditioning ability but had low hardness, which indicates the need to adjust the concentration of consistency agents to make the shampoo bars more resistant to breakage.

## **Acknowledgments**

The authors would like to thank BASF and Clariant for the donation of raw materials.

## **Authors Contributions Statement**

MFD, MVRB, conceptualization and study design; LLL, GCI, experimental implementation; LLL, GCI, data analysis; LLL, GCI, drafting, editing, and reviewing; LLL, GCI, tables, and figures; MFD, supervision, and final writing.

## **Conflict of Interests**

The authors declare there are no financial and/or personal relationships that could present a potential conflict of interests.

## **Conclusões**

As formulações aprovadas no teste de estabilidade preliminar mostraram formação de espuma estável, excelente capacidade de limpeza e de condicionamento mas possuíam baixa dureza, o que indica a necessidade de adequar a concentração dos agentes de consistência a fim de tornar a formulação mais resistente à quebra.

## **Agradecimentos**

Os autores agradecem a doação de matérias-primas das empresas BASF e Clariant.

## **Declaração sobre as contribuições do autor**

MFD, MVRB, concepção e desenho do estudo; LLL, GCI, implementação experimental; LLL, GCI, MFD, análise de dados; LLL, GCI, redação, edição e revisão; LLL, GCI, tabelas e figuras; MFD, supervisão e redação final.

## **Conflito de Interesses**

Os autores declaram que não há relações financeiras e/ou pessoais que possam representar um potencial conflito de interesse.

