

# 小麦胚芽乳化性能研究及其在化妆品中的应用

易雄健, 郭继香\*

(中国石油大学(北京)非常规油气科学技术研究院, 北京 102249)

**摘要:**以水、甜杏仁油和小麦胚芽为原料,采用分散均质机高速剪切制备乳状液。利用纳米粒度仪、电子显微镜、界面张力仪和流变仪对样品的性质进行分析。结果表明,乳状液中体积分数最高的液滴粒径为 0.4 μm,液滴呈紧密堆积,小麦胚芽乳化剂的临界胶束浓度为 3.1%。乳化剂质量分数为 3% 的乳液的弹性模量始终大于黏性模量,随着剪切速率的增加,乳液表现出剪切稀化。对自制的保湿乳液进行保湿效果评价,结果表明,相比于皮肤自身,保湿乳液具有大约 8 h 的保湿效果。

**关键词:**小麦胚芽;天然乳化剂;乳化性能;乳状液;保湿

**中图分类号:**TQ658.2;O648.2

**文献标志码:**A

**文章编号:**0253-4320(2021)04-0190-04

**DOI:**10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2021.04.040

## Study on emulsifying properties of wheat germ and its application in cosmetics

YI Xiong-jian, GUO Ji-xiang\*

(The Unconventional Oil and Gas Institute, China University of Petroleum-Beijing, Beijing 102249, China)

**Abstract:** Using water, sweet almond oil and wheat germ as raw materials, the emulsion is prepared through high-speed shearing with dispersing homogenizer. Nano particle size analyzer, electron microscope, interfacial tension meter and rheometer are utilized to analyze the properties of the samples. The results show that the droplets with the highest volume fraction in the emulsion have a particle size of 0.4 μm, and the droplets are packed tightly. Wheat germ emulsifier has a critical micelle concentration of 3.1%. If emulsifier counts a mass fraction of 3%, the elastic modulus of the emulsion is always greater than the viscous modulus. As shear speed increases, the emulsion shows shear thinning. It is shown through evaluating the moisturizing effect of the self-made moisturizing emulsion that the moisturizing emulsion can maintain a moisturizing effect in about 8 hours compared to the skin itself.

**Key words:** wheat germ; natural emulsifier; emulsification performance; emulsion; moisturizing

化妆品乳化剂必须同时具备安全性和乳化性,相比天然乳化剂,化学合成的乳化剂具有更强的乳化性能<sup>[1-2]</sup>。当前市面上所售的大部分化妆品乳液均使用化学合成的乳化剂作为主乳化剂,对于皮肤敏感人群,这些产品往往对皮肤具有刺激感<sup>[3]</sup>。天然乳化剂源于大自然中的植物、动物以及微生物,相比化学物质,对人体皮肤具有更好的相容性<sup>[4]</sup>。

早在 1968 年,科学家就在枯草芽孢杆菌菌株发酵液中发现一种既具有生物活性,又具有表面活性的新化合物—脂肪多肽<sup>[5-6]</sup>。当前研究较多的天然乳化剂包括氢化卵磷脂、橄榄乳化蜡、烷基聚葡萄糖苷、壳聚糖、槐糖脂等<sup>[7]</sup>。由于天然乳化剂的种类繁多,在研究其乳化性能时需要确定乳状液的最佳稳定条件,从而制备出稳定的乳状液,进而探究其稳定机理。笔者以一种廉价的天然乳化剂作为主乳

剂,加入一定比例的去离子水和甜杏仁油,使用均质机高速剪切制备乳状液,并研究了乳状液的稳定机理。最后依据化妆品的目标功效和设计原理自制化妆品保湿乳液。

## 1 实验材料与仪器

小麦胚芽乳化剂,广州强法生物技术有限公司生产;甜杏仁油,上海滋鑫生物科技有限公司生产;去离子水,自制;甘油,AR,质量分数为 99%,河北创之源生物科技有限公司生产;丁二醇,湖北津乐达化工有限公司生产;芦荟汁,自制;牛油果树脂,西安泽朗生物科技有限公司生产;牡丹皮提取液,山东丰泰生物科技有限公司生产;棕榈酸异丙酯,广州瑞鑫化工有限公司生产;聚二甲甲基硅氧烷,上海迈瑞尔化学技术有限公司生产;茶多酚,上海瑞祥生物科技有限

