

汉麻粉中防晒成分的提取条件研究

甘亮¹, 张晨¹, 杨雪芳², 牛玉莲³, 张志伟³

(1. 无限极(中国)有限公司, 广东 江门 529156;

2. 上海应用技术学院, 上海 201418; 3. 上海进瑞实业有限公司, 上海 200062)

摘要:采用乙醇提取法提取汉麻粉中的防晒成分,通过溶液法和 3M 胶带法测定其上层清液和下层沉淀的吸光度,以吸光度为指标优化提取工艺。首先在室温条件下进行初步探索,然后考察提取温度、提取时间和汉麻粉混悬液的质量分数对吸光度的影响。实验结果表明,乙醇提取法可以提取出汉麻粉中的防晒成分(主要吸收波长在 200~350 nm 之间);乙醇提取汉麻粉中防晒成分的较佳条件为:提取温度 55 °C,提取时间 1 h,汉麻粉质量分数 15%。

关键词:防晒化妆品添加剂;汉麻粉;乙醇提取法;紫外吸收性能

中图分类号: TQ658.2⁺⁴ **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-1803(2017)01-0032-04

DOI: 10.13218/j.cnki.csdc.2017.01.007

Study on extraction conditions of ultraviolet absorption components from hemp powder

GAN Liang¹, ZHANG Chen¹, YANG Xue-fang², NIU Yu-lian³, ZHANG Zhi-wei³

(1. Infinitus (China) Company Ltd., Jiangmen, Guangdong 529156, China; 2. Shanghai Institute of Technology, Shanghai 201418, China; 3. Shanghai Jointvace Company Limited, Shanghai 200062, China)

Abstract: Ethanol extraction method was used to extract the ultraviolet (UV) absorption active components in hemp powder. The UV absorbance of the supernatant liquid and the bottom sediment was determined by solution method and 3M tape method respectively. The extraction process was optimized with the UV absorbance as the index. Firstly, the experiment was carried out to explore an appropriate extraction process at room temperature. Then, factors like time, temperature and mass fraction of hemp powder in the suspension were tested to investigate their influence on UV absorbance. Results showed that ethanol is suitable to be used to extract the sunscreen active ingredients in the hemp powder (the main absorption wavelength is between 200 and 350 nm), and the optimum extraction conditions of the sunscreen ingredients are: extraction temperature, 55 °C; extraction time, 1 h; mass fraction of the hemp powder, 15%.

Key words: additive of sunscreen cosmetics; hemp powder; ethanol extraction method; UV absorbing performance

随着人们对紫外线伤害皮肤的认识越来越深入,防晒产品的需求量越来越大^[1,2]。紫外防护机理分为化学紫外线吸收和物理紫外线屏蔽。化学紫外线吸收剂虽然能够减少紫外线的辐射,但多数化学防晒剂是合成的,对皮肤有刺激且容易引起皮肤过敏;物理紫外线屏蔽剂,虽具有屏蔽紫外线的作用,但因其本身的光催化活性、刺激性以及易堵塞毛孔等缺点而对皮肤存在潜在的威胁^[3]。

鉴于现有防晒剂的多重缺陷以及人们对其毒副作用的深入认识,从天然产物中寻找安全、无毒的抗紫外线物质已成为国内外研究的热门课题^[3,4]。由于植物本身的天然性、低刺激、优良的光化学稳定性以及资源丰富等优点,较传统的合成防晒剂更为安全可靠、作用缓和并且具有环保效应。目前,对具有防晒功效的植物如黄芩、槐花、沙棘和芦荟等的研究渐渐步入佳境,已经逐渐应用在化妆品中^[5-7]。

收稿日期:2016-07-07;修回日期:2017-01-05

作者简介:甘亮(1981-),女,江西南昌人,工程师,硕士,电话:13535062129, E-mail: ganliang81@hotmail.com。

研究^[8,9]表明,汉麻植物具有优异的防晒性能,能有效地屏蔽或吸收紫外线,同时还有晒后修复等功效,汉麻纤维是目前已知的防紫外线性能最佳的天然纤维,能有效减少紫外线对人体的损害。因此,关于汉麻粉在天然防晒产品中应用的研究越来越广泛^[10,11]。本文采用乙醇提取法提取汉麻粉中的防晒成分,并考察提取时间、提取温度和汉麻粉混悬液的质量分数对乙醇提取上层清液吸光度(A)的影响,对提取工艺进行优化。

