

文章编号: 1004-4353(2022)01-0076-06

一种复合型抗光老化面霜的制备

潘筱婕, 申琳靖, 张立秋, 蒋硕, 许云, 卢家乐, 施溯筠

(延边大学 药学院, 吉林 延吉 133002)

摘要: 针对紫外光易造成人体皮肤老化的问题,以金黄洋甘菊提取液和乳木果油为主要原料制备了一款新的复合型抗光老化面霜.采用 DPPH 法对金黄洋甘菊提取液进行了体外抗氧化活性测定;采用评分法以单因素试验和正交试验对面霜进行理化检测评价,并对基质配方进行了优化;通过斑贴试验测试面霜的安全性,并用智能皮肤分析仪测试面霜的试用效果.试验结果表明:当面霜基质中添加质量浓度为 8.0 mg/mL 的金黄洋甘菊提取液时,其对 DPPH 自由基的清除率达到最大;在基质中添加质量分数为 7.0% 的环五聚二甲基硅氧烷、1.0% 的 PEG-60、13.3% 的甘油时,面霜的综合效果最佳;面霜的耐热、耐寒、安全性等指标符合化妆品规范标准,且具备良好的抗氧化性能.因此,该复合型抗光老化面霜具有很好的开发利用价值.

关键词: 金黄洋甘菊; 乳木果油; 面霜; 抗氧化

中图分类号: TQ658

文献标识码: A

Preparation of a compound anti-photoaging face cream

PAN Xiaojie, SHEN Linjing, ZHANG Liqiu, JIANG Shuo, XU Yun, LU Jiale, SHI Suyun

(College of Pharmacy, Yanbian University, Yanji 133002, China)

Abstract: Aiming at the problem that ultraviolet light easily causes aging of human skin, a new compound anti-photoaging cream was prepared with *chrysanthellum indicum* extract and shea butter as main raw materials. The antioxidant activity of *chrysanthellum indicum* extract in vitro was determined by DPPH method; The single factor test and orthogonal test were used to evaluate the physical and chemical properties of the cream and the matrix formula was optimized. The safety of the cream was tested by patch test, and the trial effect of the cream was tested by the intelligent skin analyzer. The results showed that the scavenging rate of DPPH free radical reached the maximum when the cream was added to the cream of the golden chamomile extract with a mass concentration of 8.0 mg/mL. When adding 7% ring five polymethylsiloxane, 1.0% PEG-60 and 13.3% glycerol with a mass fraction of five, the cream had the best comprehensive effect. The heat resistance, cold resistance and safety of the cream are in line with the cosmetic standard and have good antioxidant properties. Therefore, the compound anti-photoaging cream has good development and utilization value.

Keywords: *chrysanthellum indicum*; shea butter; face cream; antioxidant

0 引言

研究表明,紫外线损伤可造成人体皮肤干燥、色斑和皱纹增多等皮肤老化问题^[1].近年来,一些

富含天然植物提取物的市售防晒产品因具有抗衰老和光防护以及副作用小等优点受到消费者的青睐^[2].现代药理学研究表明:金黄洋甘菊(*chrysanthellum indicum*)含有丰富的黄酮类和三萜类

收稿日期: 2021-10-13

基金项目: 吉林省大学生创新创业项目(S202110184019)

第一作者: 潘筱婕(2001—),女,本科生,研究方向为天然生物资源开发与活性成分分析.

通信作者: 施溯筠(1972—),女,博士,副教授,研究方向为天然生物资源开发与活性成分分析.

物质,具有较强的抗氧化能力^[3].乳木果油(shea butter)含有菠菜甾醇、肉桂酸酯等物质,对皮肤具有良好的保湿、抗衰老及再生的功能^[4].目前为止,尚未发现有利用这 2 种植物组合制成的抗光老化面霜,为此文本以金黄洋甘菊提取液和乳木果油为主要活性成分制备了一款抗光老化面霜,并通过试验测试了其有效性.

1 材料与仪器

1.1 材料

金黄洋甘菊全草干品,购于延吉市北京同仁堂药店(北京仟草中药饮片有限公司);乳木果,购于延吉市友进超市.