收稿日期:2020-05-21;修回日期:2021-02-05

作者简介:易雄健(1993-),男,硕士研究生,研究方向为胶体与界面化学,y\_xiongjian@163.com;郭继香(1965-),女,博士,教授,研究方向为胶体与界面化学,通讯联系人,guojx002@163.com。

公司生产。

数显高速分散均质机(FJ300-SH),上海标本模型厂生产;界面张力仪(DCAT),德国 Data Physics 公司生产;纳米粒度及 Zeta 电位分析仪(Zestier Nano ZS),英国 Malve Instruments 公司生产;高温高压流变仪(HAKE MARS III),德国 Thermo Scientific 公司生产;电子显微镜(BX41);分析天平(FA2004)。

## 2 实验方法

### 2.1 乳状液的制备以及黏温曲线测定

通过预实验确定乳状液体系中小麦胚芽乳化剂的质量分数为3%、油水比为3:7、乳化时间为18 min、均质速度为1 700 r/min。室温下,将质量分数3%的乳化剂加入70 g去离子水中,用玻璃棒充分搅拌溶解后与30 g甜杏仁油混合,用高速分散均质机高速剪切18 min,形成均一的O/W乳状液。

利用 HAAKE MARS III 型高温高压流变仪测定乳状液在15~50℃下黏度的连续变化情况。在测量过程中,通过水循环和流变仪自带的控温系统使温度由15℃均匀上升至50℃,精度为±0.1℃,剪切频率为10 s<sup>-1</sup>。

### 2.2 粒径分布及形貌特征的测定

采用粒度分析仪并通过动态光散射法测定O/W乳状液的粒径分布。25℃下,用胶头滴管将制备好的乳状液样品移入10 mL的分散单元中,以去离子水为连续相,通过100 nm的镜片测定10~300 μm的粒径尺度分布,每个样品测定3次。

为了进一步观察乳液液滴的微观形态,用微量注射器取1滴配制好的乳状液置于载玻片上,并在液滴的中间位置轻轻盖上盖玻片,在10倍放大倍率下观察其微观形态,并拍照记录。

### 2.3 界面张力的测定

将质量分数为1.5%、2%、2.5%、3%和3.5%的小麦胚芽乳化剂分别加入去离子水中,搅拌混合形成5组均一的水分散体系。用移液管将分散体系移入内径为4.0 mm的硅硼玻璃毛细管,用微量注射器在毛细管的中部位置滴入1滴甜杏仁油,最后利用DCAT型界面张力仪测定水分散体系与甜杏仁油的界面张力,每组体系测定3次,设定测试温度为25℃,界面张力仪转速为6 000 r/min。

### 2.4 流变学性质测试

#### 2.4.1 剪切黏度测试

利用 HAAKE MARS III 型高温高压流变仪测定乳状液在25℃下黏度的连续变化,剪切速率设定为

0~100 s<sup>-1</sup>,通过黏度变化曲线反映乳状液在变剪切速率条件下的稳定性能。在测量过程中,通过水循环和流变仪自带的控温系统共同控温,保持温度在25℃,精度为±0.1℃。

#### 2.4.2 黏弹性测试

利用流变仪测量样品的弹性模量( $G'$ )和黏性模量( $G''$ ),该流变仪装有几何形状的锥板,锥直径为50 mm,锥角为1°。在测量过程中通过循环水浴和控温系统将温度保持在25℃,精度为±0.1℃。通过频率扫描(0.05%应变,0.1~10 Hz)确定乳液的黏弹性参数弹性模量( $G'$ )和黏性模量( $G''$ ),每个样品测量3次。

### 2.5 化妆品保湿乳液的制备及其保湿效果评价

根据化妆品乳液的目标功能以及设计原理<sup>[8-9]</sup>,经过多次预试验确定保湿乳液的设计方案,其配方如表1所示。

表1 自制化妆品保湿乳液配方

原料成分	质量分数/%	原料成分	质量分数/%
甜杏仁油	28.0	聚二甲基硅氧烷	3.0
甘油	3.0	牡丹皮提取液	0.5
丁二醇	4.0	茶多酚	0.2
芦荟汁	5.0	小麦胚芽乳化剂	3.0
牛油果树脂	2.0	去离子水	49.3
棕榈酸异丙酯	2.0		