1 实验部分

1.1 主要试剂与仪器

汉麻粉,宁波汉麻工业产品开发有限公司;无水乙醇和 1,2-丙二醇,均为分析纯,国药集团化学试剂有限公司;Tween 80,化学纯,国药集团化学试剂有限公司;524G 恒温磁力搅拌器,上海梅颖浦仪器仪表制造有限公司;RW 20 digital 悬壁搅拌机,德国 IKA 集团;UV-1800 紫外可见分光光度计,日本岛津公司;分析天平,梅特勒-托利多集团;3M Transpore™ 1527-3 胶带,美国 3M 公司;HH-2 数显恒温水浴锅,国华电器有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 汉麻粉防晒成分的提取

汉麻粉由汉麻秆芯磨碎,过 400~500 目筛得到。将汉麻粉和无水乙醇依次加入 100 mL 烧杯中,混合均匀后置于恒温水浴锅中,在 300 r/min 的搅拌速率下进行提取,提取完成后冷却至室温,离心得上层清液和下层沉淀,备用。

1.2.2 吸光度的测定

上层清液的吸光度采用溶液法测定。取上层清液用无水乙醇稀释 100 倍,作待测液;以无水乙醇作参比溶液,使用紫外可见分光光度计在波长 200~400 nm 范围内进行扫描。

下层沉淀的吸光度采用 3M 胶带法。准确称取汉麻粉下层沉淀稀释 100 倍后取 5.5 g,置于 25 mL 烧杯中,加入 1 g Tween 80 及 13.5 g 1,2-丙二醇,磁力搅拌至分散均匀,得下层沉淀的分散液。将 3M 胶带裁剪成 1 cm×4 cm 的长方形,粘贴在载玻片上,用分析天平精确称取下层沉淀分散液 16 mg,均匀涂抹于 3M 胶带上,做好标签后置于 35 °C 恒温干燥箱中,30 min 后取出。将贴有空白胶带的石英比色皿作为参比;将上述粘在载玻片上的样品转移至另外一只石英比色皿的透光表面上,依次进行 200~400 nm 内的波长扫描。

2 结果与讨论

2.1 室温条件下提取时间对吸光度的影响

用 1.2.1 所述的提取方法,在室温(25 °C)条件下分别提取 1,5 和 10 h,测定其上层清液和下层沉淀的吸光度,结果如图 1 和 2 所示。

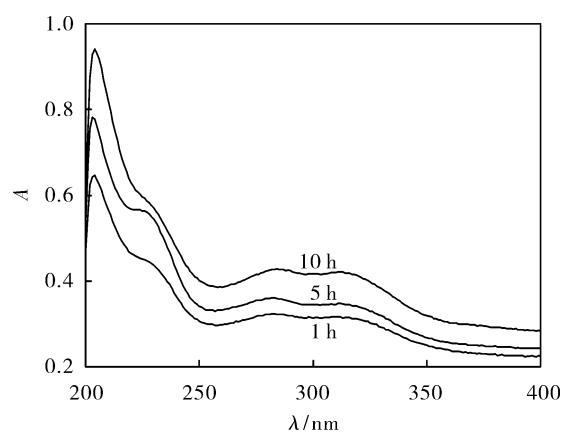


图 1 不同提取时间下上层清液的吸光度

Fig. 1 UV absorbance value of the supernatant liquid with different extraction time