1.2 试剂

生育酚、卡波姆 940、环五聚二甲基硅氧烷、PEG-60、合成角鲨烷(山东优索化工科技有限公司);乙醇(茂名市雄大化工有限公司);正己烷(渥克化学上海有限公司);甘油、肉豆蔻酸异丙酯(临沂绿森有限公司);山梨醇酐单硬脂酸脂(宁波王龙科技有限公司);1,3-丁二醇(日本 Oxea 有限公司);乙二胺四乙酸二钠(辽宁永强医药械化玻有限公司试剂厂);苯氧乙醇(浙江圣效有限公司);1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH,北京华越样生物有限公司).

1.3 仪器

FA-2004 电子天平(上海良品仪器仪表有限公司);HH-6 型恒温水浴锅(金坛市科技仪器有限公司);UV-2201 型紫外-可见分光光度计(岛津公司);DHG-9023A 型电热恒温鼓风干箱(常州诺基仪器有限公司);SK-III 数字水分皮肤测试仪(深圳凯尔电子有限公司);W-2100 型智能皮肤分析仪(广州魔奇美容仪器设备有限公司);1s 斑试器(北京百亿怡达科技开发有限公司);旋转蒸发器(上海申生科技有限公司);超声波清洗器(和科达超声设备有限公司);破碎机(世邦工业科技集团).

2 实验方法

2.1 药材的提取过程

2.1.1 金黄洋甘菊提取液的制备

参考文献[5]的方法制备金黄洋甘菊提取液.准确称取剪碎金黄洋甘菊 10.0 g,用体积分数为 70%的乙醇加热回流提取 1 h,料液比为 1:10 (g/mL);离心提取液 15 min (12000 r/min),取上清液过滤(滤纸),滤液用体积分数为 70%的乙醇定容至 25 mL;取溶液 1 mL,用体积分数为 70%的乙醇将其定容至 5 mL,所得溶液即为金黄洋甘菊提取液.

2.1.2 乳木果油的制备

参考文献[6]的方法制备乳木果油.将乳木果切开展出其核洗净,干燥,粉碎.称取适量的乳木果粉置于烧杯中,加入正己烷,料液比为 1:25 (g/mL);超声提取 52 min (50 ℃、320 W),抽滤去除药渣后浓缩滤液即得乳木果油.

2.2 DPPH 自由基清除实验

按照文献[7]的方法配置 DPPH 溶液,并将金黄洋甘菊提取液配制成质量浓度为 0.125、1、4、6、8 mg/L 和 10 mg/L 的待测样.参照文献[8]中的溶液体系配置方法,将试验所需溶液配置成表 1 所列的 3 种体系.取 4.0 mL 待测样加入 4.0 mL 0.1 mmol/L 的 DPPH 乙醇溶液中,混匀避光放置 30 min 后在波长 517 nm 处测定溶液的吸光度,记为 A₁;取 4.0 mL 不同质量浓度的待测样和 4.0 mL 85%(体积分数)的乙醇混匀后在波长 517 nm 处测定溶液的吸光度,记为 A₂;取 4.0 mL 0.1 mmol/L 的 DPPH 乙醇溶液与 4.0 mL 85%(体积分数)的乙醇混匀后在波长 517 nm 处测定溶液的吸光度,记为 A₃.按式(1)计算各溶液的 DPPH 自由基清除率(R):

$$R=[1-(A_1-A_2)/A_3]\times 100\%.$$
 (1)

表 1 试验所需溶液体系			mL
吸光度	待测样品的 体积	DPPH 溶液的 体积	无水乙醇的 体积
A ₁	4	4	0
A ₂	4	0	4
A ₃	0	4	4

2.3 面霜的配制

根据文献[9]中的配制方法和本文的预实验结果制定了如表 2 所示的面霜配方.

表 2 面霜配方

相别	组分	质量分数/%
A 相	环五聚二甲基硅氧烷	7.0~8.0
	合成角鲨烷	2.1
	肉豆蔻酸异丙酯	0.3
	PEG-60	0.6~1.0
B 相	山梨醇酐单硬脂酸酯	1.4
	甘油	12.8~13.3
	1,3-丁二醇	2.8
	乙二胺四乙酸二钠	0.2
	生育酚	1.1
	卡波姆 940	0.4
	蒸馏水	加至 100
C 相	苯氧乙醇	0.1

参考文献[10]的方法配制面霜,具体步骤为:

①将 B 相中的卡波姆 940 溶解后置于 85 ℃(恒温)水浴锅中. ②将 A 相和 B 相分别加热至 70~75 ℃,完全融化后恒温放置 30 min. ③搅拌条件下将剩余的 B 相加入卡波姆 940 中,搅拌 5 min 后加入 A 相并再搅拌 30 min. ④将上述混合物自然冷却至 50 ℃时加入 C 相,低速搅拌下冷却至室温并放置 24 h.

