



DOI:10.13364/j.issn.1672-6510.20170146

抗氧化润肤霜的制备及其性能研究

杨沛丽, 郭丽梅

(天津科技大学化工与材料学院, 天津 300457)

摘要: 在基质配方的基础上,通过添加葡萄籽油、小麦胚芽油、VE、葫芦巴浸膏、葫芦巴多糖溶液,制备出具有保湿、抗氧化功效的润肤霜。研究复配抗氧化活性组分的配比及不同添加量的膏霜对自由基清除率和过氧化值的影响,测定其抗氧化性、保湿性以及感官和理化指标。研究表明:膏体对 $ABTS^{+}$ 、 $\cdot OH$ 、 $O_2\cdot$ 自由基的清除率分别为 49.7%、59.7%、73.2%;在 25 °C 下,相对湿度分别为 43% 和 81% 的环境中放置 1 h 后的保湿率分别为 -1.37% 和 -1.13%;抗氧化润肤霜的感官和理化指标符合我国润肤霜行业标准 QB/T 1857—2013 的要求,并且涂抹后清爽、安全无刺激。

关键词: 保湿; 抗氧化; 润肤霜

中图分类号: TQ658.2⁺9 文献标志码: A 文章编号: 1672-6510(2019)02-0045-05

Preparation and Properties of Antioxidant Moisturizing Cream

YANG Peili, GUO Limei

(College of Chemical Engineering and Materials Science, Tianjin University of Science & Technology,
Tianjin 300457, China)

Abstract: On the basis of the matrix formula, an antioxidant moisturizing cream was prepared by adding multiple active ingredients including grape seed oil, wheat germ oil, VE, fenugreek concrete, and fenugreek polysaccharide solution. The influence of the ratio of antioxidant activity components and their amounts in the formula on the free radical scavenging rate and peroxide value of the cream were investigated. The efficacy of the antioxidant, moisturizing, sensory, physical & chemical characters of the cream were determined. The results indicated that the scavenging rates of $ABTS^{+}$, $\cdot OH$ and $O_2\cdot$ free radicals were 49.7%, 59.7% and 73.2%, respectively. Its moisture retention rates were -1.37% and -1.13% under relative humidity of 43% and 81% for 12 h and at 25 °C. The sensory, physical and chemical characters of the cream are all in line with the requirements of chinese industrial standards for skin care cream QB/T 1857—2013. It is refreshing, safe and without any irritation.

Key words: moisturizing; antioxidant; cream

人面部皮肤长期暴露于空气中,同时又受阳光照射等环境影响,容易出现干燥、缺水的状态,最终导致衰老^[1]。衰老是生命过程的必然规律,这是每一个生命体都无法避免的,随着年龄的增长,皮肤老化的速度会加快,皮肤缺乏光泽、色素过量沉积,开始出现皱纹、色斑、老年斑^[2]。因此,为了延缓衰老、保持皮肤弹性,需要对皮肤进行必要的保护和修复。自由基是导致皮肤衰老的主要因素之一,过多自由基的积累会破坏生物大分子,引起机体的损伤从而导致衰

老,清除过量的自由基成为抵抗衰老的重要手段之一^[3];同时皮肤的角质层含水丰富,可以有效防止皮肤干燥、粗糙、细纹的产生,保湿也是抗衰老的重要手段之一^[4]。

针对干性皮肤出现的问题,我们研制了一款适合于干性皮肤者使用的润肤霜,它具有保湿和抗氧化功效。其配方中添加了保湿活性组分、抗氧化活性组分和植物油,能够滋润皮肤、保持皮肤水分、清除自由基、延缓皮肤衰老。