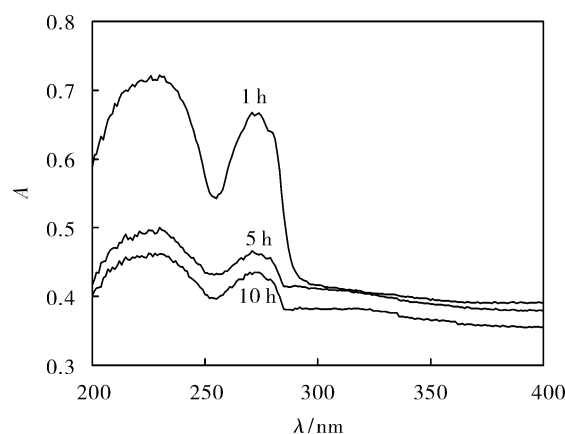


图 2 不同提取时间下下层沉淀的吸光度

Fig. 2 UV absorbance value of the bottom sediment with different extraction time

由图 1 可知,提取时间为 1,5 和 10 h 时,在 200~250 nm 波长范围内均有明显的尖峰,吸光度峰值分别为 0.64,0.78 和 0.94;在 250~350 nm 范围内仍有吸收峰。由此表明乙醇提取法能够提取出汉麻粉中的防晒成分;另外,随着提取时间的增加,吸光度增加,提取率升高。

由图 2 可知,提取 1,5 和 10 h 的汉麻粉下层沉淀均在 200~250 和 250~290 nm 的波长范围内有吸收峰,200~250 nm 内的吸光度峰值分别为 0.71,0.50 和 0.47;下层沉淀的紫外吸收波段与上层清液的一致;随着提取时间的增加,吸光度在 200~290 nm 波长

范围内明显下降,290~400 nm 波长范围内没有明确的尖峰,且吸光度接近,约为0.40。

上述实验结果表明,用乙醇提取后,下层沉淀在200~290 nm 的波段内仍然有吸收峰,说明其仍具有一定的紫外吸收作用;另外,汉麻粉沉淀本身又是细小的纤维,所以还具有一定的物理屏蔽作用;下层沉淀吸光度随时间的变化趋势正好与上层清液的变化相反,证明汉麻粉中的防晒成分在实验时间内大部分被提取;下层沉淀多为乙醇不溶物,这些不溶物仍然具有一定的防晒功效。

2.2 提取条件对吸光度的影响

上述实验通过探索室温条件下汉麻粉防晒成分的吸光度,初步确定了汉麻粉的提取工艺和防晒效果的检测方法。为进一步提高提取效率,分别考察提取温度、提取时间以及汉麻粉混悬液的质量分数对上层清液吸光度的影响。

2.2.1 提取温度

在前期探索实验中,提取温度高于60℃时,乙醇挥发现象严重,在55℃以下乙醇挥发量较少,因此选择55℃作为最高提取温度,温度梯度为30,40,50和55℃,提取时间为1 h,汉麻粉混悬液的质量分数为15%,分别测定上层清液的吸光度,实验结果见图3。

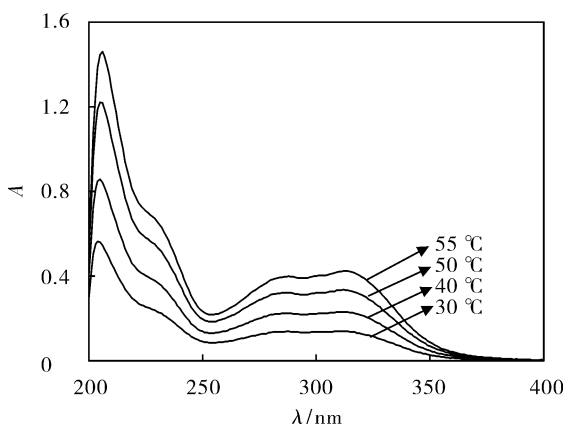


图3 不同提取温度下上层清液的吸光度

Fig. 3 UV absorbance value of the supernatant liquid under different extraction temperature

由图3可知,提取温度分别为30,40,50和55℃时,在200~250和250~350 nm 波长范围内均有形状相似的吸收峰,吸光度峰值分别为0.57,0.87,1.21和1.46;随着提取温度的升高,吸光度呈明显上升的趋势。

