

文章编号: 1004-4353(2022)02-0164-05

西洋参-枸杞子抗氧化护肤乳液的制备

张立秋, 黎西雅, 韩美子, 陈煜, 朴敏艳, 施溯筠

(延边大学 药学院, 吉林 延吉 133002)

摘要: 以西洋参-枸杞子复配提取液制备了一款抗氧化护肤乳液. 制备过程中采用 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH)自由基清除法、模糊评价法、单因素试验和正交试验等方法筛选并优化基质配方,并对制备的乳液的感官和理化指标进行了评价. 研究表明:在护肤乳液基质中西洋参和枸杞子提取液的浓度均为 0.5 mg/mL,复配体积比为 1:1 时,乳液对 DPPH 自由基的清除率为 78.4%. 护肤乳液的最佳配方为:4.0% 棕榈酸异辛酯、3.0% 椰子油、3.0% 十八醇、2.0% 丙三醇、0.3% 三乙醇胺、0.3% 卡波姆、0.4% 聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯、2.0% 1,2-丙二醇、10.0% 西洋参和枸杞子提取液、0.45% 苯氧乙醇、0.05% 乙基己基甘油、74.5% 超纯水(以上百分比均为质量分数). 经测定表明,该护肤乳液的感官指标和理化性质符合护肤乳液国家标准(GB/T 29665—2013),且具有良好的抗氧化性能,因此该乳液具有很好的开发利用价值.

关键词: 护肤乳液; 西洋参; 枸杞子; 抗氧化

中图分类号: TQ658

文献标识码: A

Preparation of antioxidant, skincare lotion of *Panax quiquefolium* and *Lycium barbarum*

ZHANG Liqiu, LI Xiya, HAN Meizi, CHEN Yu, PIAO Minyan, SHI Suyun

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

Abstract: An antioxidant skin care lotion was prepared with compound extract of *Panax quiquefolium* and *Lycium barbarum*. In the preparation process, 1,1-diphenyl-2-trinitrophenylhydrazine (DPPH) free radical scavenging method, fuzzy evaluation method, single factor test and orthogonal test were used to screen and optimize the matrix formula, and the sensory and physical and chemical indexes of the lotion were evaluated. The results showed that when the concentrations of *Panax quiquefolium* and *Lycium barbarum* extracts in the skin care emulsion matrix was 0.5 mg/mL and the volume ratio was 1:1, the scavenging rate of DPPH free radical by emulsion was 78.4%. The best formula of skin care lotion is: 4.0% isooctyl palmitate, 3.0% coconut oil, 3.0% octadecanol, 2.0% glycerol, 0.3% triethanolamine, 0.3% carbomer, 0.4% polyoxyethylene sorbitan monooleate, 2.0% 1,2-propanediol, 10.0% extract, 0.45% phenoxyethanol, 0.05% ethylhexylglycerol, 74.5% ultrapure water (all the above percentages are mass fractions). The determination shows that the sensory evaluation, physical and chemical properties and hygienic indexes of the skin care lotion all meet the national standard of skin care lotion (GB/T 29665—2013), and has good antioxidant properties, so the emulsions have good development and utilization value.

Keywords: skincare lotion; *Panax quiquefolium*; *Lycium barbarum*; antioxidant

收稿日期: 2021-12-13

基金项目: 延边大学校企合作项目(492020035)

第一作者: 张立秋(1998—),女,硕士研究生,研究方向为天然生物资源开发与活性成分研究.

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研究.

