

美藤果油微乳体系的构建

代文豪¹, 梁钻好¹, 李璐¹, 华洋林², 李莉楠²

杜冰¹, 杨子银³, 邓彩间⁴

(1. 华南农业大学食品学院, 广东 广州 510642; 2. 无限极(中国)有限公司, 广东 广州 510623;
3. 中国科学院华南植物园, 广东 广州 510520; 4. 广州市食品药品监督管理局药品
监督执法分局, 广东 广州 510130)

摘要: 研究美藤果油微乳体系的构建, 以微乳体系中植物油含量为评价指标, 通过单因素实验对油的种类、助表面活性剂的种类及用量、表面活性剂的种类、辅助油相的种类进行优选, 根据最优配方进行伪三元相图的测定。结果表明: 选用 2.5 g 美藤果油与 1.5 g 橄榄油进行复配, 并采用 2 g 肉豆蔻酸异丙酯作为辅助油相, 2 g 聚乙二醇 400 (PEG400) 作为助表面活性剂, 2 g 氢化蓖麻油作表面活性剂, 最终得到植物油含量为 39.53% 的微乳体系。该美藤果油微乳体系能够有效提高美藤果油在化妆品中的含量。

关键词: 美藤果油; 微乳; 伪三元相图

中图分类号: TS 225.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-7561(2017)01-0029-04

Construction of micro-emulsion system of sacha inchi oil

DAI Wen-hao¹, LIANG Zuan-hao¹, LI Lu¹, HUA Yang-lin², LI Li-nan²,
DU Bing¹, YANG Zi-yin³, DENG Cai-jian⁴

(1. College of Food, South China Agricultural University, Guangzhou Guangdong 510642;

2. Infinitus(China)Co., Ltd., Guangzhou Guangdong 510623;

3. South China Botanical Garden, Chinese Academy of Sciences, Guangzhou Guangdong 510520;

4. Drug Supervision and Law Enforcement Branch of Guangzhou Food and Drug Administration,
Guangzhou Guangdong 510130)

Abstract: The construction of sacha inchi oil microemulsion system was researched. Taking the content of vegetable oil in microemulsion system as the evaluation indexes, the type of oil, surfactants, cosurfactants and assisted oil phase were optimized by single factor experiment. And the pseudo-ternary phase diagram was measured according to the optimal formula. The result showed that 2.5 g sacha inchi oil was compound with 1.5 g olive oil, with 2 g isopropyl myristate as assisted oil phase, 2 g PEG400 as cosurfactant, 2 g hydrogenated castor oil as surfactant, the microemulsion system with content of vegetable oil 39.53% was received. The content of sacha inchi oil in the cosmetic was effectively improved by the microemulsion system.

Key words: sacha inchi oil; micro-emulsion; pseudo-ternary phase diagram

微乳液的概念最初由 Hoar 和 Schulman 在 1943 年提出^[1]。目前, 公认的微乳液的定义由 Daniels-son 和 Lindman 提出, 即“微乳液是一个由水、油和两亲性物质(分子)组成的、光学上各向同性、热力学上稳定的溶液体系”^[2]。微乳化体系比普通体系, 具

有热力学稳定, 制备方法简单、光学透明, 易观察沉淀物、长期储藏不分层、增溶性好, 可制成含油量高的产品、颗粒细小, 容易扩散和渗透透皮肤, 提高有效成分利用率的优点^[3]。国外关于微乳体系在化妆品上的应用已经有了广泛的研究, 如微乳头发护理剂的研制、微乳体系增溶功效型化妆品中的有效成分或香精成分等^[4-6]。但国内对这方面的研究刚起步。