## References / Referências

1. Barel, A., Paye, M., & Maibach, H. (2014). *Handbook of Cosmetic Science and Technology* (4th ed.). CRC Press Taylor & Francis Group.
2. Krunali, T., Dhara, P., Meshram, D. B., & Mitesh, P. (2013). Evaluation of standards of some selected shampoo preparation. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 2(5), 3622–3630.
3. Gubitosa, J., Rizzi, V., Fini, P., & Cosma, P. (2019). Hair Care Cosmetics: From Traditional Shampoo to Solid Clay and Herbal Shampoo, A Review. *Cosmetics*, 6(1), 13. <https://doi.org/10.3390/cosmetics6010013>
4. Brito, I., Ferreira, S. M., & Santos, L. (2023). On the Path to Sustainable Cosmetics: Development of a Value-Added Formulation of Solid Shampoo Incorporating Mango Peel Extract. *Cosmetics*, 10(5), 140. <https://doi.org/10.3390/cosmetics10050140>
5. Jeong, Y., Xue, J., Park, K. J., Kannan, K., & Moon, H.-B. (2019). Tissue-Specific Accumulation and Body Burden of Parabens and Their Metabolites in Small Cetaceans. *Environmental Science & Technology*, 53(1), 475–481.
6. Marta-Sanchez, A. V., Caldas, S. S., Schneider, A., Cardoso, S. M. V. S., & Primel, E. G. (2018). Trace analysis of parabens preservatives in drinking water treatment sludge, treated, and mineral water samples. *Environmental Science and Pollution Research*, 25(15), 14460–14470. <https://doi.org/10.1007/s11356-018-1583-4>
7. Voller, L. M., & Warshaw, E. M. (2021). Killing Two Birds With One Bar: Shampoo and Conditioner Bars Are Low Allergen and Environmentally Friendly. *Dermatitis*, 32(4), e60–e64.
8. Sasson, C., Boin, G., Cararo, G., Cordeiro, M., Dusi, L., & Nunes, P. (2009). Influência de Emolientes em Sabonetes em Barra. *Cosmetics & Toiletries Brasil*, 21(3), 50–60.
9. Friedman, M. (2016). Chemistry, Formulation, and Performance of Syndet and Combo Bars. In *Soap Manufacturing Technology* (pp. 73–106). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-1-63067-065-8.50004-9>
10. Brasil. (2004). *Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos* (1st ed.). ANVISA.
11. Klein, K. (2004). Evaluating Shampoo Foam. *Cosmetic & Toiletries*, 119(10), 32–35.
12. Diez, A. M., & Carvalho, C. S. G. (2000). Aditivos para sabonetes em barra. *Oxíteno S/A Indústria e Comércio*. <http://www.oxiteno.com.br/aplicacoes/mercados/doc/documento.asp?artigotecnico=9>
13. Gour, V. S., Sanadhya, N., Sharma, P., Parmar, A., & Datta, M. (2015). Biosurfactant characterization and its potential to remove sebum from hair. *Industrial Crops and Products*, 69, 462–465. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.007>
14. Chen, Y.-F., Yang, C.-H., Chang, M.-S., Ciou, Y.-P., & Huang, Y.-C. (2010). Foam Properties and Detergent Abilities of the Saponins from *Camellia oleifera*. *International Journal of Molecular Sciences*, 11(11), 4417–4425. <https://doi.org/10.3390/ijms11114417>
15. Dario, M. F., Pahl, R., Castro, J. R., Lima, F. S., Kaneko, T. M., Pinto, C. A. S. O., Baby, A. R., & Velasco, M. V. R. (2013). Efficacy of *Punica granatum* L. hydroalcoholic extract on properties of dyed hair exposed to UVA radiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 120, 142–147.
16. Evans, A., Marsh, J., & Wickett, R. (2011). The structural implications of water hardness metal uptake by human hair. *International Journal of Cosmetic Science*, 33(5), 477–482.
17. Cornwell, P. A. (2018). A review of shampoo surfactant technology: consumer benefits, raw materials and recent developments. *International Journal of Cosmetic Science*, 40(1), 16–30. <https://doi.org/10.1111/ics.12439>
18. Johansson, I., & Somasundaran, P. (2007). Shampoo Formulation. In K. Klein & I. Palefsky (Eds.), *Handbook for Cleaning/Decontamination of Surfaces* (pp. 277–304). Elsevier.
19. Taylor, K. M. G., & Aulton, M. E. (2022). *Aulton's Pharmaceuticals: The Design and Manufacture of Medicines* (6th ed.). Elsevier Health Sciences.
20. Sakai, T. (2017). Body Care Cosmetics. In *Cosmetic Science and Technology* (pp. 561–570). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-802005-0.00033-1>
21. Halal, J. (2009). *Hair structure and chemistry simplified* (5th ed.). Cengage Learning.
22. Antonic, B., Dordevic, D., Jancikova, S., Tremlova, B., Nejezchlebova, M., Goldová, K., & Tremil, J. (2021). Reused Plant Fried Oil: A Case Study with Home-Made Soaps. *Processes*, 9(3), 529. <https://doi.org/10.3390/pr9030529>
23. Rajput, G., Janni, D. S., Subramanyam, G., Ray, D., Aswal, V., & Varade, D. (2022). Novel approach for tuning micellar characteristics and rheology of a sulfate-free anionic surfactant sodium cocoyl glycinate. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 648, 129426. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129426>
24. Randriamamonjy, T. H., Ontiveros, J. F., Andrianjafy, M. T., Samiez, P., Berlioz-Barbier, A., Nardello-Rataj, V., Aubry, J.-M., Ramanandraibe, V., & Lemaire, M. (2022). Comparative study on the amphiphilicity, emulsifying and foaming properties of saponins extracted from *Furcraea foetida*. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 653, 129923. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129923>
25. Al Badi, K., & Khan, S. A. (2014). Formulation, evaluation and comparison of the herbal shampoo with the commercial shampoos. *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences*, 3(4), 301–305. <https://doi.org/10.1016/j.bjbas.2014.11.005>
26. Sousa, L. L. de C. (2020). *Estudo da estabilidade físico-química do sabonete em barra contendo o álcool polivinílico (PVA)* [Trabalho de Conclusão de Curso]. Universidade Federal de Uberlândia.
27. Yarovoy, Y., & Post, A. J. (2016). Soap Bar Performance Evaluation Methods. In *Soap Manufacturing Technology* (pp. 247–266). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-1-63067-065-8.50011-6>
28. Tai, A., Bianchini, R., & Jachowicz, J. (2014). Texture analysis of cosmetic/pharmaceutical raw materials and formulations. *International Journal of Cosmetic Science*, 36(4), 291–304. <https://doi.org/10.1111/ics.12125>
29. Moghimipour, E., Jasemnezhad, M., Mohammad Soleymani, S., & Salimi, A. (2021). Preparation and evaluation of a free surfactant herbal shampoo with *Acanthophyllum Squarrosom* Saponins. *Journal of Cosmetic Dermatology*, 20(1), 181–187. <https://doi.org/10.1111/jocd.13483>
30. Fernández-Peña, L., & Guzmán, E. (2020). Physicochemical Aspects of the Performance of Hair-Conditioning Formulations. *Cosmetics*, 7(2), 26. <https://doi.org/10.3390/cosmetics7020026>
31. Dabbur, F. S., Lima, G. H. da S., Costa, R. M., Costa, C. L., Santos, L. E. S., Luz, V. B., de Vasconcelos, C. C., & Costa, J. R. de M. (2019). Development, physicochemical and functional analysis of anti-frizz leave-on emulsion with coconut oil. *International Journal of Phytocosmetics and Natural Ingredients*, 6(1), 8–8. <https://doi.org/10.15171/ijpni.2019.08>