氧化损伤是皮肤损害及衰老的主要原因之一,因此具有抗氧化和延缓皮肤衰老的护肤品受到人们的青睐^[1-2]。西洋参(*Panax quiquefolium*)为五加科人参属多年生草本植物,中医常用于治疗失眠烦躁、干咳无痰、肢体乏力等症状^[3]。枸杞子(*Lycium barbarum*)为茄科枸杞的成熟果实,中医常用于治疗虚劳精亏、腰膝酸软、眩晕、耳鸣、血虚、目昏不明等症状^[4]。研究显示,西洋参和枸杞子复配具有增强免疫、降血脂和抗疲劳等功效^[5-6]。目前,市场大多是将这2种中药制成口服用药或保健品^[7],而将二者复配制成抗氧化乳液的文献鲜有报道。为此,本文将西洋参、枸杞子提取液复配作为活性成分制备了一种护肤乳液,并对该护肤乳液的感官指标、理化性质、抗氧化性能以及保湿效果进行了评价。

1 实验部分

1.1 仪器

752N 紫外分光光度计(日立科学仪器有限公司);80-2 电动离心机(河南三顺教学仪器有限公司);FA-2004 电子天平(上海精天电子仪器有限公司);KQ5200E 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);R20ID 旋转蒸发器(上海豫康科教仪器设备有限公司);HH-6 恒温水浴锅(金坛市科析仪器有限公司);SHB-III A 循环水式多用真空泵(上海豫康科教仪器设备有限公司);ST210 pH 计(上海奥豪斯仪器有限公司);DHG-9023A 型电热恒温鼓风干燥箱(常州诺基仪器有限公司);ZF-SK01A 本草精华萃取仪(颖上卓越电子商务有限公司);SKIING 数字皮肤水分测试仪(深圳凯尔电子有限公司);高压蒸汽灭菌锅(山东博科有限公司);冰箱(合肥美菱股份有限公司);电热恒温培养箱(江苏新春兰科学仪器有限公司)。

1.2 材料

椰子油(丹东安康有限公司);十八醇(天津市科密欧化学试剂有限公司);卡波姆、棕榈酸异辛酯、丙三醇、三乙醇胺、1,2-丙二醇(山东优索化工科技有限公司);苯氧乙醇(浙江圣效有限公司);聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯(沈阳市新化试剂厂);乙基己基甘油(北京化学试剂公司)(上述试剂均为日化级);1,1-二苯基-2-三硝基苯肼

(DPPH,北京华越洋生物科技有限公司,生化试剂);卵磷脂吐温 80 营养琼脂培养基(招远拓普生物工程有限公司,工业级);无水乙醇(北京北化精细化学品有限责任公司,分析纯);枸杞子、西洋参(经延边大学李镐教授鉴定)。

1.3 药材的提取

1.3.1 西洋参粗提液的提取

采用超声提取法^[8]提取西洋参粗提液。称取 5 g 干燥西洋参粉末,以超纯水为提取溶剂,物料溶液质量比为 1:10 提取 3 次(每次超声提取 1 h),合并提取液后过滤即得西洋参粗提液。

1.3.2 枸杞子粗提液的提取

采用文献^[9]中的方法提取枸杞子粗提液。称取 5 g 干燥枸杞子粉末,以超纯水为提取溶剂,物料溶液质量比为 1:40 提取 2 次(每次提取 40 min),合并提取液后过滤即得枸杞子粗提液。

1.4 体外自由基清除活性的测定

采用 DPPH 自由基清除法^[10]筛选西洋参与枸杞子提取液的使用浓度和复配比例。

1.5 护肤乳液的制备

参考文献^[11]的方法制备护肤乳液。将护肤乳液按性质及作用分为油相(棕榈酸异辛酯、椰子油、十八醇)、水相(丙三醇、三乙醇胺、卡波姆、聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯、1,2-丙二醇)、活性成分(西洋参-枸杞子复配液)和防腐剂(苯氧乙醇、乙基己基甘油)。将油相和水相分别置于 70℃ 的水浴中加热,溶解后将油相加入水相中搅匀,待温度降至 50℃ 时加入活性成分和防腐剂,混匀后即得护肤乳液。

1) 基质添加量的筛选。利用模糊评价法^[12]对基质的外观、离心稳定性、耐寒性、耐热性和涂抹效果进行综合评价。评价总分为 100 分,其中外观为 30 分,离心稳定性为 20 分,耐热、耐寒性为 20 分,涂抹效果为 30 分,每个指标分数分为 A、B、C 3 个层次,如表 1 所示。

为观察在不加入活性成分和防腐剂时各因素(棕榈酸异辛酯、椰子油、十八醇、丙三醇、卡波姆、聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯、1,2-丙二醇)的不同添加量对基质的影响大小,分别选择不同因素的 5 个不同水平分别制备基质(其他因素不变),并按照表 1 的评价方法进行评分和分析,以此确

定最佳的基质配方.

