

Estudo de caso na indústria de saneantes para validar a limpeza dos equipamentos

Liliane dos Santos Gondim (UNIVERSIDADE DE PERNAMBUCO – UPE)

lilinnh@yahoo.com.br

Antonio Machado de Souza Neto (CENTRO UNIVERSITÁRIO UNIVERSO RECIFE)

machado-axe@hotmail.com

Hélder Henrique Lima Diniz (UNIVERSIDADE DE PERNAMBUCO – UPE)

helderhld@gmail.com

Resumo

Este trabalho apresenta um estudo de caso sobre a validação de limpeza em equipamentos de envase utilizados na produção de saneantes líquidos. Tem como objetivo comprovar, por meio de parâmetros físico-químicos e sensoriais, a eficácia do procedimento de higienização, simulando uma situação de produção multiproduto em uma empresa denominada MLM Saneantes Ltda. A metodologia utilizada foi a experimental de abordagem quantitativa. O objetivo foi comprovar, por meio de parâmetros físico-químicos e sensoriais, a eficácia do procedimento de higienização adotado na indústria MLM Saneantes Ltda. (nome fictício). Foram avaliados pontos críticos de contato com o produto (placa de fluxo, cúpula/tanque e bicos dosadores), analisando pH, condutividade, cor e odor em três corridas consecutivas. Os ensaios foram realizados no período de junho, julho e agosto de 2024 e os resultados confirmaram 100% da conformidade com os critérios de aceitação e robustez do processo, alinhados com às Boas Práticas de Fabricação e aos guias da ANVISA, EMA e FDA.

Palavras-chave: Validação de limpeza, Saneantes, Qualidade, BPF, Contaminação cruzada.

Abstract

This study presents a case study on cleaning validation in filling equipment used in the production of liquid sanitizing products. The objective is to verify, through physicochemical and sensory parameters, the effectiveness of the sanitization procedure, simulating a multi-product production situation in a company called MLM Saneantes Ltda. The methodology applied was experimental with a quantitative approach. The objective was to verify, through physicochemical and sensory parameters, the effectiveness of the hygiene procedure adopted by the company MLM Saneantes Ltda. (fictitious name). Critical product contact points (flow plate, dome/tank, and dosing nozzles) were evaluated by analyzing pH, conductivity, color, and

odor over three consecutive runs. The tests were carried out between June, July, and August, and the results confirmed 100% compliance with the acceptance criteria and robustness of the process, in accordance with Good Manufacturing Practices and the guidelines of ANVISA, EMA, and FDA.

Keywords: Cleaning validation. Household products. Quality. GMP. Cross-contamination.

1. Introdução

Segundo a *Food and Drug Administration* FDA (1993), a validação de limpeza consiste em evidenciar, por meio de documentação adequada, que os procedimentos de higienização são eficazes na remoção de resíduos, evitando contaminação cruzada e garantindo a qualidade dos lotes subsequentes.

No contexto da indústria de saneantes, que inclui produtos como lava-roupas, amaciantes e detergentes líquidos, a validação de limpeza torna-se especialmente relevante devido à ampla diversidade de formulações utilizadas. Segundo dados da Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos, o setor de higiene e limpeza movimentou aproximadamente R\$ 36,8 bilhões apenas em 2022, mantendo o Brasil entre os principais mercados da América Latina, ABIHPEC (2023). Esse cenário evidencia a necessidade de práticas robustas de controle de qualidade, uma vez que falhas nos procedimentos de higienização podem resultar não apenas em consequências regulatórias, mas também em impactos econômicos e reputacionais para as empresas do setor.

Regulamentações nacionais e internacionais, como a RDC nº 47/2013 da ANVISA, o anexo 15 do Guia de Boas Práticas de Fabricação da União Europeia e os guias da FDA, convergem na exigência de que os fabricantes multiproduto realizem validações de limpeza com base em metodologias científicas, limites de aceitação justificados e documentação completa. Esses referenciais normativos evidenciam que a validação não deve ser encarada apenas como um requisito burocrático, mas como parte integrante de um sistema de gestão da qualidade orientado por risco, conforme preconizado pela ICH Q9(R1).

Este trabalho tem como objetivo comprovar, por meio de parâmetros físico-químicos e sensoriais, a eficácia do procedimento de higienização, simulando uma situação de produção multiproduto em uma empresa denominada MLM Saneantes Ltda. O estudo buscou demonstrar a eficácia do procedimento de limpeza adotado, avaliando critérios físico-químicos (pH e condutividade) e parâmetros sensoriais (cor e odor) em pontos críticos de contato com o

produto. Além disso, discute-se a relevância do uso de ferramentas de gestão da qualidade, como o PDCA, MASP e análise de risco, para sustentar a melhoria contínua e a reprodutibilidade do processo.

2. Fundamentação teórica

2.1. Conceitos de qualidade e gestão da produção

A qualidade, segundo Juran (1990), é definida como a adequação ao uso, enquanto Deming (1993) enfatiza a melhoria contínua como requisito essencial para a competitividade. Crosby (1979) complementa essa visão ao considerar a qualidade como conformidade com os requisitos. Na gestão da produção, autores como Slack, Brandon-Jones e Johnston (2022) destacam que a eficiência operacional depende de controles sistemáticos que garantam previsibilidade e consistência. A validação de limpeza, nesse contexto, integra-se como uma prática que conecta produção e qualidade, garantindo que os equipamentos multiproduto estejam aptos a operar sem risco de contaminação cruzada.

