



沙云菲,熊骏威,费婷,等.烟草废弃物提取物的双水相萃取及其化妆品功效研究[J].轻工学报,2024,39(2):80-86,93.
SHA Y F,XIONG J W,FEI T,et al. Two-phase extraction of tobacco waste extract and their cosmetic efficacy[J]. Journal of Light Industry,2024,39(2):80-86,93. DOI:10.12187/2024.02.010

烟草废弃物提取物的双水相萃取及其化妆品功效研究

沙云菲¹,熊骏威¹,费婷¹,吴达¹,任爽^{2,3},蒋汶^{2,3}

1. 上海烟草集团有限责任公司,上海 200082;
2. 上海应用技术大学 香料香精技术与工程学院,上海 201418;
3. 香料香精化妆品省部共建协同创新中心,上海 201418

摘要:采用双水相萃取法制备烟草废弃物提取物,探究不同萃取条件对其中上相多酚得率的影响,并探讨其抗氧化活性、紫外吸收特性和细胞毒性。结果表明:当料液质量比为 1:60,搅拌时间为 30 min, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为 23.3%,乙醇质量分数为 23.5%时,上相多酚得率最高,为 48.59 mg/g;该萃取条件下,烟草废弃物提取物具有较好的抗氧化活性,当质量浓度为 2 mg/mL 时,对 DPPH 自由基清除率达 98%,对 ABTS 自由基清除率达 78%;当提取物质量浓度为 0.5 mg/mL 时,具有较好的紫外吸收特性,有一定的光防护功效;当提取物质量浓度在 0~1.2 mg/mL 范围内时,对 Haca 细胞无细胞毒性,有望成为天然无刺激的功效型化妆品原料。

关键词:烟草废弃物;多酚;双水相萃取法;化妆品;紫外吸收特性;抗氧化活性

中图分类号:TS49 **文献标识码:**A **文章编号:**2096-1553(2024)02-0080-07

0 引言

我国是全球烟草生产和消费第一大国,在烟草种植及卷烟加工过程中,会产生一定量的废次烟叶、烟末等烟草废弃物^[1-3]。烟草废弃物中含有上千种化合物,如多酚类、茄尼醇、蛋白、色素等,其中多酚类物质芦丁、绿原酸作为烟草废弃物的特色成分,已有研究证明其具有显著的抗氧化功效^[4-5],在化妆

品行业中具有广泛的应用前景。

常见的烟草废弃物提取技术包括水浴浸提法、超声微波辅助萃取、超临界流体萃取等,但均存在能耗大、设备要求高、提取物难以分离纯化等问题。近年来,双水相萃取法因成相物质价廉易得、可回收利用、操作简单等优点,被广泛应用于天然产物分离等方面^[6],也常应用于抗生素、酶和蛋白质的萃取。双水相萃取法是指在适当条件下,当一定浓度的某

收稿日期:2023-03-08;修回日期:2023-07-12;出版日期:2024-04-15

基金项目:上海市科委地方能力建设项目(19090503600);上海高校青年教师培养资助计划项目(ZZ202212008);香料香精化妆品省部共建协同创新中心开放课题项目(XTCXC-202101);上海应用技术大学引进人才科研启动项目(YJ2021-89)

作者简介:沙云菲(1980—),女,浙江省鄞县人,上海烟草集团有限责任公司高级工程师,主要研究方向为烟草化学分析与应用技术。E-mail:shayf@sh.tobacco.com.cn

通信作者:费婷(1987—),女,江苏省苏州市人,上海烟草集团有限责任公司高级工程师,主要研究方向为烟草化学。E-mail:feit@sh.tobacco.com.cn

种有机物水溶液与某些无机盐水溶液按一定比例混合时,形成界面清晰且能平衡共存的两个液相,被分离物因在两相中溶解度存在差异而实现分离。双水相体系中含有大量的水,萃取环境相对温和,分离成分能够保持其生物活性^[7]。同时,体系黏度小,既有利于传质^[8],也能够缩短萃取时间,降低能耗。此外,多酚类活性物质具有不同的醇溶性和水溶性,可采用双水相萃取法对多酚物质进行富集,达到初步分离的目的。

根据国家食品药品监督管理局(CFDA)发布的已使用的化妆品原料名称目录^[9],烟草叶提取物可作为天然活性成分应用于化妆品原料开发。目前,有关烟草废弃物提取物直接应用在化妆品的原料开发研究较少。鉴于此,本研究拟以烟草废弃物为研究对象,考查不同萃取条件对其双水相萃取提取物中上相多酶得率的影响,并研究烟草废弃物提取物的抗氧化活性、紫外吸收特性和细胞毒性,以期作为烟草废弃物提取物作为天然抗氧化剂应用于化妆品生产提供数据支撑。