2) 活性成分添加量的筛选. 选择对 DPPH 自由基清除率最高的西洋参-枸杞子复配液作为活

性成分. 采用单因素试验法确定复配液的添加量, 并按照表 1 的评价方法进行评分和分析.

表 1 评价指标及标准

指标	A	B	C
外观(30 分)	细腻、流动性好、无气泡(26 ~ 30 分)	较细腻、流动性较好、少气泡(21 ~ 25 分)	有颗粒感、无流动性、大量气泡(0 ~ 20 分)
离心稳定性(20 分)	无分层(17 ~ 20 分)	轻微分层(14 ~ 16 分)	明显分层(0 ~ 13 分)
耐寒、耐热性(20 分)	外观无变化和分层(17 ~ 20 分)	外观轻微改变和分层(14 ~ 16 分)	外观明显改变和分层(0 ~ 13 分)
涂抹效果(30 分)	易涂抹、易吸收、滋润、不刺激(26 ~ 30 分)	较易涂抹, 较易吸收、较滋润、轻微刺激(21 ~ 25 分)	难涂抹、难吸收、较大刺激(0 ~ 20 分)

1.6 护肤乳液的指标及效果评价

1.6.1 护肤乳液的感官、理化评价

参考 GB/T 29665—2013 中的标准^[13] 评价护肤乳液的外观、pH、离心稳定性及耐热、耐寒性.

1.6.2 护肤乳液的卫生指标评价

利用卵磷脂吐温 80 营养琼脂培养基评价菌落总数. 向平皿中分别加入 1 mL 稀释度为 1 : 10 和 1 : 100(样品 : 蒸馏水) 的检液, 然后再分别注入 15 mL 灭菌后的卵磷脂吐温 80 营养琼脂培养基, 混匀. 每个稀释度下的检液均做两组. 以相同的方法制作未加检液样品的灭菌平皿作为空白对照组. 将平皿置于 $(36 \pm 1)^\circ\text{C}$ 培养箱内分别培养 (48 ± 2) h, 48 h 后观察培养基的菌落总数. 培养基菌落总数小于 $10 \text{ cfu} \cdot \text{g}^{-1}$ 即表明所制备的乳液符合 GB/T 29665—2013 中的卫生标准.

1.6.3 护肤乳液的抗氧化效果评价

将乳液成品与蒸馏水按质量比 1 : 10 稀释后将其作为待测液. 将待测液离心后取上清液, 并采用 2.2 中的方法测量室温下制备的乳液和市售乳液对 DPPH 自由基的清除率. 各乳液均测定 3 次并取平均值, 以此评价各乳液的抗氧化性能.

1.6.4 护肤乳液的保湿效果评价

通过测定皮肤角质层水分的增长率对护肤乳液的保湿效果进行评价, 测定方法参考文献^[14] 的方法并略作改动. 测试前首先让受试者(受试者为 5 名, 身体健康, 年龄为 20 ~ 40 岁) 在温度为 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ 和相对湿度为 $(32 \pm 2)\%$ 的环境中静坐 30 min, 然后让受试者将前臂屈侧暴露 20 min,

并同时在前臂屈侧处标记 2 个 $3 \text{ cm} \times 3 \text{ cm}$ 的区域作为空白对照区和涂抹区. 区域间隔为 1 cm, 涂抹用量为 $(2.0 \pm 0.1) \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-2}$. 涂抹后分别在第 1、2、3、4 h 测定涂抹区和空白对照区的皮肤水分含量(记为 M_i 、 M_0). 各区域平行测定 3 次并取平均值. 计算皮肤水分变化率 M 的公式^[15] 为 $M = [(M_i - M_0) / M_0] \times 100\%$.