2.2. Boas práticas de fabricação (BPF) e regulamentações aplicáveis (ANVISA, EMA, FDA)

As Boas Práticas de Fabricação constituem a base normativa para a validação de limpeza. No Brasil, a (Agência nacional de vigilância sanitária), ANVISA, por meio da RDC nº 47/2013, estabelece as diretrizes aplicáveis a saneantes, exigindo higienização eficaz, prevenção de contaminações e registro documental. Em nível internacional, o Anexo 15 do EU GMP (2015) orienta sobre qualificação e validação, incluindo a obrigatoriedade da inspeção visual, tempos de *dirty* e *clean hold* e critérios de aceitação. A (Agência de medicina europeia), EMA (2014) introduziu o conceito de limites baseados em saúde (HBEL/PDE), enquanto a (agência federal do Departamento de Saúde dos EUA) FDA (2020) reforça que a validação deve se basear em justificativas científicas e métodos analíticos adequados. Esses guias, alinhados às diretrizes da WHO (2019) e do PIC/S (2021), convergem na defesa de abordagens orientadas por risco.

2.3. Validação de limpeza: conceitos, objetivos e tipos

A validação de limpeza consiste na comprovação documentada de que um processo de higienização remove resíduos a níveis previamente estabelecidos ANVISA (2019). Seus objetivos incluem a prevenção de contaminação cruzada, a garantia da qualidade dos lotes

subsequentes e a conformidade regulatória. Os tipos mais comuns são a validação prospectiva, realizada antes da rotina produtiva; a concorrente, conduzida durante a produção; e a retrospectiva, baseada em dados históricos. A estratégia de piores casos é fundamental para definir produtos representativos que exijam maior esforço de limpeza, seja pela toxicidade, aderência ou solubilidade.

2.4. Métodos de amostragem (*swab*, *rinse*) e critérios de aceitação

A avaliação da eficácia da limpeza utiliza métodos de amostragem, sendo os principais o *swab* e o *rinse*. O *swab*, ou zaragatoa, é indicado para superfícies críticas de fácil acesso, devendo considerar área delimitada e estudos de recuperação. O *rinse* consiste na análise da última água de enxágue, permitindo avaliar resíduos em geometrias internas como tubulações e bicos dosadores. Segundo a FDA (1993), ambos os métodos são complementares e aumentam a confiabilidade da validação. Os critérios de aceitação envolvem ausência de resíduos visíveis, conformidade nos parâmetros de pH (6,0 a 9,5) e condutividade ($\leq 300 \mu\text{S}/\text{cm}$), além de ausência de odor e cor.

2.5. Riscos de contaminação cruzada

A contaminação cruzada ocorre quando resíduos de um produto permanecem em equipamentos e afetam o próximo lote produzido. Seus riscos podem comprometer a saúde do consumidor, causar recall de produtos e afetar a reputação da empresa. Ghinato (2015) destaca que a gestão de riscos deve considerar propriedades físico-químicas, toxicidade e possíveis impactos econômicos. Em saneantes, a diversidade de corantes, fragrâncias e viscosidades aumenta a chance de resíduos persistirem, exigindo controles rigorosos.

2.6. Ferramentas de gestão aplicáveis (PDCA, MASP, análise de risco)

Ferramentas da qualidade são amplamente recomendadas para estruturar e monitorar atividades de validação de limpeza. O ciclo PDCA, conforme descrito por Campos (1992), auxilia no planejamento, execução, verificação e melhoria contínua dos processos. Para a investigação sistemática de desvios, pode-se empregar o Método de Análise e Solução de Problemas (MASP), amplamente difundido por Falconi (2009). Já a análise de risco por meio do FMEA é indicada para identificar pontos críticos e priorizar controles de forma preventiva (AIAG; VDA, 2019). Complementarmente, a diretriz ICH Q9(R1) estabelece que a gestão de riscos deve ser baseada em evidências e revisada periodicamente, garantindo a manutenção do estado de validação (ICH, 2023).

3. Metodologia

3.1. Local, equipamentos e produtos

O método adotado neste trabalho foi o estudo de caso, originalmente sistematizado pelo engenheiro e sociólogo francês Frédéric Le Play (1806–1882), considerado um dos pioneiros na utilização desse método. Le Play aplicava análises detalhadas de grupos familiares para compreender dinâmicas sociais e econômicas, consolidando as bases do estudo de caso como abordagem investigativa. Depois vieram outros autores até chegar aos pesquisadores modernos.

O estudo foi conduzido no período de junho a agosto de 2024, na linha de envase multiproduto da empresa MLM Saneantes Ltda., equipada com envasadora rotativa de características semelhantes ao modelo SERAC, composta por tanque/cúpula envasadora e placa de fluxo. Os produtos selecionados foram detergentes e amaciantes, escolhidos como piores casos em função de suas propriedades físico-químicas distintas. Esses produtos representam alta diversidade de formulações, o que torna a validação mais desafiadora e abrangente.