依据轻工行业标准《QB/T 4256—2011 化妆品保湿功效评价指南》的要求<sup>[10]</sup>,测试的环境温度为20~22℃,环境湿度为40%~60%。测定步骤如下:①在受试者前臂内侧标记多个3 cm×3 cm的受试区,使乳液涂抹区和空白对照区随机分布;②使用样品前,用皮肤水分测定仪在涂抹区和空白区进行测量,记录初始测定值;③立即用移液管在涂抹区单次涂抹6 mg乳液,戴上乳胶手套涂抹均匀。在设定时间测量所有区域的皮肤水分含量,每个区域测定3次,测试时间不超过24 h;④测定结束后对各个测试区域的测量值进行描述性统计,并对乳状液的保湿效果进行判定。

## 3 结果与讨论

### 3.1 乳状液的黏温曲线

乳状液的黏度与稳定性决定了其功能以及使用范围,测定乳状液的黏温曲线并对黏度性质进行分析。在测量过程中温度由15℃均匀上升至50℃,剪切频率设置为10 s<sup>-1</sup>,乳状液黏度随温度的变化曲线如图1所示。

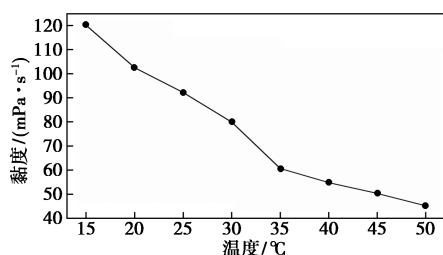


图 1 乳状液黏度随温度的变化曲线

由图 1 可以看出,乳状液黏度随温度的增加逐步减小,且温度的变化幅度由快变慢。在 15~35℃ 时间段内黏度变化较快,而在 35~50℃ 时间段内黏度变化减慢。测量范围内,黏度从 120 mPa·s 降低至 45 mPa·s。

### 3.2 乳状液的粒径分布和形貌特征

利用粒径分布仪测定乳状液液滴粒径的分布情况,结果如图 2 所示。

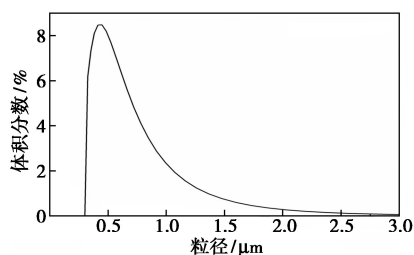


图 2 不同小麦胚芽质量分数的乳状液的粒径分布

由图 2 中可以看出,乳状液中体积分数最高的液滴粒径为 0.4 μm,达到微米级别,说明在乳化剂的作用下,甜杏仁油以小油珠的形式分散在水相中,形成了相对稳定的 O/W 乳状液。

为了研究乳液的形态,通过光学显微镜观察乳状液液滴的形貌特征,如图 3 所示。

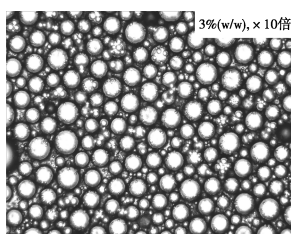


图 3 乳状液液滴的显微形貌

由图 3 中可以看出,乳状液液滴具有球形特征且轮廓清晰,说明质量分数为 3% 的乳化剂显著降低了油水界面张力,从而降低了建立新界面所需的自由能<sup>[11-12]</sup>。同时,在大液滴周围有紧密堆积的小液滴聚集体,这些小液滴的絮凝和聚集为大液滴创造