植物油是从植物中提取得到的天然物质, 因含

收稿日期: 2016-07-05

作者简介: 代文豪, 1993 年出生, 男, 在读硕士研究生。

通讯作者: 杜冰, 1973 年出生, 男, 副教授。

有大量的不饱和脂肪酸,易被皮肤吸收和消化,用于化妆品中时具有功效明显、针对性强、长期使用无副作用等优点。因此,利用植物油开发安全温和的功效化妆品是目前化妆品行业的热点和趋势。目前行业常用的植物油主要是霍霍巴油和山茶籽油^[7],而美藤果油是近年来新兴的资源^[8],含93%不饱和脂肪酸,是其他常规植物油的1~2倍^[9],保湿效果超强。美藤果油中以 α -亚麻酸(47%)和 α -亚油酸(36%)为主^[10],能提高超氧化物歧化酶活性,在抗氧化能力方面具有重要作用^[11],加之美藤果本身含有丰富的 V_E ,可在一定程度上提高化妆品的储藏稳定性。本文首次构建美藤果油含量高的微乳体系,以加速功能性植物油在化妆品中的应用并为构建新型稳定的乳化体系奠定基础。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

PL203 电子天平:梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司;78-1 磁力加热搅拌器:金坛市富华仪器有限公司;HH-2 数显恒温水浴锅:常州澳华仪器有限公司;DD-5000 离心机:四川蜀科仪器有限公司;GYYP-670 电冰箱:厦门国仪科学仪器有限公司;A1130261 光学显微镜:上海艾测电子科技有限公司。

美藤果油、霍霍巴油、山茶籽油、橄榄油、乙醇、正丁醇、聚乙二醇400(PEG400)、柠檬烯、肉豆蔻酸异丙酯、吐温80、失水山梨醇脂肪酸酯(司盘80)、氢化蓖麻油、椰油脂肪酸二乙醇酰胺(COD)、聚甘油基-3二异硬脂酸酯(TGI)、赛比克305、月桂醇聚氧乙烯醚硫酸钠(AES)、烷基糖苷(APG)、S-10 氢化卵磷脂、甲基葡萄糖倍半硬脂酸酯(Glucate SS)、PEG-20 甲基葡萄糖苷倍半硬脂酸酯(Glucamate SSE-20)、蔗糖二硬脂酸酯、单甘油酯、糊精肉豆蔻酸酯,由无限极(中国)有限公司提供。

1.2 实验方法

1.2.1 不同植物油及其复配对微乳体系的影响

分别称取油相:霍霍巴油、山茶籽油、美藤果油、橄榄油各2.0 g;辅助油相:2.0 g 柠檬烯;助表面活性剂:0.5 g 正丁醇;水相:0.5 mL 水,混合均匀。在搅拌条件下缓慢滴加表面活性剂吐温80,直至溶液澄清即得到微乳体系。记录表面活性剂用量,计算微乳体系内植物油百分比含量。

分别称取油相:2.0 g 美藤果油 + 2.0 g 霍霍巴

油、2.0 g 美藤果油 + 2.0 g 橄榄油、2.0 g 美藤果油 + 2.0 g 山茶籽油;辅助油相:2.0 g 柠檬烯;助表面活性剂:0.5 g 正丁醇;水相:0.5 mL 水,混合均匀。在搅拌条件下缓慢滴加表面活性剂吐温80,直至溶液澄清即得到微乳体系。记录表面活性剂用量,计算微乳体系内植物油百分比含量。

1.2.2 不同助表面活性剂对微乳体系的影响

称取油相:3.0 g 美藤果油;辅助油相:1.0 g 柠檬烯;助表面活性剂:分别称取乙醇、正丁醇、PEG400 各3个剂量(2.5、3.0、3.5 g);水相:0.5 mL 水,混合均匀。在搅拌条件下缓慢滴加表面活性剂吐温80,直至溶液澄清即得到微乳体系。记录表面活性剂用量,计算微乳体系内植物油百分比含量。

1.2.3 不同表面活性剂对微乳体系的影响

选取油相:美藤果油;辅助油相:柠檬烯;助表面活性剂:PEG400;选取不同表面活性剂:吐温80、失水山梨醇脂肪酸酯(司盘80)、氢化蓖麻油、椰油脂肪酸二乙醇酰胺(COD)、聚甘油基-3二异硬脂酸酯(TGI)、赛比克305、月桂醇聚氧乙烯醚硫酸钠(AES)、烷基糖苷(APG)、S-10 氢化卵磷脂、甲基葡萄糖倍半硬脂酸酯(Glucate SS)、PEG-20 甲基葡萄糖苷倍半硬脂酸酯(Glucamate SSE-20)、蔗糖二硬脂酸酯、单甘油酯、糊精肉豆蔻酸酯,构建微乳体系。计算微乳体系内植物油的百分比含量。

