ESTUDO DE ESTABILIDADE DE GEL COM EXTRATO ALCÓOLICO DE BATATA E METABISSULFITO PARA APLICAÇÃO COSMÉTICA

Palavras-Chave: ESTABILIDADE, BATATA, METABISSULFITO

Autores(as):

ÍTALA LORRAYNE DA SILVA PEREIRA, FCF – UNICAMP

Prof(ª). Dr(ª). GISLAINE RICCI LEONARDI, FCF - UNICAMP

INTRODUÇÃO:

A batata inglesa (*Solanum tuberosum),* de acordo com a EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA E AGROPECUARIA-EMBRAPA (2025) é um caule subterrâneo, que segundo a literatura é rico em compostos antioxidantes e anti-inflamatórios, como ácidos fenólicos e ácido ascórbico, substâncias de interesse para a cosmetologia (SKAŁA et al., 2020; LANTERI et al., 2015). Já os hidrogéis são formulações capazes de reter água e liberar compostos bioativos (Iglesias et al., 2018), portanto são formulações muito promissoras para produção de cosméticos. Contudo, há riscos importantes de degradação por mecanismos de contaminação microbiana e reações indesejáveis, devido ao alto teor de água presente nos hidrogéis (ANVISA,2004), o que torna essencial o uso de conservantes.

Além disso, o metabissulfito de sódio é um conservante ja muito utilizado em produtos farmacêuticos e alimentícios por suas propriedades antioxidantes e antimicrobianas (Kim et al., 2020; Noorafshan et al., 2014). Em virtude dos dados citados anteriormente essa pesquisa possui o objetivo de avaliar as interferências do extrato etanoico da polpa da batata e do metabissulfito de sódio na estabilidade organoléptica e físico-química de hidrogéis de goma xantana.

METODOLOGIA:

Preparo das Amostras:

Antes da formulação dos hidrogéis utilizados neste experimento, foram realizados testes de preparação do gel controle utilizando diferentes porcentagens de goma xantana, 0,5%, 1%, 1,5% e 2%, e após a avaliação visual das consistências e testes de espalhabilidade dos hidrogeis a porcentagem de 1,5% foi escolhida.

Para a formulação do hidrogel controle foram pesados os componentes da fase A, aquosa, e da fase B, gelificante conforme as porcentagens da tabela 1. Posteriormente o EDTA dissódico foi dissolvido na água por agitação, após a completa dissolução do quelante, foi adicionado o conservante e também homogeneizado, as matérias primas forma adicionadas e diluídas separadamente para evitar que reagissem de forma descontrolada. De acordo com o manual Essential Chemistry for Formulators of Semisolid and Liquid Dosages é importante a adição de quelantes e conservantes para evitar a degradação e contaminação do gel.

Tabela 1- Concentração de cada matéria prima			
Fases	Matéria Prima	INCL NAME	Porcentagem
A	Água deionizada	Aqua	88,25%
A	EDTA dissódico	Disodium EDTA	0,05%
A	Cosmoguard MF-CP	Phenoxyethanol, Methylisothiazolinone, Aqua	0,20%
B	Propilenoglicol	Propylene Glycol	10%
B	Goma Xantana	Xanthan Gum	1,50%
C	Solução de NaOH(10%)	Sodium Hydroxide, Aqua	qsp
C	Ácido Cítrico	Citric Acid	qsp

Figura 1 – Tabela Inserida como Imagem

O propilenoglicol e a goma foram pesados individualmente e misturados formando uma pasta branca antes da junção com a fase aquosa, para evitar a formação de grumos. A fase A foi adicionada aos poucos na fase B, e a hidratação da fase gelificante, etapa que deve ocorrer na formulação segundo Butkeviciute et al. (2022) ocorreu por meio de agitação manual. Por último o pH da formulação foi ajustado, assim como previsto em estudos sobre a preparação de géis (KULKARNI; SHAW, 2016, p. 30; Butkeviciute et al. 2022).

Finalmente, o preparo dos hidrogéis das formulações com metabissulfito e extrato foi semelhante e incluiu a adição desses ativos na fase A. Na primeira etapa experimental

a concentração de extrato e metabissulfito de sódio testadas foram de 20 e 1%, respectivamente. Já na segunda etapa apenas o metabissulfito foi testado como ativo conservante nas concentrações de 0,25% e 1%.