了一层保护层,从而有助于整个乳液体系的稳定<sup>[13-14]</sup>。

### 3.3 界面张力的测定

在 25℃ 下,分别测定 5 组水分散体系与甜杏仁油的界面张力,结果如图 4 所示。

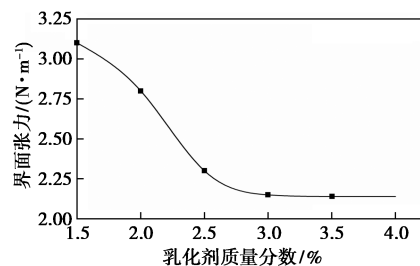


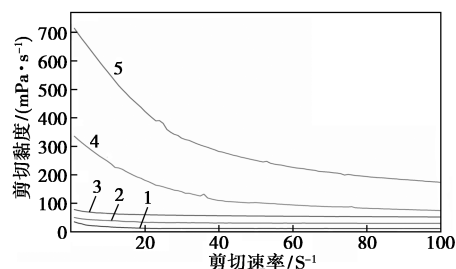
图 4 不同小麦胚芽质量分数的水分散体系与甜杏仁油的界面张力

由图 4 中可以看出,随着小麦胚芽质量分数的增加,油水界面张力逐渐降低,降低的趋势由快变慢,最后趋于平稳。当小麦胚芽质量分数由 1.5% 增加至 3.0% 时,界面张力由 3.1 N/m 快速降低至 2.14 N/m,说明在该范围内,随着乳化质量分数的增加,有更多的乳化剂吸附在油水界面形成稳定的乳状液液滴。当乳化剂质量分数继续增加,界面张力基本保持稳定,说明乳化剂已经达到饱和,达到了临界胶束浓度,因此,小麦胚芽乳化剂的临界胶束浓度为 3.0%。

### 3.4 流变学性质测定结果分析

#### 3.4.1 剪切黏度测定结果分析

设置小麦胚芽质量分数为 1.5%~3.5%,分别制备 5 组麦胚芽质量分数不同的乳状液。利用流变仪测定乳状液在 25℃ 下黏度的连续变化情况,设置剪切速率为 0~100 s<sup>-1</sup>,测定结果如图 5 所示。



1—1.5%; 2—2.0%; 3—2.5%; 4—3.0%; 5—3.5%

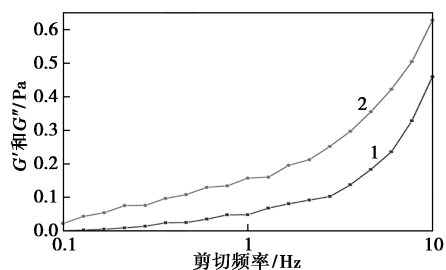
图 5 不同小麦胚芽质量分数乳状液的剪切黏度

由图 5 中可以看出,随着剪切速率的增加,5 组乳液的黏度均有不同程度的下降。乳化剂质量分数为 1.5%~2.5% 的乳状液黏度变化不大。乳化剂质量分数为 3.5% 的乳液起始黏度高达 700 mPa·s,当剪切速率增加至 100 s<sup>-1</sup> 时,其黏度降低至 150 mPa·s,

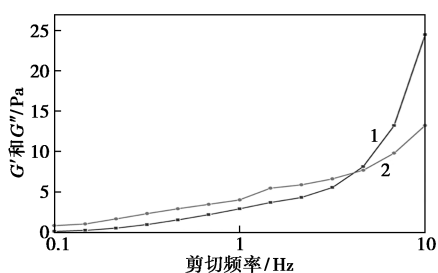
5组乳液均表现出剪切稀化行为<sup>[13]</sup>。

### 3.4.2 黏弹性测试结果

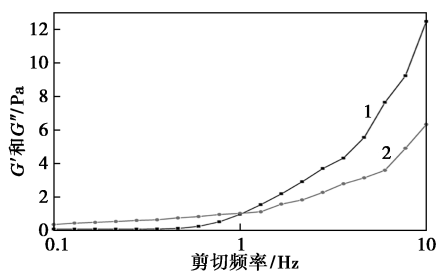
测定不同乳化剂质量分数的3#乳状液的黏弹性,设置剪切频率为0~10 Hz,结果如图6所示。



