



引用格式:樊凯奇,王晓波,刘邦,等. 高效保湿霜的制备及保湿性能研究[J]. 轻工学报, 2019,34(4):37-42.

中图分类号:TQ658.2;TS974 文献标识码:A

DOI:10.3969/j.issn.2096-1553.2019.04.006

文章编号:2096-1553(2019)04-0037-06

高效保湿霜的制备及保湿性能研究

Study on preparation and moisture performance of highly effective moisturizing cream

樊凯奇¹, 王晓波², 刘邦¹, 杨历金¹, 陈鹏¹, 沈宇思¹, 余述燕¹,
尹志刚¹

FAN Kaiqi¹, WANG Xiaobo², LIU Bang¹, YANG Lijin¹, CHEN Peng¹, SHEN Yusi¹,
YU Shuyan¹, YIN Zhigang¹

1. 郑州轻工业大学 材料与化学工程学院, 河南 郑州 450001;

2. 郑州轻工业大学 学报编辑部, 河南 郑州 450001

1. College of Materials and Chemical Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

2. Editorial Department of Journal, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China

摘要:选择神经酰胺作为保湿剂,以165单甘脂和MONTANOV 68为复合乳化剂、S-305为助乳化剂,制备一款具有高效保湿效果的保湿霜。通过正交试验对乳化体系中乳化剂的用量和配比进行选择,并对保湿霜的稳定性和使用效果进行评价。结果表明:当复合乳化剂用量为5%,165单甘脂与MONTANOV 68的质量比为2:1,S-305的质量分数为0.6%时,所得保湿霜稳定性最好。在恒温恒湿的环境下,当神经酰胺加入量为2.5%时,保湿霜具有很好的保湿效果,在涂抹15 min后,皮肤水分增长率为74.47%,在120 min内皮肤水分增长率保持在50%以上。与两种市售产品相比,该方法所选最佳配方制得的保湿霜在吸收效果、涂展性、滋润效果、细腻感等方面均有较好的效果,其总评效果与市售产品一致。

关键词:

高效保湿霜;稳定性;
保湿效果;神经酰胺

Key words:

highly effective
moisturizing cream;
stability; moisturizing
effect; ceramide

收稿日期:2019-05-21

基金项目:国家自然科学基金项目(21606211);郑州轻工业学院博士基金项目(2014BSJJ061)

作者简介:樊凯奇(1985—),男,山西省运城市人,郑州轻工业大学讲师,博士,主要研究方向为复合型凝胶软材料及功能性化妆品原料的开发与应用。

通信作者:尹志刚(1965—),男,河南省禹州市人,郑州轻工业大学教授,博士,主要研究方向为有机中间体合成及其功能化研究、环保染料及化妆品配方设计与安全评价。

Abstract: Choosing ceramide as a moisturizer, using 165 monoglyceride and MONTANOV 68 as a composite emulsifier and S-305 as a co-emulsifier, a moisturizing cream with high moisturizing effect was prepared. The amount and proportion of the emulsifier in the emulsion system were selected by orthogonal test, and the stability and using effect of the moisturizing cream were evaluated. The results showed that when the dosage of composite emulsifier was 5%, the mass ratio of 165 monoglyceride to MONTANOV 68 was 2 : 1, and the mass fraction of S-305 was 0.6%, the obtained moisturizing cream had the best stability; In the environment of constant temperature and humidity, when the amount of ceramide added was 2.5%, the moisturizing cream had a good moisturizing effect. After 15 minutes of application, the skin moisture growth rate was 74.47%, and the skin moisture growth rate remained above 50% in 120 minutes. Compared with the two products sold in the market, the moisturizing cream which made from the best formula selected by this method had a good effect in terms of absorption effect, spreadability, moisturizing effect, and delicate feeling, and the overall evaluation effect was consistent with the commercially available product.

0 引言

众所周知,健康肌肤呈现光亮、滋润、弹性等特性,这与皮肤的保湿系统有着密切关系.当肌肤长时间处于干燥缺水状态时,肌肤角质层就会变脆,极易导致肌肤敏感、异位性皮炎、干燥性湿疹等一系列肌肤病的发生^[1-3].无论男女老少,在寒冷干燥的冬天,肌肤都会出现不同程度的干裂,这是因为寒冷天气常常引起大气露点下降,此时水分子极易从肌肤表面蒸发,当最外层角质层水分挥发后,内层的水分就会向外扩散以补偿角质层的水分损失,最终导致皮肤干燥、皲裂^[4-7].因此,做好皮肤补水保湿这一基础程序,能够延缓皮肤衰老、恢复皮肤的屏障功能、增强肌肤弹性、减少生成皱纹和色斑、维持肌肤美观等.保湿一直是消费者关注的重点之一.对于护肤产品开发人员来说,提高产品保湿能力应成为其所有开发工作的重心和立足点.