Metodologia de Estabilidade:

As amostras foram submetidas a avaliações referentes às propriedades organolépticas, propriedades físico-químicas e estabilidade acelerada indicadas pelo Guia de Estabilidade de Cosméticos da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2004). Os parâmetros foram selecionados de acordo com a disponibilidade de equipamentos do local das avaliações, importância para a nossa pesquisa e de menor complexidade, portanto os parâmetros avaliados foram o aspecto, cor, odor e o valor do PH de cada amostra.

Para a realização dos testes de estabilidade no T (0), dia seguinte após a realização das formulações e no T (30), 30 dias depois da primeira análise, cada gel das quatro formulações apresentadas foi divido em quatro embalagens de vidro de 30g de capacidade, porque dois potes foram submetidos a exposição solar e o restante foi armazenado no laboratório, seguindo as instruções do Guia (ANVISA, 2004). Ademais duas amostras de cada variedade de gel estudadas foram colocadas sub as mesmas condições para analise após 30 dias, portanto realizamos o experimento em duplicata para garantir a reprodutividade e credibilidade nas análises, apesar da RDC 166/2017 recomendar análises em triplicata, optamos por realizá-las em duplicata para a otimização dos experimentos.

Aferição dos Resultados:

As amostras serão submetidas a avaliações referentes às propriedades organolépticas, propriedades físico-químicas e estabilidade acelerada (ANVISA, 2004) . A avaliação da cor e aspecto foi realizada de maneira visual, sendo que o ultimo também foi analisado pela manipulação dos géis com uma espátula. Os valores de PH foram determinados através de medições de PH no PHmetro, pela inserção direta da sonda do aparelho nos hidrogéis e o odor por analise olfativa.

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

As tabelas 2 e 3 abaixo mostram os resultados da primeira e segunda etapa experimental:

Tabela 2- Resultados da primeira etapa de testes de estabilidade dos geís																
Avaliação Organoléptica																
Resultado Obtido no T (30)																
Parâmetros	Ambiente								Sol							
	CA1	CA2	MA1	MA2	EA1	EA2	EMA1	EMA2	CS1	CS2	MS1	MS2	ES1	ES2	EMS1	EMS2
Aspecto	LA	LA	X	LA	N	N	LA	LA	LA	LA	LA	LA	N	N	LA	LA
Cor	N	N	X	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N
Odor	A	A	X	LA	N	N	LA	LA	A	A	LA	LA	LA	N	A	A
Avaliação Físico Química																
Valores de PH																
T (0)	6,1	6,03	X	6,04	6,11	6,12	6,07	6,04	6,08	6,05	6,02	6,02	6,12	6,16	5,86	5,91
T (30)	5,97	5,96	X	5,96	5,98	5,97	4,89	5,02	6	5,99	3,77	3,52	5,94	6,03	4,37	4,64

Figura 2 – Tabela Inserida como Imagem; Legenda das siglas dos hidrogéis: CA: Gel controle (ambiente); CS: Gel controle (sol);
MA: Gel com Metabissulfito 1% (ambiente); MS: Gel com metabissulfito 1% (sol);
EA: Gel com extrato de batata 20% (ambiente); ES: Gel com extrato de batata 20% (sol);
EMA: Gel com extrato 20% + metabissulfito 1% (ambiente); EMS: Gel com extrato 20% + metabissulfito 1% (sol).
Legenda das siglas dos parâmetros: N: Normal (sem alteração);
LA: Levemente alterado
A: Alterado.

Tabela 3- Resultados da segunda etapa de testes de estabilidade dos geís												
Avaliação Organoléptica												
Resultado Obtido no T (30)												
Parâmetros	Ambiente						Sol					
	CA1	CA2	MA1(0,25%)	MA2(0,25%)	MA1(1%)	MA2(1%)	CS1	CS2	MS1(0,25%)	MS2(0,25%)	MS1(1%)	MS2(1%)
Aspecto	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA	LA
Cor	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N	N
Odor	A	N	N	N	A	A	N	N	LA	N	A	A
Avaliação Físico Química												
Valores de PH												
T (0)	5,98	5,97	5,91	5,91	6	6	5,96	5,98	5,89	5,92	5,95	5,94
T (30)	6,01	5,94	3,88	3,84	5,27	5,16	5,97	5,96	3,25	3,54	4,03	4,09

Figura 3 – Tabela Inserida como Imagem; Legenda das siglas dos hidrogéis: CA: Gel controle (ambiente); CS: Gel controle (sol);
MA (0,25%): Gel com Metabissulfito 0,25% (ambiente); MS (0,25%): Gel com metabissulfito 0,25% (sol);
MA (1%): Gel com Metabissulfito 1% (ambiente); MS (1%): Gel com metabissulfito 1% (sol);
Legenda das siglas dos parâmetros: N: Normal (sem alteração);
LA: Levemente alterado
A: Alterado.