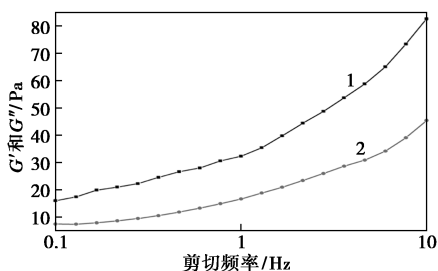
(a) 乳化剂质量分数为 1.5%



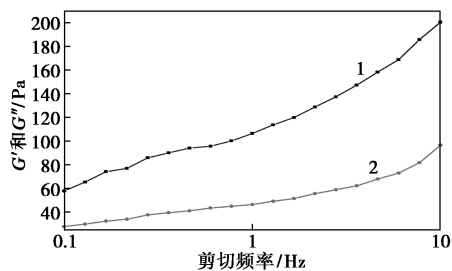
(b) 乳化剂质量分数为 2%



(c) 乳化剂质量分数为 2.5%



(d) 乳化剂质量分数为 3%



(e) 乳化剂质量分数为 3.5%

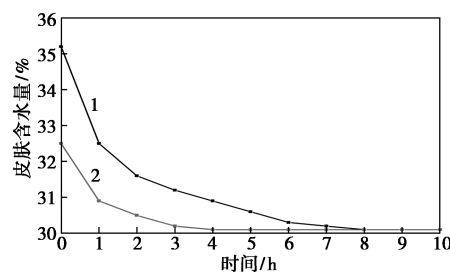
1— $G'$ ; 2— $G''$

图6 不同小麦胚芽质量分数乳状液的黏弹性

由图6中可以看出,乳液的弹性模量( $G'$ )与黏性模量( $G''$ )随着剪切频率的增加而逐渐增加。乳化剂质量分数为1.5%时, $G''$ 始终大于 $G'$ ;乳化剂质量分数为2%~2.5%时,在低频区 $G''$ 大于 $G'$ ,在高频区 $G'$ 大于 $G''$ ;当乳化剂质量分数为3%和3.5%时, $G'$ 始终大于 $G''$ 。

### 3.5 保湿效果分析

随机选区15位18~30岁志愿者,其中男性6位,女性9位。受试前2~3 d不使用任何产品,且受试部位前1~2 h不接触水。试验前用干纸巾将受试部位擦拭干净。对自制的保湿化妆品乳液进行保湿效果测定,并设置对照组测定皮肤自身的保湿能力。实验结果如图7所示。



1—实验组;2—对照组

图7 自制保湿乳液与皮肤自身的保湿效果

由图7中可以看出,皮肤含水量随着时间的增加逐渐降低。涂抹保湿乳液后皮肤的含水量为35.2%。根据对照组数据可以看出,皮肤自身含水量为30.1%。实验组中,皮肤含水量大约在8 h时开始稳定,并与皮肤自身的含水量持平。自制保湿乳液能够保持大约8 h的保湿效果是由于其含有芦荟汁、牛油果树脂以及丁二醇等保湿成份,能够给皮肤角质层补充水分,同时甘油能够防止水分快速挥发。

## 4 结论

(1) 去离子水、甜杏仁油和小麦胚芽乳化剂能够形成稳定的O/W乳状液,且乳状液中体积分数最高的液滴粒径为0.4  $\mu\text{m}$ ,达到微米级。小麦胚芽乳化剂的临界胶束浓度为3.0%。

(2) 在黏度剪切实验中,乳状液表现出剪切稀化行为。乳化剂质量分数为3%时,乳状液黏度约为100  $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ,且弹性模量始终大于黏性模量。

(3) 针对小麦胚芽的天然乳化剂优势,自制了一种保湿乳液,在20℃环境下,能够达到8 h的保湿效果。

(下转第199页)

## 参考文献

- [1] 孟繁芹.多段多级AO工艺在污水处理厂升级改造中的应用[J].中国资源综合利用,2018,36(1):59-61.
- [2] 刘明超,赫俊国,辛晓东,等.改良A<sup>2</sup>/O对低C/N城市污水的脱氮除磷研究[J].水处理技术,2016,42(2):84-87.
- [3] Li Jun, Li Kunquan, Berns Erin, *et al.* Performance of nitrogen removal in an alternating activated sludge reactor for full-scale applications[J]. Environmental Technology, 2020, 41(5):627-637.
- [4] Chen Zhouwei, Shi Liangsheng, Ming Ye, *et al.* Global sensitivity analysis for identifying important parameters of nitrogen nitrification and denitrification under model uncertainty and scenario uncertainty[J]. Journal of Hydrology, 2018, 561(1):884-895.
- [5] Zhou Xueyang, Liu Xiuhong, Huang Siting, *et al.* Total inorganic nitrogen removal during the partial/complete nitrification for treating domestic wastewater: Removal pathways and main influencing factors[J]. Bioresource Technology, 2018, 256(1):285-294.
- [6] Massara T M, Solis B, Guisasaola A, *et al.* Development of an ASM2d-N<sub>2</sub>O model to describe nitrous oxide emissions in municipal WWTPs under dynamic conditions[J]. Chemical Engineering Journal, 2018, 335(1):185-196.
- [7] Mohammed Rusul Naseer, Xiwu L. Modeling of nitrification and denitrification in a novel PITSF-SEU process using an extension of ASM2d model[J]. Desalination and Water Treatment, 2015, 53(7):1862-1880.
- [8] 沈昌明.基于仿真的活性污泥功能菌群结构分析[J].城市道桥与防洪,2016,8(1):295-8,28.
- [9] 宋健健.污水处理活性污泥模型及GPS-X软件应用[J].石油化工安全环保技术,2011,27(1):43-47.
- [10] Xie Beizhen, Liu Bojie, Yi Yue, *et al.* Microbiological mechanism of the improved nitrogen and phosphorus removal by embedding microbial fuel cell in Anaerobic-Anoxic-Oxic wastewater treatment process[J]. Bioresour Technol, 2016, 207(1):109-117.
- [11] Jlabari P, Munz G, Yuan Q, *et al.* Free nitrous acid inhibition of biological phosphorus removal in integrated fixed-film activated sludge (IFAS) system[J]. Chemical Engineering Journal, 2016, 287(10):38-46.
- [12] 冯学静.基于不同厌氧历时条件下倒置A<sup>2</sup>/O工艺除磷机理的试验研究[D].青岛:青岛理工大学,2012.
- [13] Ji B Z, Xue Chun, Zhang Shufei. Insights into the bacterial species and communities of a full-scale anaerobic/anoxic/oxic wastewater treatment plant by using third-generation sequencing[J]. Journal of Bioscience and Bioengineering, 2019, 128(6):744-750.
- [14] 许世伟,张建新,付强.城市污水处理厂脱氮除磷调控参数的研究[J].给水排水,2007,34(3):7-11.
- [15] 周慧芳,陈文,李德豪,等.利用ORP和pH控制双侧沟式一体化OCO工艺污水处理过程[J].现代化工,2015,35(6):160-165.
- [16] Weißbach M, Drewes J E, Koch K. Application of the oxidation reduction potential (ORP) for process control and monitoring nitrite in a coupled aerobic-anoxic nitrous decomposition operation (CAN-DO)[J]. Chemical Engineering Journal, 2018, 343(1):484-491.
- [17] 王秀兰,樊立萍,刘太元.序批式反应器污水处理系统仿真模型的建立[J].计算机仿真,2005,(5):101-103,28. ■