2.4 单因素实验

2.4.1 增稠剂环五聚二甲基硅氧烷用量的选择

在乳化剂 PEG-60 的用量为 0.6%(质量分数)、保湿剂甘油的用量为 12.8%(质量分数)的情况下,以环五聚二甲基硅氧烷为单因素进行试验. 试验中环五聚二甲基硅氧烷的用量分别选取 6.0%、7.0%、8.0%、9.0%、10.0%(质量分数),并以此确定最佳的环五聚二甲基硅氧烷用量.

2.4.2 乳化剂 PEG-60 用量的选择

在环五聚二甲基硅氧烷的用量为 8.0%(质量分数)、保湿剂甘油的用量为 12.8%(质量分数)的情况下,以 PEG-60 为单因素进行试验. 试验中 PEG-60 的用量分别选取 0.2%、0.3%、0.4%、0.5%、0.6%(质量分数),并以此确定最佳的 PEG-60 用量.

2.4.3 保湿剂甘油用量的选择

在环五聚二甲基硅氧烷的用量为 8.0%(质量分数)、PEG-60 的用量为 0.6%(质量分数)的情况下,以甘油为单因素进行试验. 试验中甘油的

用量分别选取 4.8%、6.8%、8.8%、0.8%、12.8%(质量分数),并以此确定最佳的甘油用量.

2.5 正交实验

基于预实验,正交实验选取影响面霜质量较大的油相配比(A)、水相配比(B)、乳化剂配比(C)及主药与辅料的配比(D)作为考察因素. 每个因素各取 3 个水平,并按正交实验因素水平表(表 3)配制面霜. 配制完面霜后(共 9 份),从外观、耐寒、耐热、离心实验等方面对其进行综合性评分,以此筛选最佳的制备工艺. 评分方法为:综合评分满分为 100 分,其中外观状态总分为 15 分,耐热试验总分为 15 分,耐寒试验总分为 20 分,离心试验总分为 50 分^[11].

表 3 正交实验的因素水平

水平	油相配比 A	水相配比 B	乳化剂配比 C	主辅配比 D
1	2:3	1:4	1:4	1:1
2	1:1	1:2	1:2	1:2
3	2:1	2:3	1:1	1:3

2.5.1 面霜稳定性测试

1)耐寒耐热性测试. 取等量的面霜分别置于 3 个 25 mL 的烧杯中,用保鲜膜封口后分别将其在-10 ℃的冰箱和 25 ℃、40 ℃的恒温箱中放置 24 h,恢复室温后观察面霜是否产生分层、泛粗、变色等现象.

2)离心测试. 取等量的面霜分别置于 3 个 25 mL 的离心管中并离心(转速分别为 1 000、2 000、3 000 r/min) 10 min. 离心结束后,观察面霜是否产生分层、泛粗、变色等现象.

2.6 人体皮肤刺激性测试

依据《化妆品安全技术规范》^[12]进行人体斑贴试验. 选取年龄为 18~30 岁的 5 名男性和 5 名女性作为受试者(无皮肤疾病和无医源性皮肤敏感). 斑贴试验在受试者的前臂内侧和耳后进行. 耳后斑贴试验在试验 30 min 后去除受试物斑试器,前臂内侧斑贴试验分别在试验 0.5、12、24 h 后去除受试物斑试器. 完成试验后观察皮肤反应,并参考表 4^[13]进行评价.