Os resultados observados nas tabelas 2 e 3 mostram que as amostras provenientes das formulações controle apresentaram uma satisfatória estabilidade global tanto as mantidas sob exposição solar como as armazenadas ao ambiente, protegidas da ação solar, uma vez que os valores de pH mantiveram-se estáveis com experimentais alterações mínimas e não houveram quaisquer mudanças na coloração das amostras, independente do modo de armazenamento, a última observação também foi notada nas demais amostras em ambas etapas, inclusive nos hidrogéis com ativos e expostos a ação solar. Segundo o estudo de Kasote et al. (2017), em que se realizou o monitoramento da estabilidade da curcumina encapsulada em hidrogéis por meio de alterações graduais na cor, a manutenção da cor é um indício de estabilidade.

Além disso as sutis alterações percebidas no aspecto visual como leve aumento na viscosidade e redução das bolhas de ar com o passar do tempo, são fatores que também demonstram estabilidade da formulação segundo trabalhos anteriores (OLIVEIRA MOLON et al., 2022; ZHANG et al., 2024). Enquanto as variações notadas nos odores de algumas amostras, caracterizadas pela liberação de notas associadas a goma xantana e o Cosmoguard MF-CP, são compatíveis com o comportamento de géis viscoelásticos, como os com goma xantana, pois essas formulações exercem retenção de compostos voláteis por difusão lenta, mas esses compostos podem escapar ao longo do tempo (Bylaite et al.2005).

Contudo, é importante destacar que de acordo com a literatura cientifica o odor é um atributo sensorial muito relevante em formulações cosméticas, portanto, alterações indesejadas podem impactar a adesão de consumidores Külkamp-Guerreiro et al. (2013).

Segundo dados da tabela 2, todas as amostras que continham apenas o extrato etanoico da polpa da batata como ativo assim como as amostras controle apresentaram pequenas mudanças nos valores de pH e não foram observadas variações no aspecto visual, pois a textura dos hidrogeís estavam idênticas tanto no T (0) quanto no T (30) e odor etanoico característico desse formulação não sofreu alterações na maioria das amostras em ambos os modos de armazenamento.

No entanto apesar desses dados sugerirem uma possível estabilidade eles devem ser analisados com cautela uma vez que a manutenção da consistência dos hidrogeís com extrato pode indicar uma estabilização precoce da matriz polimérica possivelmente promovida por compostos presentes no extrato e apesar dessa interferência não ter comprometido a estabilidade visual e físico-química das amostras, são necessários estudos mais extensos com análises reológicas mais detalhadas para investigar se a estabilização precoce da matriz polimérica é benéfica ou não a longo prazo. Ademais, é importante considerar que o odor do etanol residual do extrato pode ter mascarado outros odores mais sutis liberados pelas amostras, dessa forma interferindo na percepção de mudanças de odores, conforme já relatado na literatura (Wang e Cadwallader, 2024).

Ainda de acordo com os resultados expostos nas tabelas 2 e 3, houveram reduções nos valores de pH da maioria das formulações com metabissulfito de sódio, independente da concentração, armazenamento ou adição junto ao extrato, o que impactou negativamente na estabilidade físico-química das formulações, visto que a diminuição de uma unidade no valor do pH já pode reduzir a força e consistência de hidrogeís de goma xantana (ZHANG et al., 2020).

Uma possível explicação para a acidificação das amostras protegidas da radiação solar é a que a liberação de SO_2 pelo metabissulfito quando esse conservante está em ambientes úmidos de acordo com os estudos de DANTAS et al. (2022), pode ter causado a formação de ácido sulfuroso através da reações de SO_2 com a água presente nos hidrogeís promovendo a acidificação gradual das amostras. Somado a isso, a liberação de dióxido de enxofre, discutida anteriormente também justifica o aparecimento de um odor característico que foi observado em todas as amostras as quais possuíam metabissulfito, inclusive as que também continham o extrato etanoico da polpa da batata.

A análise dos valores de pH das duplicatas das amostras com a formulação a 0,25% de metabissulfito mostra uma redução mais acentuada em comparação aos valores das amostras controle e as que continham metabissulfito a 1%. Na literatura não foram encontrados estudos que relacionassem as baixas concentrações de metabissulfito com o aumento da acidez de formulações, mas os resultados obtidos nesta pesquisa sugerem que concentrações menores que 1% provocam reduções importantes no pH de geís aquosos de goma xantana por mecanismos desconhecidos.