2 结果与分析

2.1 体外自由基清除活性的测定

图 1 为西洋参、枸杞子提取液及两者复配时对 DPPH 自由基的清除率. 由图可以看出, 西洋参-枸杞子复配液在体积比为 1 : 1 时其对 DPPH 自由基的清除率高于其他复配比或单独使用西洋参、枸杞子提取液, 且当浓度为 0.5 mg/mL 时其对自由基的清除率达到 78.4%, 清除效果良好. 因此本文选择 0.5 mg/mL 的西洋参-枸杞子复配液(1 : 1) 作为活性成分.

2.2 基质添加量的筛选

图 2 为棕榈酸异辛酯、椰子油、十八醇的不同添加量对基质综合评分的影响. 由图 2 可以看出: 当棕榈酸异辛酯、椰子油的添加量分别超过 4.0% 和 3.0%(质量分数) 时乳液的综合评分趋于稳定, 因此本文选择棕榈酸异辛酯和椰子油的添加量为 4.0% 和 3.0%; 当十八醇添加量为 2.0% 时乳液的综合评分最高, 因此本文选择十八醇的添加量为 2.0%.

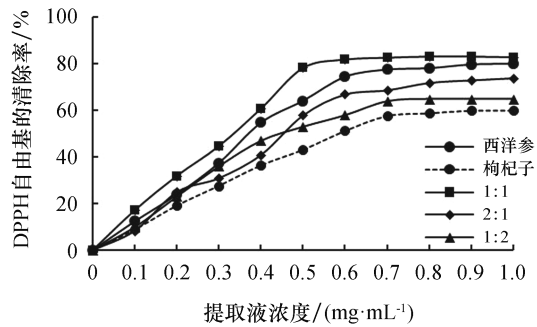


图 1 西洋参、枸杞子提取液及两者的复配液对 DPPH 自由基的清除率

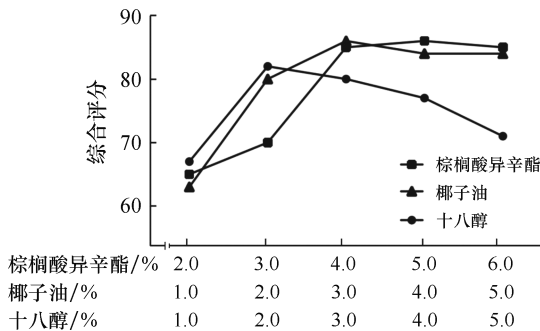


图 2 不同原料添加量对基质综合评分的影响

图 3 为丙三醇、卡波姆、聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯、1,2-丙二醇的不同添加量对基质综合评分的影响. 由图 3 可以看出: 当卡波姆、聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯的添加量分别为 0.3%、0.5% (质量分数) 时乳液的综合评分最高, 因此本文选择卡波姆和聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯的添加量为 0.3% 和 0.5%; 当丙三醇、1,2-丙二醇的添加量分别超过 2.0% (质量分数) 时乳液的综合评分趋于稳定, 因此本文选择丙三醇、1,2-丙二醇的添加量为 2.0%.