收稿日期: 2017-05-23; 修回日期: 2017-10-24

作者简介: 杨沛丽(1993—),女,云南人,硕士研究生;通信作者: 郭丽梅,教授, glmei@tust.edu.cn

1 材料与方法

1.1 原料与仪器

单硬脂酸甘油酯(MSG)、鲸蜡醇(C₁₆醇)、辛酸/癸酸甘油酯(GTCC)、棕榈酸乙基己酯(EHP)、甜杏仁油、荷荷巴油、二甲基硅油、聚乙二醇-400(PEG-400)、1,3-丙二醇、甘油、吡咯烷酮羧酸钠(PCANa)、甜菜碱(CAB)、蔗糖酯-15(AE-15)、山梨醇、葡萄籽油、维生素E(VE)、小麦胚芽油、尼泊金甲酯、尼泊金丙酯、苯氧乙醇,化妆品级.去胶葫芦巴粉末(中石油廊坊分院),2,2'-联氮双(3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸)二铵盐(ABTS)、二丁基羟基甲苯(BHT)、三羟甲基氨基甲烷、盐酸、邻苯三酚、水杨酸、硫酸亚铁、过氧化氢(体积分数30%),分析纯.

FA2004 N型电子天平,上海精密科学仪器有限公司;TDA-8002型水浴锅,天津市中环实验电炉有限公司;UV-VI8500RE-52型分光光度计,上海天美科学仪器有限公司;DH-101-0型电热鼓风干燥箱,天津市实验仪器厂;BCD-174型冰箱,天津市盛邦科学仪器技术公司;ES2600型皮肤分析系统,北京伊丽美科技有限公司.

1.2 葫芦巴浸膏及多糖溶液的制备

按文献[5]方法,按照1:20的质量比向去胶葫芦巴粉末中加入体积分数75%的乙醇,在70℃下浸泡搅拌提取2h,过滤,将滤渣烘干,将滤液旋蒸浓缩至10mL,制得葫芦巴浸膏(固含量40%);将滤渣按照1:20的质量比加入蒸馏水,在45℃下浸泡搅拌提取2h,过滤,将滤液旋蒸浓缩至50mL,制得葫芦巴多糖溶液(多糖质量分数2%).

1.3 抗氧化润肤霜的基质配方

在多次实验的基础上,确定了抗氧化润肤霜的基质配方(以质量分数计).

A相:MSG 4.0%、C₁₆醇 1.0%、GTCC 1.5%、EHP 2.5%、甜杏仁油 2.0%、荷荷巴油 0.6%、二甲基硅油 2.0%、AE-15 1.0%、尼泊金甲酯 0.05%、尼泊金丙酯 0.15%、苯氧乙醇 0.1%.

B相:1,3-丙二醇 4.0%、PCANa 2.0%、山梨醇 4.0%、甘油 4.0%、PEG-400 2.0%、CAB 1.0%;去离子水,余量.

1.4 性能测试

1.4.1 抗氧化能力测试

参照文献[6]方法对样品进行预处理:取2g样品于试管中,加入2mL辛酸-2消泡剂,20mL过氧化

氢,激烈振摇,静置过夜后过滤,滤液待测.参照文献[7]的方法对ABTS⁺清除率进行测定;参照文献[8]的方法对·OH清除率进行测定;参照文献[9]的方法对O₂⁻清除率进行测定.参照文献[10-11]的方法对过氧化值进行测定.

1.4.2 抗氧化润肤霜的性能测试

感官性能测试:取样品在室温下目测观察其是否细腻,色泽是否光亮,是否有特殊气味.

pH测试:称取样品1份,加入质量为样品质量10倍的去离子水,加热至40℃,并不断搅拌至均匀,冷却至室温,用校正好的pH计测定.

耐热耐寒测试:取2份样品,将其分别置于40℃烘箱及-10℃的冰箱中,24h后取出恢复至室温,观察是否有油水分离现象.

保湿率测试:称取一定质量样品,置于直径为3cm的培养皿中,室温下在相对湿度为43%和81%的环境中放置12h,每隔2h测定一次,记录其质量变化,按式(1)计算保湿率^[12].

$$\text{保湿率} = \frac{m_n - m_0}{m_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中: m_n 为第 n 小时样品的质量,g; m_0 为放置前样品质量,g.

1.4.3 皮肤试用实验

安全性测试:选择50名,年龄为20~45岁的志愿者作为受试对象,在其左臂处选取约 $r = 1.5$ cm的区域,清洁后将抗氧化霜均匀涂抹,每天1次,12h后观察皮肤反应,连续试验7d.