No que tange ao aspecto visual, todas as amostras com metabissulfito em sua composição estavam mais consistentes e apresentavam redução marcante das bolhas de ar já no T (0) e ao final do experimento todas as formulações estavam com quantidade mínima ou nenhuma bolha de ar. Estudos indicam esses resultados observados são associados a uma estabilidade satisfatória dos géis (OLIVEIRA MOLON et al., 2022; ZHANG et al., 2024).

Os dados das tabelas 2 e 3 também demonstraram que a exposição solar não afetou de forma significativa as formulações controle e as que possuíam apenas o extrato como ativo. No entanto, foi observada maior acidificação de todas as amostras que continham metabissulfito de sódio tanto na primeira como na segunda etapa experimental. Essa redução mais intensa do pH dessas amostras pode ser explicada pela fotoativação de sulfitos e bissulfitos provenientes da dissolução do metabissulfito, que, segundo os estudos de Ye, Yang e Wu (2020) sobre os recentes avanços em reações de sulfonação usando metabissulfito de potássio/ sódio, gera radicais livres de enxofre altamente reativos sob radiação UV. De acordo com o trabalho de Cope et al. (2022) sobre a formação de radicais de enxofre a partir da irradiação troposférica de aerossóis de sulfato aquoso, esses radicais depois de formados promovem reações de oxidação no meio aquoso, aumentando a degradação de compostos e consequentemente a formação de substâncias ácidas, as quais acidificam o meio. Outra observação importante é que as reduções dos valores de pH das amostras com metabissulfito e extrato expostas ao sol foram menores, o que pode ser um indício de uma possível ação protetora dos compostos antioxidantes presentes no extrato.

CONCLUSÕES:

Em virtude dos resultados e discussões anteriores é possível concluir que as amostras da formulação controle, utilizada como base para os experimentos apresentaram uma estabilidade global satisfatória, inclusive sob exposição solar, assim como aquelas que possuíam apenas o extrato etanoico da polpa da batata como ativo. Além disso, os resultados indicaram uma leve ação estabilizadora do extrato nas amostras com extrato e metabissulfito expostas ao sol, o que reforça a promissora aplicação desse extrato em formulações cosméticas.

Contudo são necessários estudos reológicos mais longos e aprofundados para avaliar se a estabilização precoce da matriz polimérica promovida pelo extrato seria benéfica ou não em prazos superiores a 30 dias.

As amostras com metabissulfito de sódio, por sua vez, não apresentaram alterações visuais importantes, mas foram observadas acidificações acentuadas, principalmente nas que foram mantidas sob exposição solar e possuíam a menor concentração (0,25%), o que impactou negativamente a estabilidade físico-química. Logo, o uso desse ativo nos géis aquosos utilizados nesta pesquisa não foi vantajoso.

BIBLIOGRAFIA

ZHANG, J. et al. **Effect of pH on rheological and physicochemical properties of xanthan gum/locust bean gum gels*.*** ***Food Hydrocolloids***, [S. l.], v. 100, p. 105396, 2020. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2019.105396.

WANG, Z.; CADWALLADER, K. R. **Ethanol's Pharmacodynamic Effect on Odorant Detection in Distilled Spirits Models.** Beverages, [S. l.], v. 10, n. 4, art. 116, nov. 2024. DOI: 10.3390/beverages10040116.

DANTAS, B. C. et al. **Postharvest Conservation of 'BRS Nubia' Hybrid Table Grape Subjected to Field Ultra-Fast SO_2-Generating Pads before Packaging**. Horticulturae, v. 8, n. 285, 2022. DOI: 10.3390/horticulturae8040285.

ANVISA. **Guia de estabilidade de cosméticos — Agência Nacional de Vigilância Sanitária - Anvisa**. 2004. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/cosmeticos/manuais-e-guias/guia-de-estabilidade-de-cosmeticos.pdf/view>.

SKAŁA, Ewa; MAKOWCZYŃSKA, Joanna; WIECZFIŃSKA, Joanna; KOWALCZYK, Tomasz; SITAREK, Przemysław. **Caffeoylquinic Acids with Potential Biological Activity from Plant In vitro Cultures as Alternative Sources of Valuable Natural Products**. Current Pharmaceutical Design, v. 26, n. 24, p. 2817-2842, 2020. DOI: 10.2174/1381612826666200212115826.