1.2.4 不同油相辅助剂对微乳体系的影响

选取油相:美藤果油4.0 g、美藤果油2.5 g + 霍霍巴油1.5 g、美藤果油2.5 g + 橄榄油1.5 g、霍霍巴油2.0 g + 橄榄油2.0 g;分别选取辅助油相:柠檬烯2.0 g、肉豆蔻酸异丙酯2.0 g;助表面活性剂:PEG400 2.0 g;表面活性剂:氢化蓖麻油2.0 g。在搅拌条件下缓慢滴加水相,直至溶液澄清即得到微乳体系。记录水的用量,计算微乳体系内植物油百分比含量。

1.2.5 最优配方伪三元相图的测定

依据1.2.2和1.2.3的实验结果,美藤果油和橄榄油按质量比5:3混合成混合油相,助表面活性剂和表面活性剂按质量比为1:1混合成混合表面活性剂。混合油相与混合表面活性剂分别按1:9、2:8、3:7、4:6、5:5、6:4、7:3、8:2、9:1混合,混合油相与混合表面活性剂总质量为8.0 g;依据1.2.4的实验结果选取2.0 g油相辅助剂;在搅拌条件下缓慢滴加水相,直至溶液澄清即得到微乳体系。记录

水的用量,利用 Origin9.0 软件,分别以混合油相、混合表面活性剂、水相为三个顶点,根据上述三相各自在零界点的质量百分比数,绘制伪三元相图。ME (microemulsion) 表示微乳区。

2 结果与分析

2.1 不同植物油及其复配对构建微乳体系的影响

由图 1 可知,霍霍巴油、山茶籽油、美藤果油、橄榄油四种油中美藤果油微乳体系中的植物油含量最高,比山茶籽油高出 81%,比霍霍巴油高出 28%。复配体系中,霍霍巴油与美藤果油复配后,相较于单一霍霍巴油,总植物油含量高出 25%,橄榄油复配后提高了 10%,山茶籽油复配后提高了 62%。可以看出美藤果油的单一微乳体系中植物油含量最高,

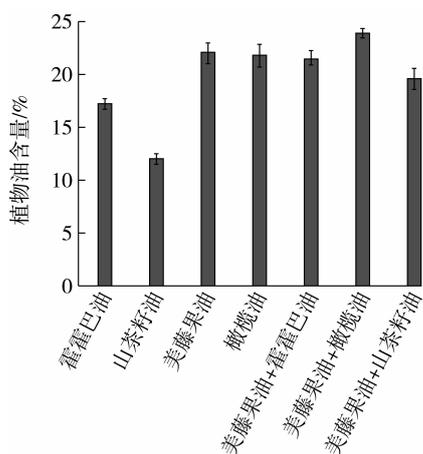


图 1 不同植物油及其复配微乳体系中植物油含量

其他油和美藤果油复配后微乳体系中植物油的含量都有不同程度的提高。为了之后的研究方便,在考察不同表面活性剂、助表面活性剂对微乳体系的影响时,选取美藤果油作为油相;考察不同辅助油相对微乳体系的影响时采用单一与复合植物油作为油相。

2.2 不同助表面活性剂的影响

由图 2 可知,在相同的助表面活性剂添加量的情况下,PEG400 微乳体系中植物油含量最高;使用同一种助表面活性剂的情况下,随着助表面活性剂添加量的增加,微乳体系中植物油含量下降,因此助表面活性剂的添加量应适当减少。