长期试用测试:选择50名,年龄为20~45岁的志愿者作为受试对象,每天早晚洁面后各使用1次抗氧化霜,持续90d,每隔15d用ES2600型皮肤分析系统测定面部皮肤的情况.

2 结果与讨论

2.1 抗氧化活性组分的筛选及对自由基清除能力

2.1.1 抗氧化活性组分的筛选

葫芦巴中的多糖具有保湿和杀菌^[13-14]等多重功效;浸膏中的黄酮、生物碱和多酚,具有酚羟基结构.酚羟基能与自由基反应生成半醌式结构,随着酚羟基的增加,抗氧化活性增强,同时由于邻二酚羟基自由基共振形成邻苯醌结构,致使内能降低,增强了多酚化合物的抗氧化活性,能有效清除自由基,起到抗氧化的作用^[15].葡萄籽油中的原花青素能与自由基结合,有效清除自由基,同时原花青素具有美白、

润肤等多重功效^[16]。小麦胚芽油中含有丰富的 VE, 具有抗氧化、促进人体代谢、预防高血压等作用。VE 能与活泼的自由基发生反应, 使脂质过氧化转化为羟脂^[17]。

以葡萄籽油、小麦胚芽油、VE、葫芦巴浸膏、葫芦巴多糖为抗氧化活性组分, 按照不同比例添加到膏体中, 添加比例见表 1(A1—A7 为样品编号, A7 作为对照)。抗氧化活性组分对润肤霜清除自由基的影响见表 2。

表 1 抗氧化活性组分组成及添加量

Tab. 1 Antioxidant activity components and additions

活性组分	w/%						
	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7
小麦胚芽油	0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0
葡萄籽油	0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0
VE	0	0	0.5	0	0	0.5	0
葫芦巴多糖	0	0	0	2.0	2.0	2.0	0
葫芦巴浸膏	0	0	0	0	2.0	2.0	0
BHT	0	0	0	0	0	0	1.0

表 2 抗氧化活性组分对润肤霜清除自由基的影响

Tab. 2 Effect of antioxidant activity components on free radical scavenging of the cream

样品编号	清除率/%		
	ABTS ⁺ ·	·OH	O ₂ ⁻ ·
A1	5.3	8.2	10.5
A2	12.1	11.9	19.4
A3	80.1	51.0	32.7
A4	16.0	16.3	23.8
A5	27.2	24.8	72.2
A6	95.2	68.2	85.5
A7	27.6	29.6	49.4

由表 2 中数据可知: A1 对 3 种自由基的清除效果都不明显, 但加入 BHT 后, 3 种自由基的清除率有所提高。对比 A2 和 A3 可知, 膏体对 ABTS⁺·的清除率显著提高。A4、A5 对 ABTS⁺·和·OH 的清除效果不明显, 但是对 O₂⁻·的清除效果较好, 这一结果说明葫芦巴提取物能有效清除 O₂⁻·。A6 中, 添加多种抗氧化活性组分对 3 种自由基的清除率达到最大, 分别达到 95.2%、68.2%、85.5%, 同时对润肤霜膏体的理化性质无影响。因此确定在配方中加入葫芦巴浸膏、葫芦巴多糖溶液、VE、葡萄籽油及小麦胚芽油, 作为抗氧化活性组分。

2.1.2 复配抗氧化活性组分对自由基清除率的影响

结合单因素实验设计合适的复配比例, 考察葡萄籽油、小麦胚芽油、VE、葫芦巴浸膏、葫芦巴多糖溶液复配后的抗氧化活性。配制中用无水乙醇作溶剂, 保持总量一定, 复配比例见表 3, B1—B6 为样品编

号。对其进行抗氧化测试, 结果见表 4。

表 3 抗氧化活性组分的复配

Tab. 3 Distribution of antioxidant activity components

活性组分	w/%					
	B1	B2	B3	B4	B5	B6
小麦胚芽油	5	5	5	5	5	10
葡萄籽油	5	5	5	5	10	10
VE	5	5	5	5	5	5
葫芦巴多糖	5	10	15	20	20	20
葫芦巴浸膏	5	10	15	20	20	20