传统的皮肤保湿方案通常是利用保湿剂的外源性来补充角质层所缺失的水分.这类保湿剂主要包括甘油、吡咯烷酮羧酸钠、水合凝胶、透明质酸及其衍生物等,它们可以快速提高皮肤最外层角质层的补水和锁水功能,收到快速保湿的功效^[8-9].然而这类物质并不能从根本上改善和修复皮肤屏障,实现长效保湿.只有真

正了解皮肤角质层的组成和皮肤屏障的形成过程,针对存在问题的“靶点”采取相关措施,使它健康表达,才能在真正意义上改善和修复皮肤屏障,收到长效保湿的功效^[10].

皮肤角质层是由角质细胞和薄层脂质组成的,而神经酰胺约占角质层脂质总质量的50%,它在人体表皮角质层中结构稳定并在保湿系统中起重要作用^[11].神经酰胺结构中包含亲水性的酰胺基团和疏水性的鞘氨醇长链脂肪酸,可通过分子间非共价键作用力构成更为紧密堆叠的脂质结构,使其具有良好的保水作用.另外,神经酰胺还能够促进丝聚合蛋白的表达水平,即当丝聚合蛋白原进入皮肤的角质层后,经过酶水解可转化为亲水性的多羧酸类物质,产生非常优良的保湿功效.拉娃拉·巴扎尔等^[11-12]研究发现,神经酰胺具有促进营养物质渗透、易被皮肤吸收等特性,是一种优质的长效保湿剂,其保湿功效是透明质酸的16倍.目前,含有神经酰胺的新型高级化妆品已有相关报道^[12],如保湿口红、唇膏、眼影等,然而将神经酰胺应用于护肤类膏霜则鲜有报道,且有关神经酰胺的用量与保湿功效之间的关系仍需进一步探讨.鉴于此,本文拟设计一款含神经酰胺的高效保湿霜,并对其稳定性、保湿效果和综合使用效果进行评价,以期为该类保湿化妆品的开

发提供实验基础.

1 材料与amp;方法

1.1 主要试剂与仪器

主要原料:卡波姆(CP),美国 Lubrizol 公司产;黄原胶(CP),美国 CPKelco 公司产;透明质酸钠(CP),山东福瑞达医药集团公司产;甘油(AR),广州市西陆化工有限公司产;1,3-丁二醇(AR),广州市昊毅化工有限公司产;尿囊素(CP),荷兰 AKzoNobel 公司产;尼泊金甲酯(AR)、尼泊金丙酯(AR)、EDTA-2Na(AR), CLARIANT(中国)有限公司产;三乙醇胺(AR)、鲸蜡硬脂醇(CP),德国 BASF 公司产;硬脂酸(AR),马来西亚 Emery 公司产;植物甾醇类(CP),淮北悠然生物科技有限公司产;聚二甲基硅氧烷(CP),富泽化工有限公司产;棕榈酸乙基己酯(CP),益海嘉里食品工业有限公司产;乳木果油(CP),瑞典 AAK 集团产;霍霍巴油(CP),Vantage 产;165 单甘脂(CP)、MONTANOV 68(CP)、S-305(CP),法国 SEPPIC 公司产;神经酰胺(CP),德国赢创工业集团产;PE9010(CP),德国舒美有限公司产;香精,广州名花香料有限公司产.

主要设备:HL71-SGX500 封闭式高剪切乳化机,上海尚贵流体设备有限公司产;HH-S6/ZK6 电热恒温水浴锅,巩义市予华仪器有限责任公司产;DHG 电热恒温鼓风干燥箱,上海精宏实验设备有限公司产;PX124ZH 电子分析天平,奥豪斯仪器(上海)有限公司产;TDL-80-2B 台式离心机,上海安亭科学仪器厂产;XP-202 偏光显微镜,上海万衡精密仪器有限公司产.

1.2 实验方法

1.2.1 正交试验的设计 在基础配方基础上,为了确定膏霜中乳化剂的种类和用量,拟将 165 单甘脂与 MONTANOV 68 按照一定的比例

进行复合,作为复合型乳化剂,将 S-305 作为助乳化剂,设计三因素三水平正交试验(见表 1),以确定保湿霜中乳化剂的种类和适宜用量.