表 4 皮肤斑贴试验的评价标准

反应程度	评分等级	皮肤反应
—	0	阴性反应
±	1	可疑红斑反应
+	2	弱阳性反应(红斑反应):红斑、浸润、水肿、丘疹,反应在受试区内
++	3	强阳性反应(疱疹反应):红斑、浸润、水肿、丘疹、疱疹,反应超出受试区
+++	4	极强阳性反应(融合性疱疹反应):明显红斑、严重浸润、水肿、融合性疱疹,反应超出受试区

2.7 面霜成品的功效测试

选取 5 名受试者测试,受试者的条件为:年龄为 37~45 岁,平时有使用护肤品的习惯,无皮肤疾病和无医源性皮肤敏感,眼周有肉眼可见的细纹、皱纹以及色素沉着.测试采用半脸测试,即受试者每天在左侧半脸早晚使用 1 次面霜,连续 8 周(在试验期间不使用其他类护肤品).试验过程中分别在第 0、2、4、6、8 周随访 1 次.每次随访时,在受试者左眼周取 3 个点,分别为距外眦 0.5 cm 处^[14]和距外眦与内眦连线中点 0.5 cm 处的上睑、下睑^[15],然后利用智能皮肤分析仪进行数据采集(每次采集每名受试者均重复 3 次).采集的数据为水分、油份、纹理、肤色、色素、敏感性和毛孔的数值.数据采集完成后,计算各项指标均值,并对第 0 周与第 8 周进行单因素方差分析,以此评估使用产品前后眼周皮肤的改善情况.测试前,受试者需清洗晾干面部,并在温度为(25±1)℃、相对湿度为(60±1)%的环境下静坐 0.5 h.

3 结果与分析

3.1 DPPH 自由基清除实验

图 1 为不同质量浓度的金黄洋甘菊提取液对 DPPH 自由基的清除率实验结果.由图可以看出,金黄洋甘菊提取液对 DPPH 自由基具有较强的清除能力.金黄洋甘菊的质量浓度在 0.125~8.0 mg/mL 范围时,其提取液对 DPPH 自由基的清除率随提取液质量浓度的增加而增加,且质量浓度为 8.0 mg/mL 时,其对 DPPH 自由基的清除

率达到最高值(85.35%);当金黄洋甘菊的质量浓度大于 8.0 mg/mL 时,其提取液对 DPPH 自由基的清除率趋于平稳.趋于平稳的原因是随着金黄洋甘菊提取液质量浓度的增加,其对 DPPH 自由基的清除能力接近饱和.

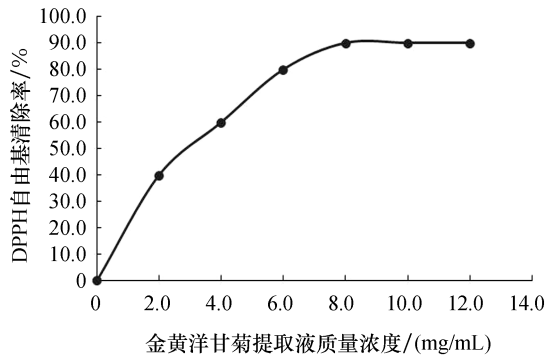


图 1 不同质量浓度的金黄洋甘菊提取液对 DPPH 自由基的清除率

3.2 单因素实验

3.2.1 增稠剂含量的筛选

图 2 为不同质量浓度的环五聚二甲基硅氧烷对面霜基质外观形态的评分影响.由图可以看出,环五聚二甲基硅氧烷的质量浓度为 8.0% 时,面霜外观形态的评价分数最高,即此时面霜外观形态表现为最好,因此本文将环五聚二甲基硅氧烷的使用量确定为 8.0%.

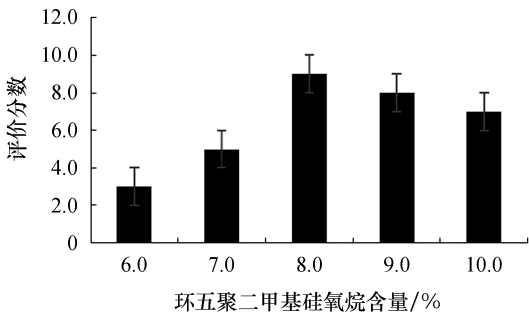


图 2 不同质量浓度的环五聚二甲基硅氧烷对面霜基质外观形态的评分影响

3.2.2 乳化剂含量的筛选

图 3 为不同质量浓度的 PEG-60 对面霜基质延展性的评分影响.由图可以看出,PEG-60 的质量浓度为 0.6% 时,面霜延展性的评价分数最高,即此时面霜延展性表现为最好,因此本文将 PEG-60 的使用量确定为 0.6%.