1 材料与方法

1.1 主要材料与试剂

福建龙岩长汀基地 K326 型烟草下三片烟叶废弃物(已采用水蒸气蒸馏法除去烟碱),上海烟草集团有限责任公司;没食子酸,上海阿达玛斯试剂有限公司;福林酚试剂,上海源叶生物有限公司;1,1-二苯基-2-三硝苯肼(DPPH),阿法埃莎(中国)化学有限公司;ABTS(2,2'-联氮-双-3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸),上海阿拉丁生化科技股份有限公司;过硫酸钾,国药集团化学试剂有限公司;PARSOL HS(2-苯基苯并咪唑-5-磺酸),帝斯曼(中国)有限公司;Solfilter TDSA(对苯二亚甲基二樟脑磺酸),靛宣贸易(上海)有限公司;胎牛血清,爱必信(上海)生物科技有限公司;DEME 培养基,铼博(上海)生化科技有限公司;HaCat 细胞,上海应用技术大学实验室保存。实验所用试剂均为分析纯。

1.2 主要仪器与设备

IKA RW20 digital 搅拌机,艾卡(广州)仪器设备有限公司;KQ400DE 超声波清洗机,昆山市超声

仪器有限公司;HybrdMultiMode Reader Synergy H4 多功能酶标仪,美国伯腾仪器有限公司;UV1800 紫外分光光度计,岛津(上海)实验器材有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 成相无机盐的筛选 选择无水乙醇作为小分子有机溶剂,取 $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ 、 KH_2PO_4 、 Na_2HPO_4 、 Na_2SO_4 、 Na_2CO_3 、 $(NH_4)_2SO_4$ 、 NH_4Cl 、 $NaCl$ 、 KCl 为实验无机盐,在室温条件下,分别配制无机盐近饱和水溶液,然后逐滴加入无水乙醇,观察醇相与水相是否形成清晰的相界面,以是否能形成稳定的双水相体系作为适宜无机盐的选择依据。

经前期实验发现, $(NH_4)_2SO_4$ 作为成相无机盐时双水相体系最稳定,因此后续选择 $(NH_4)_2SO_4$ 作为成相无机盐。

1.3.2 双节线相图的绘制 采用浊点滴定法^[10]绘制相图。配制一定质量分数的 $(NH_4)_2SO_4$ 水溶液,逐滴加入无水乙醇,记录滴定至浑浊时加入乙醇的质量和体系总质量;再缓慢滴加蒸馏水,记录滴定至澄清时所滴加蒸馏水的质量及体系总质量;重复上述操作,分别计算 $(NH_4)_2SO_4$ 和无水乙醇的质量分数。以每次滴定澄清时 $(NH_4)_2SO_4$ 质量分数为横坐标,浑浊时乙醇质量分数为纵坐标作图,即为该体系的相图,相图中的曲线为双节线。

1.3.3 烟草废弃物粉末的预处理 将烟草废弃物粉末于 40 ℃ 条件下烘干至恒重,经研磨(时间不超过 2 min)后,置于干燥密闭环境下储存备用^[11]。

1.3.4 没食子酸标准曲线的绘制 采用福林酚法,以没食子酸作为多酚对照品绘制标准曲线^[12]。精确称取没食子酸,配制 1000 μg/mL 的没食子酸母液。将母液分别稀释为 50 μg/mL、60 μg/mL、70 μg/mL、80 μg/mL、90 μg/mL 的没食子酸标准溶液。取各浓度标准溶液 1 mL 于 10 mL 刻度试管中,加入体积分数为 10% 的福林酚试剂 5 mL,混匀,放置 5 min,加入 4 mL 质量分数为 7.5% 的 Na_2CO_3 ,用蒸馏水定容,摇匀后放置 2 h。溶剂试剂为空白,在 765 nm 波长处测定吸光度值,以吸光度值为纵坐标,没食子酸质量浓度为横坐标,绘制标准曲线。

1.3.5 双水相萃取条件的优化 由于上相多酚含量更高,下相富集大量无机盐不利于后期分离,因此

选择上相多酚得率作为评价指标,选取料液质量比(烟草废弃物与双水相体系质量比)、搅拌时间、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数、乙醇质量分数 4 个主要影响因素进行单因素实验,优化提取工艺。

1) 料液质量比对上相多酚得率的影响

配制总质量为 30 g 的乙醇- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 双水相体系,其中 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为 21.6%,乙醇质量分数为 23.5%,分别加入 0.5 g、1.0 g、1.5 g、2.0 g、2.5 g、3.0 g 的烟草废弃物粉末,即料液质量比分别为 1:60、1:30、1:20、1:15、1:12 和 1:10,于 500 r/min 转速下搅拌 30 min 后,于 10 000 r/min 条件下离心 20 min,取上清液,利用福林酚法测定其中多酚含量,选择上相多酚得率最高时的料液质量比为适宜料液质量比。