3.2. Procedimento de limpeza

O procedimento operacional padrão (POP) incluiu as seguintes etapas: (I) esgotamento total do produto; (II) pré-enxágue com água potável pressurizada; (III) aplicação de solução de limpeza alcalina; (IV) enxágues sucessivos até atender aos critérios visuais e físico-químicos; e (V) drenagem final completa do equipamento. O tempo de *dirty hold* (intervalo entre o fim da produção e o início da limpeza) foi controlado para não exceder 2 horas, conforme prática recomendada por guias internacionais. O tempo de *clean hold* (intervalo entre a limpeza e o início de nova produção) também foi monitorado para assegurar a manutenção do estado limpo até o reinício do processo.

3.3. Equipe e responsabilidades

A execução da validação foi conduzida por operadores de produção treinados, acompanhados por inspetores da qualidade. Todos os envolvidos receberam capacitação específica em BPF e nos POP's aplicáveis. O laboratório de Controle de Qualidade foi responsável pelas análises físico-químicas e sensoriais. À coordenação do projeto coube à área de Garantia da Qualidade, responsável pela elaboração, revisão e aprovação do protocolo e do relatório final.

3.4. Amostragem e pontos críticos

Foram definidos como pontos críticos de coleta a placa de fluxo e a cúpula/tanque envase, por serem superfícies de contato direto com o produto. Em cada corrida, coletou-se a última água de enxágue proveniente desses pontos, totalizando três amostras por lote. As amostras foram coletadas em frascos estéreis, devidamente identificados, e transportadas sob condições controladas até o laboratório. A rastreabilidade foi assegurada por registros de lote, data, hora, ponto de coleta e responsáveis pela atividade.

3.5. Ensaios físico-químicos e sensoriais

As amostras foram submetidas a ensaios de inspeção visual (cor, odor, aspecto) e a análises físico-químicas específicas: pH e condutividade. Os equipamentos utilizados incluíram: pHmetro de bancada calibrado diariamente com soluções tampão certificadas; condutivímetro digital com rastreabilidade metrológica; e espectrofotômetro de cor para confirmação de ausência de tonalidades residuais. Os métodos aplicados foram validados quanto a precisão, exatidão e faixa de trabalho, em conformidade com os critérios da (ANVISA, 2017) e Procedimentos Internos da C&A.

3.6. Critérios de aceitação

Os critérios de aceitação adotados foram estabelecidos com base em referências normativas: pH entre 6,0 e 9,5; condutividade $\leq 300 \mu\text{S}/\text{cm}$; ausência de cor visível; ausência de odor residual; e ausência de resíduos sólidos. Esses limites estão alinhados ao protocolo interno da empresa e a guias como o Anexo 15 do EU GMP e a RDC nº 47/2013 da ANVISA.

3.7. Reprodutibilidade e número de corridas

Foram realizadas três corridas consecutivas em condições normais de produção, sem intervenções não planejadas. Esse número foi definido para demonstrar reprodutibilidade e consistência do procedimento – C-CQC1101 – Validação de limpeza de equipamentos, conforme exigido pelas principais agências regulatórias nacionais.

3.8. Tratamento de desvios e análise de risco

Eventuais desvios observados durante a execução do processo foram tratados por meio do MASP, envolvendo a identificação do problema, análise da causa raiz (utilizando ferramentas como o diagrama de Ishikawa e os 5 Porquês), definição de ações corretivas e preventivas e verificação da eficácia das medidas implementadas Campos, (1992); Falconi, (2009). Adicionalmente, foi empregada a ferramenta FMEA para análise de risco, classificando

potenciais falhas de acordo com sua severidade, ocorrência e capacidade de detecção, o que orientou a implementação de controles adicionais nos pontos críticos mais vulneráveis (AIAG; VDA, 2019). Essa abordagem sistemática garante uma gestão de riscos baseada em evidências e alinhada às melhores práticas de validação de processos regulados (ICH, 2023).

3.9. Controle documental e rastreabilidade

Todas as etapas do estudo foram registradas em formulários controlados, assinados pelos executores e revisores. As amostras foram documentadas em planilhas de rastreabilidade e os resultados foram anexados ao relatório final. Esse processo assegurou integridade, transparência e auditabilidade das informações, em conformidade com as boas práticas de documentação descritas pela (ANVISA, 2017) e pelo PIC/S.

3.10. Conformidade regulatória

A metodologia foi elaborada de modo a atender às exigências da ANVISA (RDC 47/2013), às diretrizes do EU GMP (2015), ao guia da EMA (2014), às orientações da FDA (2020) e às recomendações da WHO (2019). Dessa forma, assegurou-se que o estudo de validação de limpeza fosse conduzido em conformidade com os referenciais técnicos e científicos mais atuais, garantindo a robustez dos resultados e a confiabilidade do processo.

4. Resultados e discussões

Este estudo de caso foi desenvolvido no contexto da indústria de saneantes, mais especificamente no setor de controle de qualidade de um laboratório físico-químico, com o objetivo de validar as limpezas em equipamentos que envasam produtos saneantes conforme já estabelecido no procedimento.