表 1 正交试验 $L_9(3^3)$ 因素水平表

Table 1 Orthogonal test $L_9(3^3)$ factor level table

水平	因素		
	A(复合型乳化剂质量分数)/%	B(165 单甘脂与 MONTANOV 68 的质量比)	C(助乳化剂的质量分数)/%
1	3	2 : 1	0.3
2	4	2 : 2	0.6
3	5	2 : 3	0.9

1.2.2 保湿霜的制备工艺 根据所选原料的特点,结合乳化工艺的要求,设计了以下工艺路线:

1)将卡波 940 分散于去离子水中,搅拌分散至无颗粒,加入用甘油分散好的透明质酸钠和汉生胶,搅拌均匀后加入 A 相(水相)其他原料,升温至 80 ~ 85 °C,保温 15 min,备用;

2)将 B 相(油相)原料加热至 75 ~ 80 °C,混合均匀,保温 10 min,备用;

3)将步骤 2)中所得 B 相加入步骤 1)所得 A 相中,3000 r/min 下均质 3 min,冷却至 60 °C;加入助乳化剂 S-305 和三乙醇胺,冷却至 45 °C;加入 D 相原料(防腐剂、神经酰胺、香精等),再冷却至室温,得保湿霜;待检测.

1.2.3 保湿霜的稳定性评价方法 1)冷热交替实验:将样品放置在 -15 °C 的冰箱中,24 h 后放置在 45 °C 烘箱中,观察保湿霜状态,重复 5 次实验,样品未出现油水分层、渗油或变色等现象时加 1 分,最高为 5 分.

2)离心稳定性测试:将样品置于离心机中,以 3000 r/min 离心 30 min,观察保湿霜稳定性,若稳定记为 5 分,若不稳定记 0 分.

3)固含量测定:在离心实验的基础上进行测定,在距离心管上层和下层液面各 1 cm 处取 2 g(精确至 0.001 g)样品.测定固含量,比较上

下两层的差异:差异小于1%记为5分;差异在1%~2%范围内记为4分;差异在2%~3%范围内记为3分;差异在3%~4%范围内记为2分;差异在4%~5%范围内记为1分;差异大于5%记为0分.计算公式如下:

$$\text{差异} = \frac{\text{固}_上 - \text{固}_下}{\text{固}_上 + \text{固}_下} \times 100\%$$

4) 粒径情况表征:利用偏光显微镜查看保湿霜的粒径大小和均匀度,粒径小且均匀记5分;粒径小但不均匀和粒径大但均匀计3分;粒径大且不均匀记0分.

1.2.4 保湿霜的保湿功效评价方法 保湿霜的保湿功效评价主要通过皮肤水分测试仪进行测量,计算出皮肤水分含量增长率.具体方法为:在保湿霜中分别加入质量分数为0.0%, 1.5%, 2.0%, 2.5%, 3.0%的神经酰胺,制得样品1—样品5,分别涂抹于测试者前臂内侧(取5 cm × 5 cm的区域,按2 mg/cm²进行涂抹),计算公式为

$$\varphi = \frac{MMV_t - MMV_0}{MMV_0}$$

式中, φ 为皮肤水分含量增长率; MMV_0 为涂抹前皮肤的含水量; MMV_t 为涂抹后 t 时段皮肤的含水量.

1.2.5 保湿霜的使用效果评价方法 由20名志愿者进行试用,从吸收效果、涂展性、滋润效果、细腻感、黏稠度、粘起感6个方面对保湿霜的使用效果进行评价.

2 结果与讨论

2.1 保湿霜基本配方的确定

油脂是膏霜的重要组成部分,通过前期的预实验,笔者发现,油脂可以赋予产品黏稠度,还可以影响产品的涂展性.在进行配方设计时,要选择稳定性高、匹配性能好的油脂;考虑到皮肤具有敏感性,一些对皮肤有刺激性和过敏性的油脂不应加入到配方中.本文主要选择植物

性油脂,如霍霍巴油、乳木果油等,它们来源于植物种子和果实,是天然成分,对皮肤有良好的保护作用.从稳定性和刺激性方面考虑,本文选择了一些性能优良的合成油脂进行搭配使用,如鲸蜡硬脂醇、聚二甲基硅氧烷、棕榈酸乙基己酯等.上述合成油脂化学稳定性高,使用感极佳,对皮肤有较好的亲和性,不会引起过敏和刺激,并能加速配方中其他活性成分向皮肤中渗透,是良好的润肤剂.基于此,结合相关文献^[13-14],初步拟定保湿霜基本配方,见表2.