表 4 复配抗氧化活性组分对清除自由基的影响

Tab. 4 Effect of antioxidant activity components on free radical scavenging

样品编号	清除率/%		
	ABTS ⁺ ·	·OH	O ₂ ⁻ ·
B1	80.3	45.5	65.8
B2	85.9	47.2	74.1
B3	88.9	50.9	78.9
B4	95.1	70.4	87.8
B5	99.4	89.8	94.6
B6	100	92.5	96.7

由表 4 可知: B1—B4 中, 随着葫芦巴多糖和浸膏的增加, 所制备样品对 3 种自由基的清除率逐渐增大, 但膏体颜色越来越深, 从膏体颜色的角度进行考虑, 选定葫芦巴多糖和浸膏的质量分数为 20%; 在 B4 的基础上进行调节, B5 增加了葡萄籽油的比列, 发现所制备样品对 3 种自由基的清除率有所提升, B6 增加了小麦胚芽油的比列, 发现清除率的变化不太明显, 从膏体的清爽性角度进行考虑, 因此确定其质量分数分别为 5%和 10%, 最终确定小麦胚芽油、葡萄籽油、VE、葫芦巴多糖溶液、葫芦巴浸膏的质量比为 1 : 2 : 1 : 4 : 4, 对 3 种自由基的清除率分别为 99.4%、89.8%、94.6%。

2.2 复配抗氧化活性组分的添加量对膏体的影响

在 2.1.2 节的基础上, 将复配抗氧化活性组分加到基质配方中, 添加质量分别为基质配方质量的 2%、4%、6%、8%和 10%, 制成一系列润肤霜, 记为 C1—C5, 按照 1.4.1 节的方法, 对其进行抗氧化性能测试, 结果如图 1 所示。由图 1 可知: 随着复配抗氧化活性组分添加量的增加, 膏体对自由基的清除率不断增加, 同时膏体的性质发生改变。当加入量为 2%、4%、6%、8%时, 膏体均匀、细腻, 稳定性较好, 且 6%和 8%时, 自由基清除率差别较小; 当加入量为 10%时, 虽然 3 种自由基的清除率分别达到 57.6%、66.4%、86.8%, 但是膏体的稳定性发生改变, 离心后出现油水分层现象。

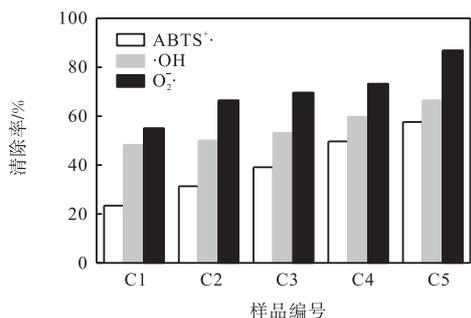


图1 复配抗氧化活性组分不同添加量对3种自由基清除率的影响

Fig.1 Effect of the amount of antioxidant activity components on the scavenging rate of 3 different free radicals

2.3 复配抗氧化活性组分的添加量对膏体过氧化值的影响

润肤霜中含有的植物油多为不饱和脂肪酸酯,在光照和氧气的作用下,容易酸败,导致产品出现质量问题.抗氧化活性组分的加入可以有效防止油脂氧化,润肤霜的过氧化值间接反映了抗氧化活性组分的抗氧化能力.按照1.4.1节的方法对过氧化值进行测试,结果如图2所示.由图2可知:润肤霜的过氧化值随着复配抗氧化活性组分添加量的增加而降低,同时添加抗氧化活性组分润肤霜的过氧化值比未添加的低,说明复配抗氧化活性组分在润肤霜中的抗氧化效果明显.这主要是因为复配物中含有酚类和酮类物质,能够捕获过氧自由基,有效消除活性自由基的影响.