As análises foram realizadas em três tipos de matrizes: Lava roupas, Lava louças e Amaciantes, simulando a rotina de limpeza do equipamento. Os ensaios consideraram três categorias físico-químicas: pH, condutividade, cor, odor e aspectos.

4.1. Coleta Físico-química após limpeza

Foram realizadas coletas da água de enxágue da cúpula da envasadora utilizada no processo de fabricação de saneantes, com o objetivo de validar a eficiência do procedimento de limpeza adotado no equipamento.

As amostras coletadas foram submetidas a análises físico-químicas, contemplando os parâmetros de pH, condutividade, cor aparente, odor e aspecto, conforme os critérios de aceitação estabelecidos pela legislação vigente e pelas especificações internas do sistema de qualidade. Os resultados obtidos estão apresentados na tabela 1, a seguir, permitindo a verificação da conformidade da água de enxágue em relação aos limites definidos para a liberação do equipamento após o processo de limpeza.

Realizado uma limpeza na envasadora contendo Detergente, porém a próxima produção seria de Amaciante, devido a essa troca de produto faz-se necessário a limpeza do equipamento pois os dois produtos não podem se misturar pois “quebra” a ação de desinfecção e limpeza dos mesmos. Realizada a limpeza da envasadora foram coletadas a água de enxágue (figura 1) para realização dos resultados das análises físico químicas (Cor, odor, aspecto, ph e condutividade) para estudo de validação da limpeza conforme tabela 1.

4.1.1 Limpeza envasadora com detergente ➡ Para: Amaciantes

Tabela 1 – Resultados das análises físico-químicas da água de enxágue da envasadora

Data	Cor	Odor	Aspecto	pH	Condutividade	Critérios de Aceitação
						Cor ≤ 10 , Odor Ausente; Aspecto incolor; 6, pH, 10; Condutividade ≤ 300
26/06/2025	9	Ausente	Incolor	7,56	11,956	
17/07/2025	8	Ausente	Incolor	7,85	12,799	
09/08/2025	8	Ausente	Incolor	7,45	11,78	

Fonte: Autor, 2024

Após a realização das análises físico-químicas da água de enxágue da envasadora, não foram identificados resultados fora das especificações estabelecidas. Dessa forma, conclui-se que o procedimento de limpeza foi eficaz para a troca de versão realizada, atendendo aos critérios de aceitação definidos para a validação de limpeza.

A figura 1, a seguir, mostra imagens da coleta das amostras de água de enxágue após limpeza da envasadora em dias diferentes, conforme a troca de produto.

É possível constatar na figura 1, que as amostras de água coletadas, após a troca de detergente para amaciante, apresentaram aspecto claro e límpido, sem presença de partículas sólidas ou qualquer indício de contaminação. Além disso, não foram observadas alterações nos

parâmetros físico-químicos analisados, demonstrando que o procedimento de limpeza da cúpula da envasadora foi eficaz, garantindo a remoção adequada de resíduos do produto anterior.

Figura 1 – Coletas de amostras de água de enxague

26/06/2024	17/07/2024	09/08/2024
		

Fonte: Autor, 2024

Durante a pesquisa foram evidenciados conforme apresentado na figura 2, a correta limpeza da envasadora, realizada conforme o procedimento interno C-CQC0010 – Limpeza da envasadora linha de saneantes.

Figura 2 – Foto da limpeza da envasadora após limpeza



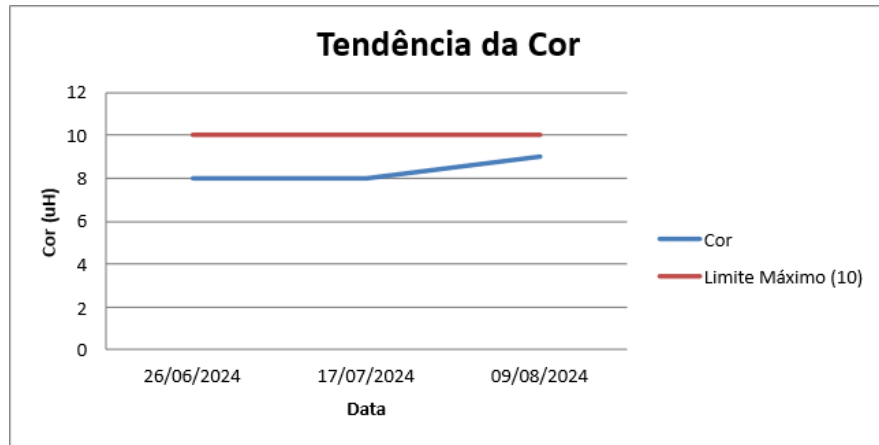
Fonte: Autor, 2024

Após a execução da limpeza verificou-se por meio de inspeção visual, que o equipamento atende plenamente ao padrão de conformidade estabelecido, não sendo observada a presença de resíduos, manchas ou irregularidades. Diante disso, confirma-se que o processo de limpeza foi realizado de maneira adequada.