2.2 正交试验结果与极差分析

表3为正交试验结果表.由表3可知,通过极差分析得出影响保湿霜稳定性的因素依次为 $A > C > B$,即复合乳化剂的质量分数是影响保湿霜稳定性的最显著因素,复合乳化剂的配比

表2 保湿霜基本配方表

Table 2 Basic formula of moisturizing cream

相别	编号	化学名称	质量分数/%
A 相	1	水	余量
	2	卡波姆	0.20
	3	黄原胶	0.12
	4	透明质酸钠	0.05
	5	甘油	5.00
	6	1,3-丁二醇	3.00
	7	尿囊素	0.10
	8	EDTA-2Na	0.03
B 相	9	鲸蜡硬脂醇	1.00
	10	硬脂酸	1.00
	11	165 单甘脂	1.20~3.33
	12	植物甾醇类	0.50
	13	聚二甲基硅氧烷	2.00
	14	棕榈酸乙基己酯	6.00
	15	乳木果油	2.00
C 相	16	霍霍巴油	5.00
	17	MONTANOV 68	1.00~3.00
	20	S-305	0.30~0.90
	22	三乙醇胺	0.20
	18	尼泊金甲酯	0.20
D 相	19	尼泊金丙酯	0.10
	23	PE9010	0.20
	21	神经酰胺	2.00
	24	香精	0.10

其次,助乳化剂的质量分数对乳化体系稳定性的影响最小,最优方案为 $A_3B_1C_2$:复合乳化剂的质量分数为 5%;165 单甘脂和 MONTANOV 68 的质量比为 2 : 1;S-305 的质量分数为 0.6%.

2.3 保湿霜的保湿功效评价分析

使用不同样品后 120 min 内皮肤水分含量增长率变化情况如图 1 所示.

表 3 正交试验结果表

Table 3 Orthogonal test results table

试验号	因素			冷热 /分	离心 /分	固含量 /分	粒径 /分	综合评分
	A	B	C					
1	1	1	1	5	5	1	5	16
2	1	2	3	5	5	0	3	13
3	1	3	2	5	5	3	3	16
4	2	1	2	5	5	4	3	17
5	2	2	1	5	5	0	5	15
6	2	3	3	5	5	4	3	17
7	3	1	3	5	5	3	5	18
8	3	2	2	5	5	2	5	17
9	3	3	1	5	5	3	3	16
K_1	45	51	47					
K_2	49	45	50					
K_3	50	49	48					
R	5	2	3					
最优水平	A_3	B_1	C_2					

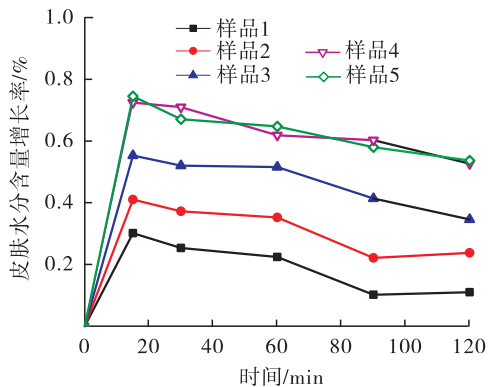


图 1 使用不同样品后的皮肤水分含量增长率变化曲线

Fig. 1 Growth rate of skin moisture content of different samples

从图 1 可以看出,皮肤涂抹样品 1 后,随着时间的延长,皮肤水分含量增长率有一定升高,这是由于样品 1 中的水和其他保湿剂(如甘油等)对皮肤也具有一定的保湿作用.而含有神经酰胺的其他样品(样品 2—样品 5)对皮肤的含水量均具有明显影响,皮肤涂抹后水分含量增长率明显提升,虽然随着涂抹时间的延长,皮肤水分含量增长率均有所下降,但仍有较好的保湿效果.当神经酰胺的加入量为 2.5% 和 3.0% (即样品 4 和样品 5)时,对皮肤的保湿效果很好,在涂抹 15 min 后,皮肤水分含量增长率分别为 72.44% 和 74.47%,在 120 min 内皮肤含水量增长率均保持在 50% 以上.这表明,随着神经酰胺加入量的增大,保湿霜的皮肤水分含量增长率逐渐增大,其保湿效果明显提高.但当神经酰胺的加入量超过 2.5% 时,皮肤水分含量增长率基本保持不变,保湿效果维持稳定,因此神经酰胺的最适宜添加量选择为 2.5%.

2.4 保湿霜的使用效果评价

挑选 20 名志愿者分别试用样品 4,市售产品 1 和市售产品 2 后,从吸收效果、涂展性、滋润效果、细腻感、黏稠度、粘起感 6 个方面进行反馈和评分,结果如图 2 所示.