LANTERI, M. et al. **Chlorogenic acid biosynthesis appears linked with suberin production in potato tuber (Solanum tuberosum L.).** *Journal of Experimental Botany*, v. 66, n. 10, p. 2891-2901, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1093/jxb/erv097.

KIM, YH; KIM, GH; YOON, KS; SHANKAR, S.; RHIM, JW **Atividades antibacterianas e antifúngicas comparativas de nanopartículas de enxofre revestidas com quitosana.** *Microbial Pathogenesis* , v. 144, p. 104178, 2020. DOI: 10.1016/j.micpath.2020.104178.

Iglesias, N.; Galbis, E.; Valencia, C.; de-Paz, M.-V.; Galbis, J.A. **Reversible pH-Sensitive Chitosan-Based Hydrogels**. *Polymers* 2018, *10*, 392. https://www.mdpi.com/2073-4360/10/4/392DOI**:** 10.3390/polym10040392

NOORAFSHAN, A.; ASADI-GOLSHAN, R.; MONJEZI, S.; KARBALAY-DOUST, S. **Sodium metabisulphite, a preservative agent, decreases the heart capillary volume and length, and curcumin, the main component of *Curcuma longa*, cannot protect it**. *Folia Biologica (Praha)*, v. 60, p. 275-280, 2014.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA (EMBRAPA). **Batata: origem e botânica.** [S. l.], [2025]. Disponível em: < https://www.embrapa.br/hortalicas/batata/origem-e-botanica >.

BUTKEVICIUTE, A.; RAMANAUSKIENE, K.; JANULIS, V. **Formulation of Gels and Emulgels with *Malus domestica Borkh.*: Apple Extracts and Their Biopharmaceutical Evaluation In Vitro**. *Antioxidants*, v. 11, n. 373, p. 1-17, 2022. DOI: 10.3390/antiox11020373.

BRASIL. **Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Resolução da Diretoria Colegiada – RDC nº 166, de 24 de julho de 2017**. Dispõe sobre a validação de métodos analíticos. *Diário Oficial da União: seção 1*, Brasília, DF, p. 32-35, 25 jul. 2017. Disponível em: https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/20348781.

KULKARNI, V. S.; SHAW, C. **Formulating Creams, Gels, Lotions, and Suspensions. In: Essential Chemistry for Formulators of Semisolid and Liquid Dosages**. Elsevier Inc., 2016. p. 29-41. DOI: 10.1016/B978-0-12-801024-2.00004-2.

KASOTE, D. M. et al. **Stability of curcumin encapsulated in a hydrogel-based system: Impact of structure and environmental stress conditions.** *Food Research International*, v. 100, p. 204–211, 2017. DOI: https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.07.027.

ZHANG, P. et al. **Enhancing stability and odor control of water-based foam for pesticide site restoration using xanthan gum**. Process Safety and Environmental Protection, v. 185, p. 660–669, 2024. DOI: https://doi.org/10.1016/j.psep.2024.03.038.

BYLAITE, E.; ADAMS, A.; DE KIMPE, N. **Effect of xanthan on flavor release from thickened viscous food model systems**. Food Hydrocolloids, v. 19, n. 1, p. 143–153, 2005. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2004.05.003.

OLIVEIRA MOLON, B. de et al**. Preparation and characterization of hydrogel from deacetylated xanthan gum produced by Xanthomonas arboricola pv pruni 106**. Journal of Applied Polymer Science, v. 140, n. 8, 2023. DOI: https://doi.org/10.1002/app.53526.
ZHANG, P. et al**. Enhancing stability and odor control of water-based foam for pesticide site restoration using xanthan gum**. Process Safety and Environmental Protection, v. 185, p. 660–669, 2024. DOI: https://doi.org/10.1016/j.psep.2024.03.038.
KÜLKAMP-GUERREIRO, I. C. et al**. Influence of nanoencapsulation on the sensory properties of cosmetic formulations containing lipoic acid.** International Journal of Cosmetic Science, v. 35, n. 1, p. 105-111, fev. 2013.
COPE, K. R. et al. **Sulfur radical formation from the tropospheric irradiation of aqueous sulfate aerosols**. Nature Communications, London, v. 13, n. 1, p. 1-10, 2022.
YE, J.; YANG, Y.; WU, H. **Recent advances in sulfonylation reactions using potassium/sodium metabisulfite**. Current Organic Chemistry, v. 24, n. 4, p. 385-408, 2020.