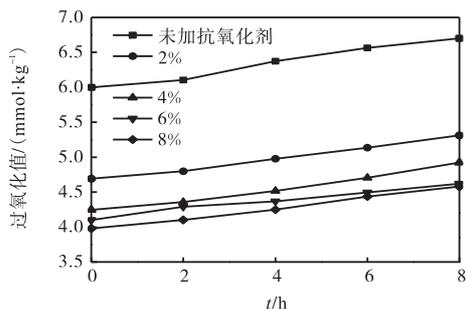


图2 复配抗氧化活性组分添加量对润肤霜过氧化值的影响

Fig.2 Influence of the amount of antioxidant activity components on the peroxide value of the cream

2.4 抗氧化润肤霜的配方

对上述研究进行综合考虑,确定抗氧化活性组分的加入量为8%.抗氧化润肤霜的配方为:在基质配方的基础上添加C相(小麦胚芽油0.7%、葡萄籽油1.3%、VE0.7%)和D相(葫芦巴浸膏2.7%、葫芦巴多

糖2.7%).

制备过程:按照配方称取各物质,将A相和B相分别置于80℃水浴锅中搅拌30min,使其融化,然后将B相加入至A相中,快速搅拌15min后降温,冷却至45℃时将C相、D相加入其中并搅拌至均匀,温度降至35℃时停止搅拌,出料.

2.5 抗氧化润肤霜的性能测试

2.5.1 感官和理化指标

按照1.4.2节的方法对配制出的润肤霜进行测试,结果见表5.

表5 感官及理化指标测试结果

Tab.5 Results of sensory and physico-chemical indexes

项目	标准要求	检测结果
色泽	—	淡黄色
气味	—	葫芦巴香
外观	细腻	细腻
pH	4.5 ~ 8.5	6.81
耐热稳定性	(40 ± 1)℃保持24h后取出,恢复至室温后无油水分层现象	40℃保持24h后取出,恢复至室温后无油水分层现象
耐寒稳定性	(-8 ± 2)℃保持24h后取出,恢复至室温后无油水分层现象	-10℃保持24h后取出,恢复至室温后无油水分层现象

2.5.2 保湿率

按照1.4.2节的方法对抗氧化润肤霜进行保湿率测定,结果如图3所示.由图3可知:保湿率均为负值,说明放置一段时间后,膏体都会失水.膏体在25℃,相对湿度为43%和81%的环境中放置12h后,保湿率为-1.37%和-1.13%,两种湿度下样品的保湿率差别不大,说明抗氧化润肤霜在不同相对湿度条件下保湿效果均良好.

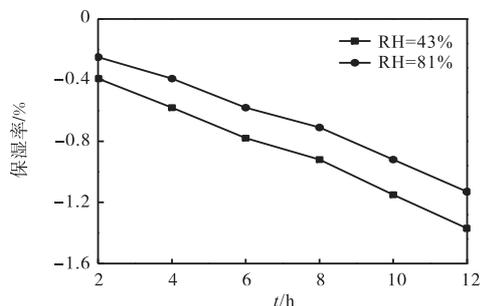


图3 抗氧化润肤霜的保湿率随时间的变化

Fig.3 Moisture rate of antioxidant cream over time

2.5.3 皮肤试用分析

通过观察,50名受试者连续使用7d,均没有出现红斑、水肿、色素沉着等皮肤过敏现象,由此可初步判断,葫芦巴护肤品对人体皮肤安全无毒副作用.

长期试用结果分析如图4所示。由图4可知:50名受试者使用抗氧化润肤霜后,随着使用天数的增加,面部皮肤水分含量提高、肤色亮度增加的人逐渐增多,90d时人数达到40和21,而油分、纹理、色素、炎症随着使用天数延长逐渐减少的受试者也不断增加,90d后人数分别为36、46、23、24。使用90d,80%的受试者感到皮肤变得水润、光滑。