(上接第193页)

## 参考文献

- [1] Krister Holmberg. Natural surfactants [J]. Current Opinion in Colloid & Interface Science, 2001, 6(2):148-159.
- [2] Cordell G A. Natural products in drug discovery—Creating a new vision[J]. Phytochemistry Reviews, 2002, 1(3):261-273.
- [3] Tal-Figiel B. The Formation of Stable W/O, O/W, W/O/W Cosmetic Emulsions in an Ultrasonic Field [J]. Chemical Engineering Research and Design, 2007, 85(5):730-734.
- [4] Nicolas A, Pierre B, Patrick S. Design and production of nonparties formulated from nan-emulsion templates-A review [J]. Journal of Controlled Release, 2008, 128:185-189.
- [5] 杨福廷. 脂肪类生物表面活性剂研究进展[J]. 精细化工, 2006, (2):121-125.
- [6] 丁立孝. 脂肪生物表面活性剂的发酵生产及其结构、性质研究[D]. 杭州:浙江大学,2004.
- [7] Brown M J. Biosurfactants for cosmetic applications [J]. International Journal of Cosmetic Science, 2007, 13(2):61-64.
- [8] 吴望波,赵莉,张华涛,等.表面活性剂的性能与应用(XXVI)——表面活性剂在化妆品中的应用[J].日用化学工业,2016,46(2):75-79.
- [9] 孙莉明.含AQUAXYL的化妆品配方优化和保湿机理研究[D].上海:华东理工大学,2015.
- [10] 中华人民共和国轻工行业标准.QB/T 4256—2011[S].北京:中国轻工业出版社,2011-12-20:1-3.
- [11] 黄旭.新型表面活性剂分子在溶液中的自聚集与气液界面吸附[D].北京:中国科学院研究生院,2008.
- [12] Alla Nesterenko, Audrey Drelich, Huiling Lu, *et al.* Influence of a mixed particle/surfactant emulsifier system on water-in-oil emulsion stability[J]. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2014, 457:49-57.
- [13] 董志浩.聚合物/表面活性剂混合体系对水包油乳液形成和稳定性的影响[D].济南:山东大学,2017.
- [14] Pichot R, Spyropoulos F, Norton I T. Mixed-emulsifier stabilized emulsions: Investigation of the effect of monoolein and hydrophilic silica particle mixtures on the stability against coalescence[J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2009, 329(2):84-91.
- [15] 陈皓生,陈大融,汪家道,等.一类特殊的非牛顿介质剪切稀化过程的实验研究[J].中国科学,2007,(3):339-343. ■