Foram elaborados gráficos com os resultados das análises físico-químicas (cor, pH e condutividade) da água de enxágue, os quais demonstram que todos os valores permaneceram dentro dos limites de aceitação estabelecidos após a realização da limpeza. Esses dados reforçam a eficácia do procedimento executado e evidenciam a conformidade do equipamento com os padrões de limpeza definidos.

O gráfico 1 a seguir, seguir, evidencia a evolução dos valores mostrando a Cor das amostras de água coletadas em três datas distintas: 26/6/2024, 17/07/2024 e 09/08/2024 da cúpula da envasadora.

Gráfico 1 - Resultados de Cor da água de enxágue.

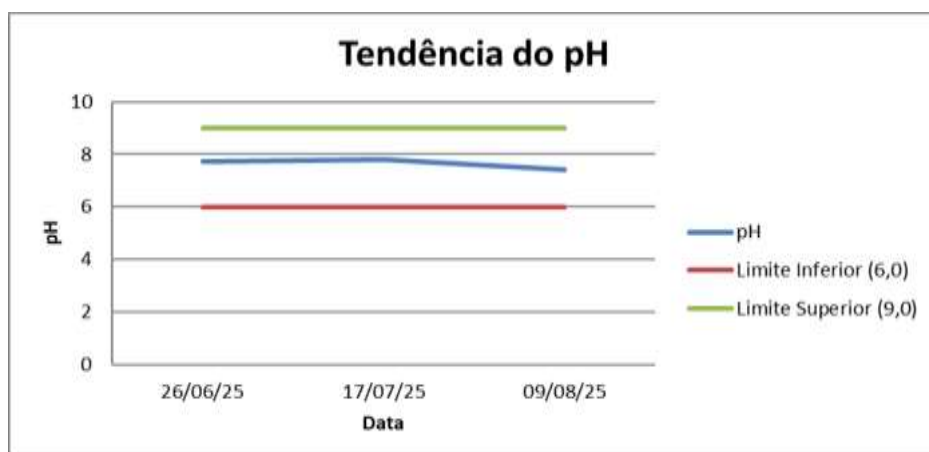


Fonte: Autor, 2024

Observa-se acima que todos os resultados permaneceram abaixo do limite máximo estabelecido de 10 uH ao longo de todo o período avaliado, conforme especificado no procedimento interno C-CQC001 – Resultados de cor na água de enxágue.

No gráfico 2 apresenta-se a variação dos resultados de **pH** das amostras de água coletadas em 26/06/2024, 17/07/2024 e 09/08/2024 da cúpula da envasadora.

Gráfico 2 - Resultados do pH da água de enxágue

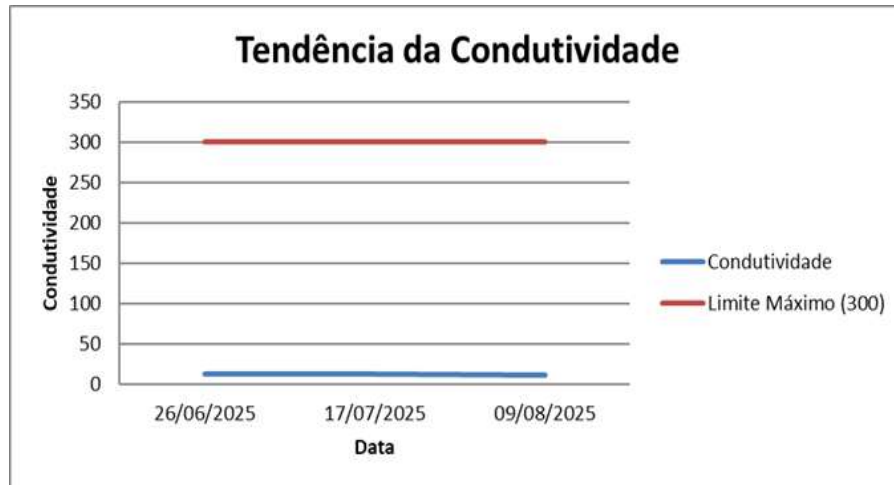


Fonte: Autor, 2024

Os valores observados oscilaram entre 7,42 e 7,81, permanecendo dentro da faixa de aceitação estabelecida (6,0 a 9,0) ao longo de todo o período avaliado, conforme especificado no procedimento interno C-CQC002 – resultados de pH na água de enxágue.

No gráfico 3 observa-se os valores de Condutividade das amostras de água coletadas em 26/06/2024, 17/07/2024 e 09/08/2024 da cúpula da envasadora.

Gráfico 03 – Resultados de condutividade da água de enxágue.



Fonte: Autor, 2024

Observa-se que as medições variaram entre 11,39 e 12,70 $\mu\text{S}/\text{cm}$, valores significativamente inferiores ao limite máximo permitido de 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ao longo de todo o período avaliado, conforme especificado no procedimento interno C-CQC003 – Resultados de condutividade da água de enxágue.