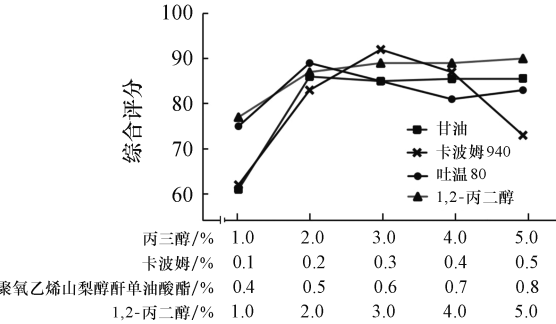


图 3 不同原料添加量对基质综合评分的影响

根据上述单因素试验结果选取卡波姆、十八醇、聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯的 3 个水平进行试验. 表 2 为正交试验的因素水平表, 表 3 为正交

试验结果. 由表 3 可知, 当配方为 $A_2B_3C_1$ 时 (0.3% 卡波姆、3.0% 十八醇、0.4% 聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯) 基质评分结果最优; 因此, 本文将基质的配方确定为: 4.0% 棕榈酸异辛酯、3.0% 椰子油、3.0% 十八醇、2.0% 丙三醇、0.3% 三乙醇胺、0.3% 卡波姆、0.4% 聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯、2.0% 1,2-丙二醇、0.45% 苯氧乙醇、0.05% 乙基己基甘油.

表 2 正交试验因素水平表

因素水平	卡波姆 / %	十八醇 / %	聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯 / %
1	0.2	1.0	0.4
2	0.3	2.0	0.5
3	0.4	3.0	0.6

表 3 正交试验结果

样品编号	卡波姆 (A)	十八醇 (B)	聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯 (C)	评分
1	1	1	1	78
2	1	2	2	90
3	1	3	3	84
4	2	1	2	90
5	2	2	3	91
6	2	3	1	94
7	3	1	3	85
8	3	2	1	81
9	3	3	2	83
k_1	84.00	84.33	84.33	
k_2	91.67	87.33	87.67	
k_3	83.00	87.00	86.67	
R	7.67	3.00	3.34	

图 4 为不同西洋参-枸杞子复配液 (体积比为 1:1) 的添加量对乳液综合评分的影响. 由图可以看出, 分数呈先增加后降低的趋势, 且添加量为 10.0% 和 12.0% (质量分数) 时评分最高, 因此本文选取西洋参-枸杞子复配液的添加量为 10.0%.

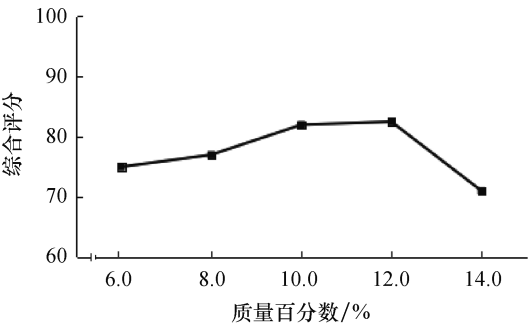


图 4 复配液添加量对乳液综合评分的影响

2.3 护肤乳液的功效评价

护肤乳液的感官、理化指标评价结果见表 4。由表 4 可以看出,制得的护肤乳液的外观、pH、耐热性、耐寒性、离心稳定性、菌落总数符合 GB/T 29665—2013 中的相关标准。试验测定显示,制备的乳液对 DPPH 自由基的清除率达到 68.3%,高于市售某品牌护肤乳液对 DPPH 自由基的清除率(42.9%)。

表 4 护肤乳液的感官和理化指标的评价结果

指标	指标要求	测试结果
外观	均匀一致	均匀、细腻、淡黄色
pH	4.00 ~ 8.50	5.32
耐热性	(40 ± 1) °C 下保持 24 h, 恢复室温后无分层	无变稀、变色、分层
耐寒性	(-8 ± 2) °C 下保持 24 h, 恢复室温后无分层	无变稀、变色、分层
离心稳定性	2 000 r · min ⁻¹ , 30 min 不分层	无分层
菌落总数	小于 10 cfu · g ⁻¹	小于 10 cfu · g ⁻¹

图 5 为使用护肤乳液后皮肤水分含量随时间的变化率。由图 5 可以看出,在 4 h 内,西洋参-枸杞子乳液的保湿效果优于某市售样品,这表明本文制备的护肤乳液具有良好的保湿效果。