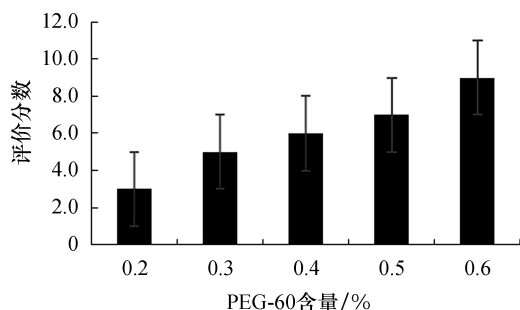


图3 不同质量浓度的PEG-60对面霜基质延展性的评分影响

3.2.3 保湿剂含量的筛选

图4为不同质量浓度的甘油对皮肤角质层含水量的影响.由图可以看出,甘油的质量浓度为12.8%时,皮肤角质层的含水量表现为最好,因此本文将甘油的使用量确定为12.8%.

3.3 正交实验

表5为不同因素配比对面霜理化性质的影响

实验结果.由表5可知,试验序号7的综合评分最高(为95.6分),因此面霜制备工艺的最佳组合为 $A_3B_1C_3D_2$.由表6可以看出,影响乳剂稳定性的4个因素的主次顺序为:C(乳化剂)>D(主药与辅料)>B(水相)>A(油相).综合表5和表6可得面霜的最佳组合配比,如表7所示.

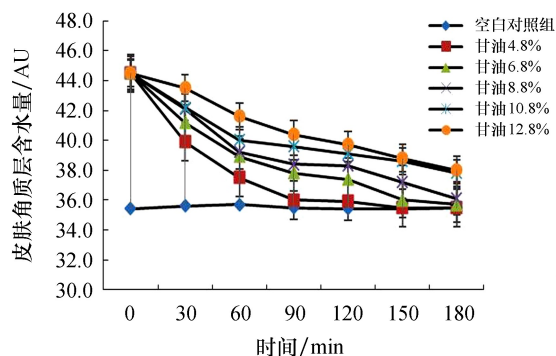


图4 不同质量浓度的甘油在180 min内对皮肤角质层含水量的影响

表5 面霜的正交试验结果

序号	A	B	C	D	外观	耐寒	耐热	离心	综合评分
1	1	1	1	1	5.5	8.0	7.6	30.0	51.1
2	1	2	2	2	10.0	15.0	10.4	25.0	80.4
3	1	3	3	3	13.5	19.0	12.6	50.0	95.1
4	2	1	2	3	4.8	7.0	7.1	25.0	43.9
5	2	2	3	1	9.8	14.0	8.3	45.0	77.1
6	2	3	1	2	9.0	13.0	8.0	40.0	70.0
7	3	1	3	2	13.6	18.0	14.0	50.0	95.6
8	3	2	1	3	13.9	16.0	11.5	40.0	81.4
9	3	3	2	1	8.6	10.0	8.2	35.0	61.8
K_1	75.53	63.53	67.50	63.30					
K_2	63.60	79.60	62.03	82.00					
K_3	79.60	75.63	89.27	73.46					
R	16.00	16.07	27.24	18.70					

表6 乳剂稳定性因素的方差分析结果

因素	偏差平方和	自由度	F比	F临界值	显著性
A	138.30	2	1.82	19.00	
B	140.14	2	1.84	19.00	
C	415.29	2	5.46	19.00	*
D	175.28	2	2.31	19.00	
误差	24.50	2			

注: * 表示有显著意义($\alpha=0.05$).

3.4 人体刺激性试验

对受试者进行皮肤的斑贴试验显示,10名受

试者的斑贴试验结果均为阴性,由此表明本文制备的面霜对人体无明显的刺激性和致敏性,即安全性能良好.

3.5 面霜成品功效测试

表8为受试者使用面霜成品后对皮肤的改善效果.由表可以看出,受试者使用面霜后其皮肤在水分、纹理、肤色、色素等指标方面均有显著改善,且其使用时间越长改善效果越好.油份、敏感性、毛孔等指标未出现明显改善,这可能与试验周期较短有关,今后需增加试验周期来进一步确认.