4.1.2 Placas de Fluxo

Foram realizadas coletas da água de enxágue da cúpula da placa de fluxo utilizada no processo de fabricação de saneantes, com o objetivo de validar a eficiência do procedimento de limpeza adotado no equipamento. As amostras coletadas foram submetidas a análises físico-químicas, contemplando os parâmetros de pH, condutividade, cor aparente, odor e aspecto, conforme os critérios de aceitação estabelecidos pela legislação vigente e pelas especificações internas do sistema de qualidade. Os resultados obtidos estão apresentados na tabela 2, a seguir, permitindo a verificação da conformidade da água de enxágue em relação aos limites definidos para a liberação do equipamento após o processo de limpeza.

Após a realização das análises físico-químicas da água de enxágue da placa, não foram identificados resultados fora das especificações estabelecidas. Dessa forma, conclui-se que o procedimento de limpeza foi eficaz para a troca de versão realizada, atendendo aos critérios de aceitação definidos para a validação de limpeza.

4.1.3 Limpeza envasadora com detergente → Para: Amaciantes

Tabela 2 – Resultados das análises físico-químicas da água de enxágue da placa de fluxo

Data	Cor	Odor	Aspecto	pH	Condutividade	Critérios de Aceitação
						Cor ≤10, Odor Ausente; Aspecto incolor; 6, pH,10; Condutividade ≤300
26/06/2025	9	Ausente	Incolor	7,56	11,956	
17/07/2025	8	Ausente	Incolor	7,85	12,799	
09/08/2025	8	Ausente	Incolor	7,45	11,78	

Fonte: Autor, 2024

A seguir a figura 3 mostra imagens da coleta das amostras de água de enxágue após limpeza da placa de fluxo em dias diferentes, conforme a troca de produto.

Figura 3 – Coletas de amostras de água de enxágue



Fonte: Autor, 2024

Na Figura 3, é possível observar que, as amostras de água coletadas, após a troca de detergente para amaciante apresentaram aspecto claro e límpido, sem presença de partículas sólidas ou indícios de resíduos.

Além disso, não foram verificadas alterações significativas nos parâmetros físico-químicos avaliados, indicando que o procedimento de limpeza da placa de fluxo da envasadora foi eficaz e atendeu aos critérios de aceitação estabelecidos.

Além da limpeza da envasadora durante os estudos foram evidenciados conforme apresentado na figura 4 a seguir, a correta limpeza da placa de fluxo, executada conforme o procedimento interno C-CQC0011 – Limpeza da Placa de Fluxo linha de saneantes.

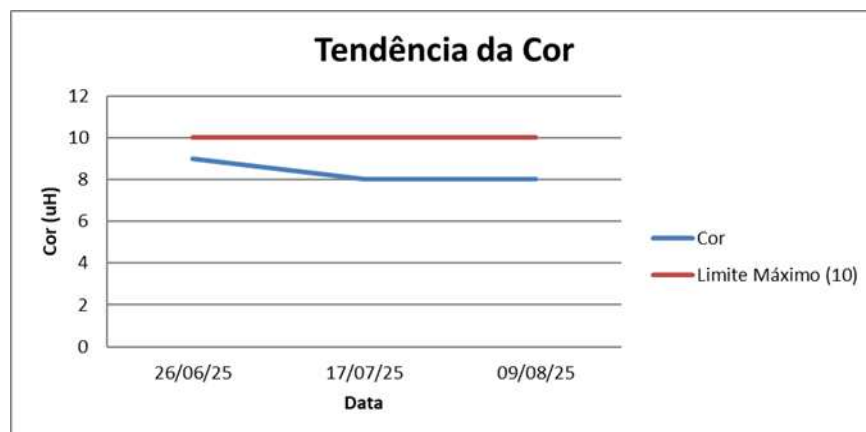
Após a execução da limpeza concluiu-se que o equipamento foi limpo conforme o procedimento estabelecido e, após inspeção visual, constatou-se conformidade com o padrão, sem evidências de resíduos ou desvios.

Figura 04 – Foto da placa de fluxo após limpeza

Fonte: Autor, 2024

Foram elaborados alguns gráficos com os resultados das análises físico-químicas (cor, pH e condutividade) da água de enxágue. Contatou-se que todos os valores permaneceram dentro dos limites de aceitação estabelecidos após a realização da limpeza. Esses dados reforçam a eficácia do procedimento executado e evidenciam a conformidade com os padrões de limpeza definidos.

O gráfico 4, a seguir, evidencia a evolução dos valores da Cor das amostras de água coletadas em três datas distintas: 26/06/2024, 17/07/2024 e 09/08/2024 da placa de fluxo.

Gráfico 04 - Resultados de **Cor** da água de enxágue.