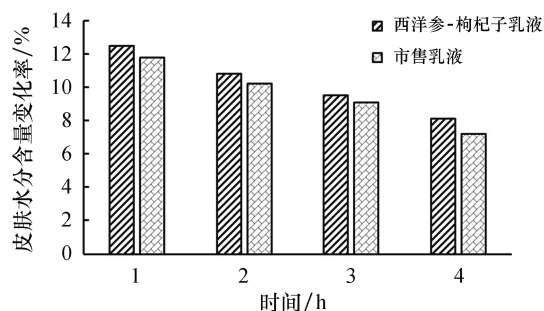


图 5 不同乳液对皮肤水分含量的影响

3 结论

本文用西洋参-枸杞子复配提取液制备了一种抗氧化护肤乳液,该乳液的最佳配方为:4.0% 棕榈酸异辛酯、3.0% 椰子油、3.0% 十八醇、2.0% 丙三醇、0.3% 三乙醇胺、0.3% 卡波姆、0.4% 聚氧乙烯山梨醇酐单油酸酯、2.0% 1,2-丙二醇、0.45% 苯氧乙醇、0.05% 乙基己基甘油、10.0% 西

洋参-枸杞子复配液(体积比为 1:1)、74.5% 超纯水。经测定显示,该乳液的各项指标均符合国家标准,且具有良好的保湿效果和抗氧化性能,因此该西洋参-枸杞子乳液可作为一种良好的护肤类产品进行开发利用。

参考文献:

- [1] CHUNG H Y, KIM D H, LEE E K, et al. Redefining chronic inflammation in aging and age-related diseases: proposal of the senoinflammation concept[J]. Aging and Disease, 2019, 10(2): 367.
- [2] 谢艳君,孔维军,杨美华,等.化妆品中常用中草药原料研究进展[J]. 中国中药杂志, 2015, 40(20): 3925-3931.
- [3] 司雨. 国内外西洋参营养成分及功能因子的研究[D]. 长春:吉林大学, 2021.
- [4] 王秀芬,李静,方光明,等. 枸杞子质量评价研究进展[J]. 中国医药导报, 2020, 17(22): 46-49.
- [5] 韩美子,姜小天,孙志双,等. 基于中药黄芪枸杞的一款抗衰老面膜的制备[J]. 延边大学学报(自然科学版), 2019, 45(4): 344-348.
- [6] 邹圣灿,付中国,蔡兵. 海参西洋参枸杞子口服液对免疫低下小鼠免疫功能的增强作用[J]. 国际药学研究杂志, 2017, 44(6): 556-560.
- [7] 张艳珍,王菲,单斌,等. 枸杞西洋参复合物提高小鼠免疫力效果的研究[J]. 青海农林科技, 2021(4): 23-29.
- [8] 刘汶鹏,王玉娟,裴蕾,等. 超声波辅助提取西洋参多糖及功能饮料的制备[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(13): 55-59.
- [9] 张倩,李书启. 不同提取方法对枸杞多糖提取率及抗氧化活性的影响[J]. 江苏农业科学, 2019, 47(3): 169-173.
- [10] 韦献雅,殷丽琴,钟成,等. DPPH 法评价抗氧化活性研究进展[J]. 食品科学, 2014, 35(9): 317-322.
- [11] 王雪梅,王家恒,吴汉平,等. 抗氧化护肤霜的制备及性能研究[J]. 香料香精化妆品, 2015(4): 47-52.
- [12] 成斌. 模糊综合评判法在洗手液感官评价中的应用[J]. 日用化学工业, 2012, 42(4): 277-279.
- [13] 全国香料香精化妆品标准化技术委员会. GB/T 29665—2013 护肤乳液[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.
- [14] 李晓华,林志秋,许菲菲,等. 保湿剂在红皮病患者中的应用研究[J]. 华西医学, 2015, 30(9): 1697-1698.
- [15] 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.