2.2.2 提取时间

在汉麻粉混悬液的质量分数为15%,温度为55℃下提取汉麻粉中的防晒成分,提取时间选择1,3,5,7和9 h,分别测定上层清液的吸光度,实验结果见图4。

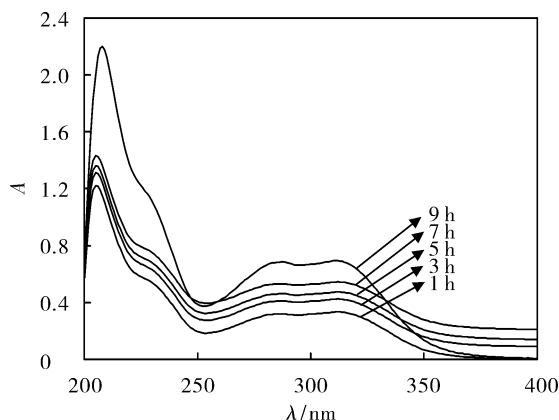


图4 不同提取时间下上层清液的吸光度

Fig. 4 UV absorbance value of the supernatant liquid with different extraction time

由图4可知,提取时间分别为1,3,5,7和9 h时,在200~250和250~350 nm 波长范围内均有形状相似的吸收峰,除了9 h的提取条件下的吸光度峰值较高外,提取1,3,5和7 h的吸光度均非常接近。这可能是由于在该提取条件下,提取时间对提取率的影响不大,但如果提取时间过长,乙醇会过度挥发,从而导致有效防晒成分在上层清液中的浓度增加,吸光度明显上升。综上,提取时间定为1 h比较合适,此时的吸光度峰值为1.2。

2.2.3 汉麻粉混悬液的质量分数

选择质量分数为5%,10%,15%和20%的汉麻粉乙醇混悬液在55℃水浴条件下提取1 h,分别测定上层清液的吸光度,结果见图5。

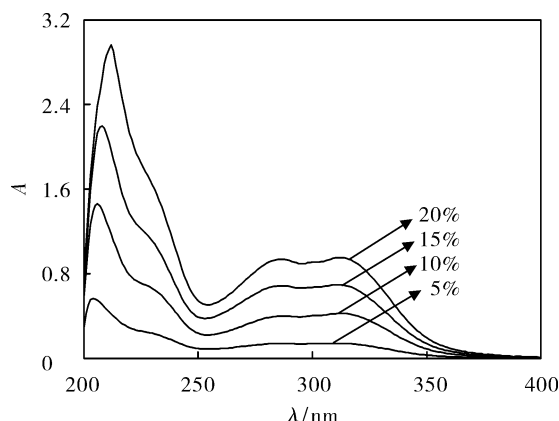


图5 不同汉麻粉混悬液质量分数下上层清液的吸光度

Fig. 5 UV absorbance value of the supernatant liquid obtained from suspension with different mass fraction of hemp powder

由图5可知,4条吸光度曲线在200~250和250~350 nm 波长范围内均有明显的吸收峰,且峰形一致;随着汉麻粉质量分数的增加,吸光度明显增加;当汉麻粉质量分数为20%时,汉麻粉的吸光度最高为3.0,但实验观察到此时提取液呈泥浆状,离心得到的

可用来测试的上层清液太少,故不选择;而汉麻粉质量分数为15%时所得的吸光度较高(为2.2),而且可以获得足够的上层清液,故确定汉麻粉在乙醇混悬液中的质量分数为15%。

2.3 优化提取条件下的吸光度

综合前述实验结果与工艺耗能、耗时情况,得到较佳醇提条件为:提取温度55℃,提取时间1h,汉麻粉混悬液质量分数15%。将较佳提取条件下的上层清液和下层沉淀先分别用乙醇稀释100,250和500倍,后按1.2.2中所述方法测定吸光度,结果见图6和7。

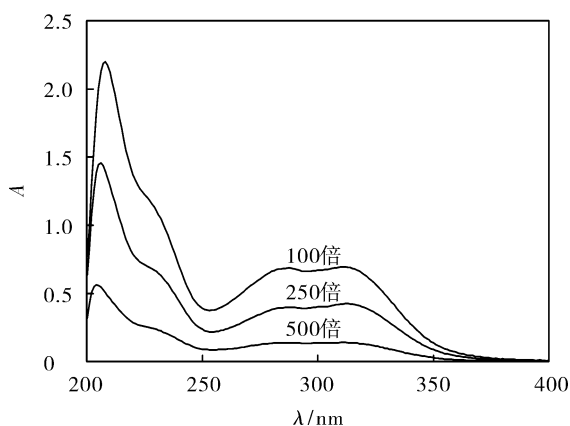


图6 较佳提取条件下上层清液的吸光度随稀释倍数的变化

Fig. 6 UV absorbance value of the supernatant liquid with different dilution ratio under optimum extraction conditions