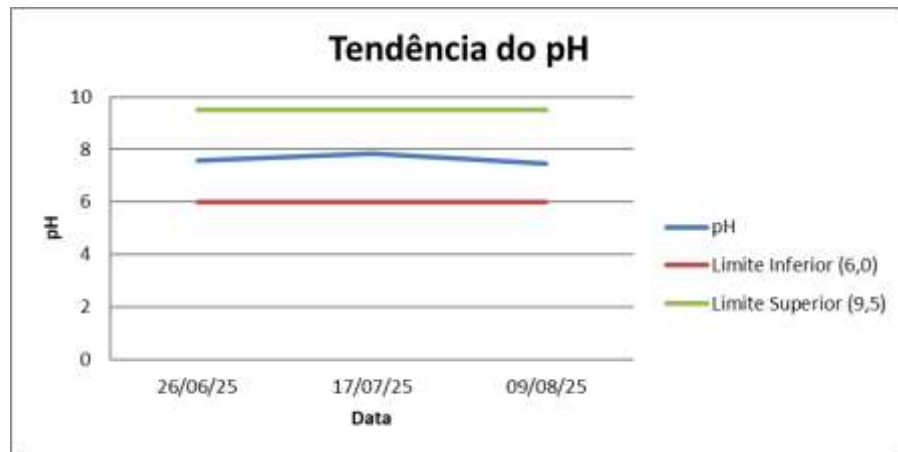
Fonte: Autor, 2024

Os valores da cor das amostras da água de enxágue, coletados em três datas distintas 26/06/2024, 17/07/2024 e 09/08/2024, mantiveram-se abaixo do limite máximo estabelecido (10 uH) durante todo o período avaliado, conforme especificado no procedimento interno C-CQC001 – Resultados de cor na água de enxágue.

No gráfico 5, a seguir, observa-se os valores de pH das amostras de água coletadas em 26/06/2024, 17/07/2024 e 09/08/2024 da placa de fluxo.

Os valores observados oscilaram entre 7,42 e 7,81, permanecendo dentro da faixa de aceitação estabelecida (6,0 a 9,0) ao longo de todo o período avaliado, conforme especificado no procedimento interno C-CQC002 – Resultados de pH na água de enxágue.

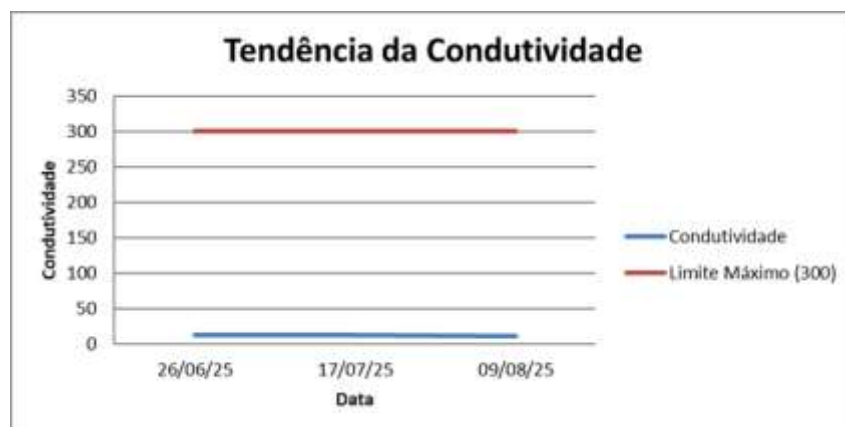
Gráfico 05 – Resultados pH da água de enxágue



Fonte: Autor, 2024

No gráfico 6, a seguir, observa-se os valores de condutividade das amostras de água coletadas em 26/06/2024, 17/07/2024 e 09/08/2024 da placa de fluxo.

Gráfico 6 – Resultados de condutividade da água de enxágue



Fonte: Autor, 2024

Observa-se que as medições variaram entre 11,39 e 12,70 $\mu\text{S}/\text{cm}$, valores significativamente inferiores ao limite máximo permitido de 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ao longo de todo o período avaliado, conforme especificado no procedimento interno C-CQC003 – Resultados de condutividade da água de enxágue.

4.2 Conformidade frente aos critérios estabelecidos

As análises físico-químicas e sensoriais realizadas nos três lotes consecutivos evidenciaram conformidade plena em todos os parâmetros avaliados. O pH das amostras situou-se entre 6,5 e 7,5, faixa central dentro do limite de aceitação (6,0 a 9,5). A condutividade variou entre 18 e 40 $\mu\text{S}/\text{cm}$, valores significativamente inferiores ao limite de 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$ estabelecido pelo protocolo. Em todas as amostras, verificou-se ausência de odor e cor, confirmando a

efetividade da remoção de resíduos perceptíveis. Esses resultados reforçam a conformidade com os requisitos normativos e as boas práticas nacionais.

4.3 Análise dos pontos críticos de amostragem

A placa de fluxo apresentou comportamento estável, sem resíduos visíveis e com valores físico-químicos dentro dos limites especificados. A cúpula/tanque, por sua vez, exigiu maior atenção à drenagem, mas os resultados permaneceram em conformidade após o enxágue completo. Os bicos dosadores representaram o ponto mais crítico em função de sua geometria interna, mas a coleta da última água de enxágue demonstrou eficácia na remoção de resíduos, confirmada pela inspeção visual. Esses achados corroboram a importância de selecionar pontos representativos do processo e reforçam a adequação do plano de amostragem adotado.

4.4 Robustez e reprodutibilidade do procedimento

A repetição de três corridas consecutivas sem desvios críticos demonstrou a reprodutibilidade do procedimento de limpeza. A baixa variação entre os resultados indica estabilidade do processo e consistência na execução das atividades pelos operadores. Esse aspecto é fundamental para atender ao princípio de reprodutibilidade previsto no anexo 15 do EU GMP e constitui evidência de que o procedimento está sob controle de estado validado.