从图 2 可以看出,与两款市售产品相比,样品 4 虽然在黏稠度和粘起感方面评价略差于市场产品,但在吸收效果、涂展性、滋润效果、细腻感 4 个方面有较好的效果,样品 4 的总评效果

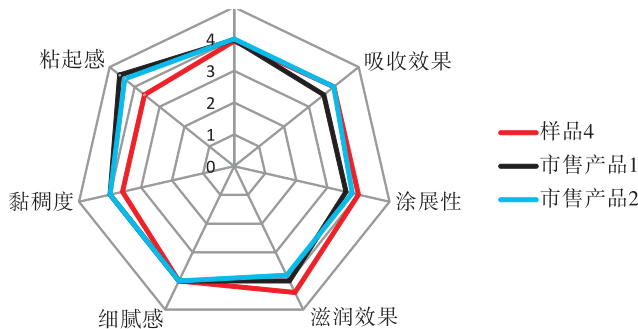


图 2 保湿霜的肤感评价图

Fig. 2 Skin texture evaluation of moisturizing cream

与市售产品一致。

3 结论

本文在基本配方的基础上,通过正交试验对保湿霜中乳化剂的用量和比例进行选择。在棕榈酸乙基己酯、乳木果油、霍霍巴油和聚二甲硅氧烷为主的油相体系中,复合型乳化剂 165 单甘脂和 MONTANOV 68 的用量为 5% 且质量比为 2 : 1, 助乳化剂 S-305 的质量分数为 0.6% 时,所制备的保湿霜稳定性最好。随后通过皮肤水分增长率来考察保湿霜的保湿效果,结果表明,在恒温恒湿的环境下,当神经酰胺加入量为 2.5% 时,该款保湿霜具有很好的保湿效果,在涂抹 15 min 后,皮肤水分增长率为 74.47%,在 120 min 内皮肤水分增长率保持在 50% 以上。与市售产品相比,该保湿霜在吸收效果、涂展性、滋润效果、细腻感等方面均有较好的效果,其总评效果与市售产品一致。

通过研究神经酰胺的用量与其保湿功效之间的关系,不仅确定了神经酰胺在膏霜类产品中的较优用量,而且也为新型保湿类化妆品提供了实验依据。该结果对于同类产品的研究具有重要的参考价值。

参考文献:

- [1] 孟潇. 高效保湿霜配方设计及其保湿性能研究[J]. 香料香精化妆品, 2015(4): 63.
- [2] 华薇, 李利. 皮肤角质层含水量的电学法测量[J]. 中国皮肤性病杂志, 2015(3): 314.
- [3] 辛淑君, 刘之力, 史月君, 等. 我国正常人皮肤表面皮脂和水分含量的研究[J]. 临床皮肤科杂志, 2007, 36(3): 131.
- [4] 桂雨豪, 孟潇, 梁绮梅, 等. 几种常用保湿剂的保湿性能研究[J]. 日用化学品科学, 2017, 40(10): 22.
- [5] 徐佩佩. 乳化剂和助剂对乳化体系稳定性影响的研究[J]. 日用化妆品科学, 2014, 37(6): 22.
- [6] 任智, 陈志荣, 吕德伟. 非离子活性剂乳液稳定性 HLB 规则研究[J]. 浙江大学学报(工学版), 2001, 35(5): 471.
- [7] 严珩志, 钟掘. 乳液稳定性与其相关因素的关系[J]. 合成润滑材料, 1997, 32(4): 159.
- [8] 董银卯, 邱显荣, 刘永国, 等. 化妆品配方设计 6 步[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009.
- [9] 冉国侠. 化妆品评价方法[M]. 北京: 中国纺织出版社, 2011.
- [10] CALIXTO L S, MAIA C P. Physical-mechanical characterization of cosmetic formulations and correlation between instrumental measurements and sensorial properties[J]. International Journal of Cosmetic Science, 2017, 39(5): 527.
- [11] 拉娃拉·巴扎尔. 保湿产品功效检测方法的评价[D]. 北京: 中国医学科学院皮肤病研究院, 2012.
- [12] 蒲云峰, 张伟敏, 钟耕. 神经酰胺功能和应用[J]. 粮食与油脂, 2005(7): 14.
- [13] 陈启明, 陈金芳, 李娜. 鲟鱼软骨素保湿霜的制备及保湿性评价[J]. 化学与生物工程, 2007, 24(5): 67.
- [14] 郑永军, 杜国丰, 刘辰锶, 等. 海蜇胶原蛋白保湿霜的研制[J]. 山东化工, 2017(24): 15.