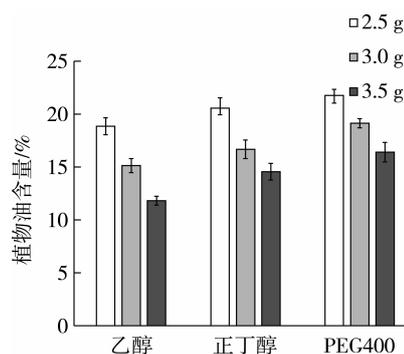


图 2 不同种类和剂量助表面活性剂微乳体系中植物油含量

2.3 不同表面活性剂的影响

对多种表面活性剂进行微乳体系构建实验,结果见表 1,只有吐温 80 和氢化蓖麻油能形成微乳体系,其他表面活性剂不能形成微乳体系。

表 1 不同表面活性剂构建微乳体系的结果

分类	名称	实验现象	实验结果
液体表面活性剂	司盘 80	不能达到澄清状态,处于半澄清状态。	失败
	COD	不能立即形成微乳,且放置后发现颜色发生变化。	失败
	TGI	不能达到澄清状态,处于半澄清状态。	失败
	赛比克 305	直接形成乳霜。	失败
	吐温 80	比较容易构建微乳体系。	成功
膏状表面活性剂	AES	加入水相后体系浑浊,静置后有分层现象。	失败
	APG	油包水、水包油和先溶于水都不能形成微乳。	失败
	S-10 氢化卵磷脂	一定程度上溶解在体系中,在还未形成微乳时就已经饱和不再溶解。	失败
	SS 与 SSE-20 复配	直接形成膏体。	失败
	蔗糖二硬脂酸酯	加入水相后,马上出现乳白色,随着水的增多,变得越来越粘稠。	失败
	单甘油酯	热的体系时顺利溶解并呈现相对透明的状态,一旦停止加热,并滴加水相,体系变浑浊,最后发生凝结现象。	失败
粉状表面活性剂	糊精肉豆蔻酸酯	热的体系时顺利溶解并呈现相对透明的状态,一旦停止加热,并滴加水相,体系变浑浊,最后发生凝结现象。	失败
	氢化蓖麻油	能成功构建澄清透明且稳定的微乳体系,但加入水相量少,液体稍微粘稠。	成功

根据实验结果,对吐温 80 和氢化蓖麻油的微乳体系构建进行进一步实验,结果如表 2 ~ 表 3 所示,由于吐温 80 微乳体系是最后加入表面活性剂,氢化

蓖麻油微乳体系最后加入的是水相,可以看出吐温 80 微乳体系中植物油含量为 16% ~ 23%,氢化蓖麻油微乳体系中植物油含量为 24% ~ 35%。吐温 80

微乳体系中表面活性剂的含量在50%以上,氢化蓖麻油微乳体系中表面活性剂的含量为16%~24%。选取植物油含量高、表面活性剂低的微乳体系,最后选择氢化蓖麻油作为表面活性剂进行下一步实验。

表2 吐温80微乳体系中的植物油含量

植物油种类	植物油/g	柠檬烯/g	PEG400/g	水/g	吐温80/g	植物油含量/%	吐温80含量/%
	3.00	1.00	3.50	0.50	9.90	16.75	55.31
美藤果油	3.00	1.00	3.00	0.50	8.10	19.23	51.92
	3.00	1.00	2.50	0.50	7.40	20.83	51.39
	4.00	1.00	2.50	0.50	8.70	23.95	52.10

表3 氢化蓖麻油微乳体系中的植物油含量

植物油种类	植物油/g	柠檬烯/g	PEG400/g	水/g	氢化蓖麻油/g	植物油含量/%	氢化蓖麻油含量/%
	3.00	1.00	4.00	2.40	2.00	24.19	16.13
美藤果油	3.00	1.00	4.00	1.30	3.00	24.39	24.39
	4.00	1.00	3.00	2.00	3.00	30.76	23.08
	4.00	1.00	3.00	1.20	2.00	35.71	17.86

2.4 不同油相辅助剂的影响

由图3可知,肉豆蔻酸异丙酯微乳体系中植物油含量比柠檬烯微乳体系中的高。柠檬烯为无色液体,具有非常强烈的柠檬香气。构建植物油微乳时,即使使用非常少量柠檬烯,气味也非常刺鼻。肉豆蔻酸异丙酯为无色无味液体。综合这两方面的因素,选择肉豆蔻酸异丙酯作为油相辅助剂。结果显示美藤果油+橄榄油组植物油的含量最高,达到39.53%。