4.5 Comparação com literatura e normas aplicáveis

Os resultados obtidos neste estudo são consistentes com a literatura sobre validação de limpeza em ambientes multiproduto. Trabalhos como o de APIC (2021) e recomendações da EMA (2014) enfatizam a importância de utilizar parâmetros físico-químicos simples, mas robustos, como pH e condutividade, aliados à inspeção visual. Além disso, as diretrizes da WHO (2019) e do PIC/S (2021) confirmam que a ausência de odor, cor e resíduos visíveis é requisito fundamental para a aceitação de equipamentos limpos. Dessa forma, o presente estudo demonstra aderência às práticas internacionais mais atualizadas.

4.6 Oportunidades de melhoria e recomendações

Apesar da eficácia comprovada, recomenda-se a execução de estudos de recuperação por swab em pontos de difícil acesso, como a face interna da cúpula e conexões dos bicos dosadores. Sugere-se também a formalização de controles sobre os tempos de *dirty hold* e *clean hold*, uma vez que essas variáveis podem impactar a eficácia da limpeza. Além disso, a implementação de um programa de revalidação periódica, baseado em risco, garantirá a



manutenção do estado de validação ao longo do ciclo de vida do processo. Tais medidas reforçam a robustez do sistema e estão em consonância com a ICH Q9(R1).

5. Conclusão

A validação de limpeza conduzida na MLM Saneantes Ltda. evidenciou que o procedimento adotado é eficaz, reprodutível e alinhado às exigências das Boas Práticas de Fabricação e guias internacionais de validação. Todos os pontos críticos amostrados — placa de fluxo, cúpula/tanque e bicos dosadores — apresentaram conformidade nos três lotes avaliados, atendendo integralmente aos critérios de aceitação estabelecidos: ausência de odor e cor, pH dentro da faixa de 6,0 a 9,5 e condutividade inferior a 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Esses resultados demonstram não apenas a eficácia do processo de limpeza, mas também sua consistência ao longo de execuções consecutivas, reforçando a robustez do sistema adotado.

A análise crítica dos dados permitiu identificar que, embora o procedimento atual seja satisfatório, existem oportunidades de aprimoramento, como a implementação de estudos de recuperação por swab em pontos de difícil acesso, a revisão periódica dos tempos de dirty hold e a consolidação de um programa de revalidação baseado em risco. Tais ações estão alinhadas ao ciclo de vida da validação, proposto pelo Anexo 15 do EU GMP e pelas diretrizes da ICH Q9(R1), e contribuem para fortalecer o estado de validação ao longo do tempo.

Conclui-se, portanto, que a validação realizada cumpre sua função de assegurar a qualidade e a segurança dos produtos fabricados, além de oferecer uma base sólida para programas de melhoria contínua dentro da indústria de saneantes. O estudo reforça ainda a importância estratégica da validação de limpeza como ferramenta de gestão da qualidade, não apenas para atendimento regulatório, mas também para a competitividade e sustentabilidade do setor.

Referências

ABIHPEC. **Panorama do Setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos**. São Paulo: ABIHPEC, 2023.

ABNT. IN nº 47, de 21 de agosto de 2019. **Boas Práticas de Fabricação complementares às atividades de qualificação e validação**.

ABNT ICH Q9(R1). **Gestão de Riscos da Qualidade**. Versão Step 4. Genebra: ICH, 2023.

ANVISA. **Resolução RDC nº 47**, de 25 de outubro de 2013. Dispõe sobre as Boas Práticas de Fabricação para produtos saneantes. Brasília: ANVISA, 2013.



APIC. **Guidance on Cleaning Validation**. 8th ed. Brussels: Active Pharmaceutical Ingredients Committee, 2021.

CROSBY, Philip B. **Quality is free**: the art of making quality certain. New York: McGraw-Hill, 1979.

Deming, W. Edwards. **The New Economics for Industry**, Government, Education, 1993.

COMISSÃO EUROPEIA (European Commission). **EudraLex**: the rules governing medicinal products in the European Union. Volume 4: EU guidelines for good manufacturing practice for medicinal products for human and veterinary use – Annex 15: Qualification and validation. *Brussels: European Commission, 2015.*

EudraLex. Volume 4: **Diretrizes da União Europeia para as Boas Práticas de Fabricação**. Anexo 15: Qualificação e Validação. Bruxelas: Comissão Europeia, 2015.

Falconi Campos, Vicente. **O Verdadeiro Poder**, 2009.

CAMPOS, Vicente Falconi. **TQC**: controle da qualidade total (no estilo japonês). Belo Horizonte: Fundação Christiano Ottoni, 1992.FDA.

Guide to Inspections of Validation of Cleaning Processes. Silver Spring: U.S. Food and Drug Administration, 1993.

FMEA. **Failure Mode and Effects Analysis**: AIAG & VDA Handbook (2019).

ICH. Q9(R1): **Quality Risk Management**. Geneva: ICH, 2023.

JURAN, Joseph M. **Juran on planning for quality**. New York: Free Press, 1990.