表 7 面霜最终配方的配比

相别	组分	质量分数/%	相别	组分	质量分数/%
A 相	环五聚二甲基硅氧烷	7.0	B 相	山梨醇酐单硬脂酸脂	1.0
	合成角鲨烷	3.5		甘油	13.3
	肉豆蔻酸异丙酯	0.3		1,3-丁二醇	2.8
	PEG-60	1.0		乙二醇四乙酸二钠	0.2
C 相	金黄洋甘菊提取液	1.7		生育酚	1.1
	乳木果油	3.3		卡波姆 940	0.4
	苯氧乙醇	0.1		蒸馏水	加至 100

表 8 皮肤指标值的变化情况

指标	0 周	2 周	4 周	6 周	8 周
水分	2.11±0.33	2.21±0.44	2.61±0.30	2.83±0.45	2.95±0.57**
油份	1.70±0.11	1.69±0.12	1.69±0.11	1.68±0.13	1.69±0.11
纹理	3.47±0.42	3.00±0.45	2.76±0.36	2.76±0.51	2.57±0.68**
肤色	6.46±0.35	6.49±0.46	6.54±0.38	6.57±0.49	6.61±0.64**
色素	3.65±0.44	3.57±0.47	3.45±0.42	2.92±0.53	3.03±0.51*
敏感性	1.00±0.01	1.00±0.02	1.00±0.03	1.00±0.01	1.00±0.01
毛孔	1.00±0.01	1.00±0.02	0.99±0.03	0.99±0.05	0.98±0.01

注: ** 表示极显著变化($P<0.01$), * 表示显著变化($P<0.05$).

4 结论

实验结果表明,本文基于金黄洋甘菊提取液与乳木果油制备的面霜的理化指标符合中华人民共和国轻工行业标准(QB/T1857—2013)中的相关标准,且具有抗光老化功效;因此,本文制备的抗光老化面霜具有良好的开发利用价值.

参考文献:

[1] 骆丹,罗婉玉,唐晓燕,等. 紫外线照射对皮肤与皮肤屏障的影响[C]//2015 全国中西医结合皮肤性学术年会论文汇编. 长沙:中国中西医结合学会皮肤性病专业协会,2015:52-53.

[2] 董珊凤,李建彤,鲁楠,等. 天然化妆品市场现状及生态设计新模式[J]. 日用化学工业,2021,44(11):6-8.

[3] 马红梅,王莹,兰卫. 洋甘菊提取物对 2 型糖尿病小鼠血糖的影响及其抗氧化作用研究[J]. 上海中医药杂志,2020,54(8):77-82.

[4] 凌夫. 乳木果油在化妆品中的应用[J]. 中国化妆品,2004(3):86-87.

[5] 李茜,信学雷,阿吉艾克拜尔·艾萨. 洋甘菊总黄酮提取工艺研究[J]. 中华中医药杂志,2021,36(4):2342-2344.

[6] 杨耿,张勋,陈亦豪,等. 乳木果油的超声波辅助提

取工艺优化及脂肪酸组成分析[J]. 中国油脂,2018,43(11):89-93.

[7] 王益莉,顾飞燕,李晨晨,等. 槐米提取液的抗氧化性能及在乳液化妆品中的应用研究[J]. 日用化学工业,2017,47(3):159-163.

[8] 许香琳,姜小天,韩美子,等. 山葡萄皮渣抗氧化面膜的制备[J]. 香料香精化妆品,2020(4):57-60.

[9] 朴秀演,刘金凤,孙志双,等. 四君子汤护手霜的研制[J]. 延边大学学报(自然科学版),2020,46(1):69-73.

[10] 刘金凤,王亚如,孙志双,等. 人参丝瓜美白润肤霜的制备[J]. 山东化工,2019,48(2):13-15.

[11] 刘薇,李早慧. 白芷薏米美容霜的制备工艺[J]. 吉林农业,2018(18):48-49.

[12] 中华人民共和国食品药品监督管理总局. 化妆品安全技术规范[S]. 北京:中国标准出版社,2015:540-543.

[13] 刘婷,刘芳,陈亮,等. 一种中草药复合物化妆品的祛痘抗炎功效评价研究[J]. 日用化学工业,2020,50(8):553-559.

[14] 张洁尘,陈祥生,侯伟. 女性外眦皱纹(鱼尾纹)分型及相关因素的分析[J]. 中国皮肤性病杂志,2010,24(6):493-498.

[15] 陈平,杜学亮,黎咏璇,等. 超脉冲 CO₂ 点阵激光在矫治上下眼睑松弛中的应用研究[J]. 中国美容医学,2012,21(13):1721-1723.