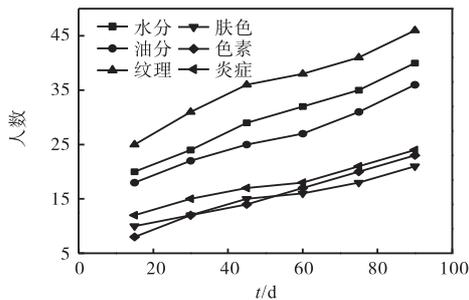


图4 皮肤长期试用结果

Fig. 4 Skin long-term trial results

3 结论

通过抗氧化性能测试发现,配制出的抗氧化润肤霜对 $ABTS^+$ 、 $\cdot OH$ 、 $O_2\cdot^-$ 自由基的清除率分别为 49.7%、59.7%和 73.2%;通过过氧化值测试,说明抗氧化霜具有较好的抗氧化性;在 25℃下,相对湿度分别为 43%和 81%环境中放置 12h 后的保湿率分别为 -1.37%和 -1.13%,说明润肤霜具有较好的保湿效果;配制的润肤霜感官和理化性质均符合行业标准,使用 90d 后,80%的受试者皮肤变得光滑水润。由此可知所配制的抗氧化润肤霜具有保湿、抗氧化、滋润功效,长期使用能使皮肤水润、光滑,可以有效抵抗自由基对皮肤的伤害。

参考文献:

- [1] 王雪梅,王家恒,吴汉平,等. 抗氧化活肤霜的制备及性能研究[J]. 香料香精化妆品,2015,8(4):47-52.
- [2] 来吉祥,何聪芬,董银卯. 皮肤衰老机理及延缓衰老化妆品的研究进展[J]. 中国美容医学,2009,18(8):1208-1212.
- [3] Arts I C W, Hollman P C H, Feskens E J M, et al. Catechin intake might explain the inverse relation between tea consumption and ischemic heart disease: The Zutphen elderly study[J]. The American Journal of Clinical Nutrition, 2001, 74(2):227-232.
- [4] 邹鹏飞,刘志河,路万成,等. 皮肤自身保湿系统和保湿护肤品设计思路[J]. 日用化学品科学,2012,35(1):18-20.
- [5] Madar Z, Shomer I. Polysaccharide composition of a gel fraction derived from fenugreek and its effect on starch digestion and bile acid absorption in rats[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1990, 38(7):1535-1539.
- [6] 张鸣明,胡先望,洪霞,等. 牦牛乳护肤品的配制及性能检验和功效测试[J]. 轻工科技,2017(3):35-38.
- [7] 林恋竹,赵谋明. 反应时间对 DPPH·法, $ABTS^+$ ·法评价抗氧化性结果的影响[J]. 食品科学,2010,31(5):63-67.
- [8] 孙静涛,董娟,屈静雅,等. 酿酒葡萄皮渣中多酚物质的提取及其对羟基自由基的清除研究[J]. 现代食品科技,2012,28(12):1743-1746.
- [9] 艾志录,王育红,潘治利,等. 苹果渣中多酚物质的抗氧化活性研究[J]. 食品科学,2006,27(12):160-163.
- [10] 赵新淮,张娜,王琳. 油脂过氧化值的碘量测定法比较研究[J]. 中国油脂,2003,28(4):60-62.
- [11] 欧阳玉祝,吕程丽,易银辉,等. 植物多酚复配物对水包油型膏霜化妆品抗氧化性能的影响[J]. 日用化学工业,2010,40(3):190-193.
- [12] 孔令姍,俞苓,胡国胜,等. 白芨多糖的分子量测定及其吸湿保湿性评价[J]. 日用化学工业,2015,45(2):94-98.
- [13] Mukthamba P, Srinivasan K. Hypolipidemic and antioxidant effects of dietary fenugreek (*Trigonella foenum-graecum*) seeds and garlic (*Allium sativum*) in high-fat fed rats[J]. Food Bioscience, 2016, 14(1):1-9.
- [14] 缪月秋,吴婷,张卫明,等. 葫芦巴多糖酸解和酶解产物对肠道菌群体外生长影响的实验研究[J]. 食品工业科技,2007,28(7):62-64.
- [15] 张红雨. 黄酮类抗氧化剂结构-活性关系的理论解释[J]. 中国科学:B辑,1999,29(1):91-96.
- [16] 余莹,粟武,魏东芝. 原花青素体外清除自由基活性的研究[J]. 华东理工大学学报:自然科学版,2002,28(3):318-320.
- [17] 宋晓燕,杨天奎. 天然维生素 E 的功能及应用[J]. 中国油脂,2000,25(6):45-47.

责任编辑:周建军