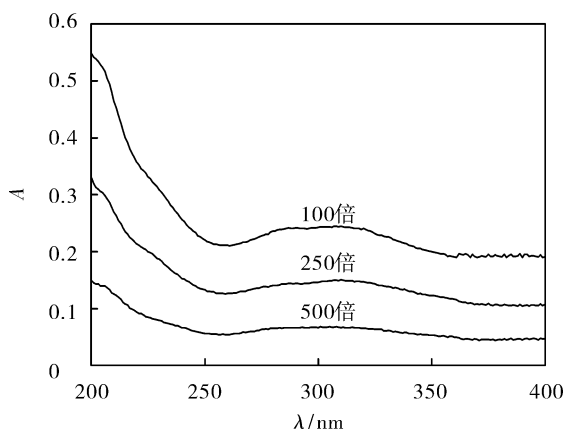


图7 较佳提取条件下下层沉淀的吸光度随稀释倍数的变化

Fig. 7 UV absorbance value of the lower sediment with different dilution ratio under optimum extraction conditions

由图6可知,上层清液稀释后,在200~250和250~350nm波长范围内均出现形状相似的吸收峰,随着稀释倍数的增加,汉麻粉防晒成分的浓度下降,吸光度下降。其中,稀释100倍的上层清液吸光度峰值最高,为2.2。

由图7可知,下层沉淀稀释后,在波长200~250nm范围内仍有吸收峰,但相比上层清液吸光度明显降低,最高值只有0.55,250~300nm范围内吸光度下降且趋于平坦;随着稀释倍数的增加,汉麻粉防晒成分的浓度下降,吸光度下降,与上层清液随稀释倍数的变化正好一致;与图2相比,2个峰明显减小,吸光度明显下降,再次说明汉麻粉中含有防晒成分,可由乙醇提取,而且较佳条件下提取汉麻粉防晒成分更有利于提高提取率。

3 结论

采用乙醇提取法,可提取出汉麻粉中的防晒成分。提取时间、提取温度和汉麻粉混悬液的质量分数都会影响提取效果。较佳提取条件为:提取温度55℃,提取时间1h,汉麻粉质量分数15%。

参考文献:

- [1] 秦文静,张启生,王海明,等. 紫外线防护剂及防晒性能测定方法[J]. 环境与健康杂志,2001,18(6):406.
- [2] 尹鹭,苏宁,王昌涛. 新型防晒剂的应用研究[C]. 2010国际化妆品法规与技术高峰论坛论文集. 2010.
- [3] 于淑娟,郑玉斌,杜杰,等. 防晒剂的发展综述[J]. 日用化学工业,2005,35(4):248-250.
- [4] 胡杰,路婷婷,曹波,等. 五味子乙素抑制UVB对皮肤细胞的损伤及机制研究[C]. 世界中西医结合大会. 2012.
- [5] 王雨来. 具有防晒作用的天然植物[J]. 福建轻纺,2004(4):30.
- [6] 黄珊珊,李利. 天然植物防晒作用研究进展[C]. 2009全国中西医结合皮肤病学术会议论文集. 2009.
- [7] 郑洪艳,庞建平,苏宁,等. 天然植物紫外线防护效果研究[J]. 香料香精化妆品,2013(5):33-35.
- [8] 王玉林. 汉麻植物成分防晒性能研究及其在军用防晒护肤品中的应用[D]. 湛江:广东海洋大学,2013.
- [9] 甘亮,张晨,杨雪芳,等. 汉麻粉的防晒性能研究[J]. 日用化学工业,2016,46(11):638-642.
- [10] Earleywine M. Understanding marijuana [M]. USA: Oxford University Press, 2002.
- [11] 李靖宇. 汉麻生长过程中抗紫外有效成分的分析 and 利用研究[D]. 北京:首都师范大学,2012.

(编辑:李保林)

欢迎投稿 欢迎订阅 欢迎惠登广告