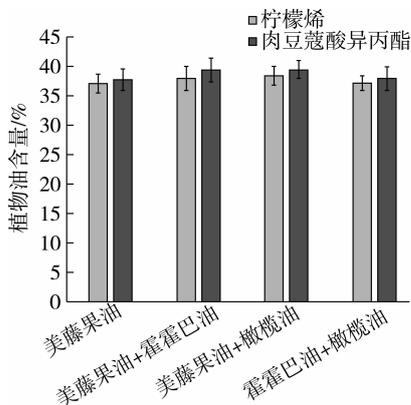


图3 不同油相辅助剂微乳体系中植物油的含量

2.5 最优配方伪三元相图

混合油相与混合表面活性剂分别按6:4、7:3、8:2、9:1混合,加入水后,体系变混浊,不能形成微乳体系,按其余比例可构成微乳体系,得出伪三元相图见图4。由图可知,混合油相与混合表面活性剂的质量比为5:5时,构建的微乳体系中植物油含量

达到最高。

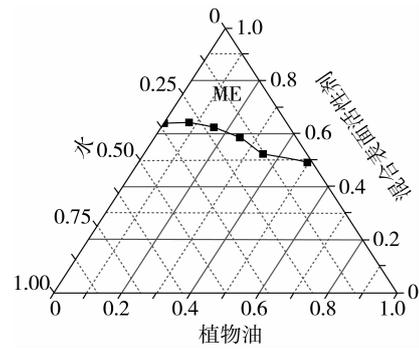


图4 最优配方伪三元相图

3 结论

通过对植物油微乳体系构建的研究,选用2.5 g 美藤果油与1.5 g 橄榄油复配,并采用2 g 肉豆蔻酸异丙酯作为辅助油相,2 g 聚乙二醇400(PEG400)作为助表面活性剂,2 g 氢化蓖麻油作表面活性剂,添加水构建的微乳体系中植物油含量达到了39.53%。该条件下构建的微乳体系,表面活性剂用量小,微乳体系保持原植物油的香气,适合微乳化妆品的开发应用。

参考文献:

- [1] Schulman J H. Transparent Water-in-Oil Dispersions; the Oleopathic Hydro-Micelle[J]. Nature, 1943,152(3847):102-103.
- [2] Danielsson I, Lindman B. The definition of microemulsion[J]. Colloids & Surfaces, 1981, 3(4):391-392.
- [3] 王勇, 高阳, 马毓霞. 微乳化技术及其在化妆品中的应用[J]. 中国化妆品, 2004(7):89-90.
- [4] Bergmann W, Bees J. Hair-treating microemulsion composition and method of preparing and using the same; U. S. Patent 5,077,040 [P]. 1991-12-31.
- [5] Dartnell N, Breda B. Microemulsion containing a perfuming concentrate and corresponding product; U. S. Patent 5,389,607 [P]. 1995-2-14.
- [6] Bauer K, Neuber C, Schmid A, et al. Oil in water microemulsion; U. S. Patent 6,426,078 [P]. 2002-7-30.
- [7] 晓松. 化妆品原料趋向天然化[J]. 精细与专用化学品, 1996(4):15.
- [8] 谢蓝华, 陈佳, 张晓琴, 等. 美藤果油在护肤品中的应用研究[J]. 香料香精化妆品, 2015(3):47-50.
- [9] 张嘉怡, 杜冰, 谢蓝华, 等. 绿色新资源食品——美藤果油[J]. 中国油脂, 2013,38(7):1-4.
- [10] 张思佳, 黄璐, 熊周权, 等. 美藤果油研究进展[J]. 粮食与油脂, 2013(6):4-6.
- [11] 李冀新, 张超, 罗小玲. α-亚麻酸研究进展[J]. 粮食与油脂, 2006(2):10-12.