2) 搅拌时间对上相多酚得率的影响

配制总质量为 30 g 的乙醇- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 双水相体系,其中 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为 21.6%,乙醇质量分数为 23.5%,分别加入 0.5 g 烟草废弃物粉末搅拌 10 min、20 min、30 min、40 min、50 min、60 min,其余步骤同 1),选择上相多酚得率最高时的搅拌时间为适宜搅拌时间。

3) 无机盐质量分数对上相多酚得率的影响

配制总质量为 30 g 的乙醇- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 双水相体系,其中 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为 18.3%、20.0%、21.6%、23.3%、25.0%,乙醇为 23.5%,分别加入 0.5 g 烟草废弃物粉末搅拌 30 min,其余步骤同 1),选择上相多酚得率最高时的无机盐质量分数为适宜无机盐质量分数。

4) 乙醇质量分数对上相多酚得率的影响

配制总质量为 30 g 的乙醇- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 双水相体系,其中 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为 23.3%,乙醇为 17.5%、19.0%、20.5%、22.0%、23.5%,分别加入 0.5 g 烟草废弃物粉末搅拌 30 min,其余步骤同 1),选择上相多酚得率最高时的乙醇质量分数为适宜乙醇质量分数。

1.3.6 烟草废弃物中提取物多酚含量的定量测定 根据《烟草及烟草制品 多酚类化合物绿原酸、茛菪亭和芸香苷的测定》(YC/T 202—2006)^[13]对烟草废弃物提取物中的主要多酚进行精确定量。

1) 色谱条件

色谱柱为 C_{18} (250 mm×4.6 mm×5 μm);流动相 A 相为 $V(\text{水}):V(\text{甲醇}):V(\text{乙酸})=88:10:2$,B 相为 $V(\text{水}):V(\text{甲醇}):V(\text{乙酸})=10:88:2$;色谱柱温 30 $^{\circ}\text{C}$;进样量 20 μL ;检测器为紫外检测器;检测波长 340 nm;参比波长 480 nm;洗脱梯度为 0 min 时 A 相 100%,16.5 min 时 A 相 80%、B 相 20%,30 min 时 A 相 20%、B 相 80%;柱流量 0.5 mL/min。

2) 标准溶液的配制

准确称取绿原酸和芦丁的标准品 100 mg 于 50 mL 的烧杯中,甲醇溶解后,转移到 100 mL 容量瓶中,用 50% 甲醇水溶液定容至刻度线,作为测定母液。逐级稀释为质量浓度分别为 1000.00 $\mu\text{g/mL}$ 、500.00 $\mu\text{g/mL}$ 、250.00 $\mu\text{g/mL}$ 、125.00 $\mu\text{g/mL}$ 、61.25 $\mu\text{g/mL}$ 的多酚标准储备液,并通过 0.45 μm 滤膜过滤。进样量为 20 μL ,以积分峰面积为横坐标,多酚质量浓度为纵坐标,绘制标准曲线。

3) 芦丁、绿原酸的含量测定

分别配制 1 mg/mL 的烟草废弃物提取物水溶液,用 0.45 μm 滤膜过滤。根据积分峰面积及两种多酚 HPLC 标准曲线计算其中芦丁及绿原酸的含量。

1.3.7 抗氧化活性的测定 以最优提取工艺条件萃取烟草废弃物提取物中的多酚,分离上下相后进行冷冻干燥,以 VC 为对照,测定其 DPPH 和 ABTS⁺ 自由基清除率^[14]。

1.3.8 光防护功效分析 烟草废弃物提取物具有较好的水溶性,因此选择水溶性防晒剂作对照,考查其对紫外线的吸收性能。分别配制 10 mg/mL 烟草废弃物提取物、PARSOL HS(2-苯基苯并咪唑-5-磺酸)和 TDSA(对苯二亚甲基二樟脑磺酸)作母液备用;对 PARSOL HS、TDSA 和烟草废弃物提取物水溶液进行适当稀释,使其在紫外区具有明显的紫外吸收,为保证测量结果的准确性,吸光度不能超过 1。

1.3.9 细胞毒性的测定 用 10% 胎牛血清的 DEME 培养基,将 1.5 万/孔的 HaCat 细胞铺入 96 孔板,置于 37 $^{\circ}\text{C}$ 、5% CO_2 恒温培养箱中孵育 24 h 后,以未添加烟草废弃物提取物的细胞为空白对照组,以加入 0.2 mg/mL、0.6 mg/mL、0.8 mg/mL、1.0 mg/mL、1.2 mg/mL 的烟草废弃物提取物的细

胞为实验组,再次置于 37 ℃、5% CO₂ 恒温培养箱中继续培养 12 h,采用 CCK8 法测定细胞活力^[15]。

2 结果与讨论

2.1 烟草废弃物提取物中多酚的萃取

2.1.1 双节线相图的分析 无机盐在水中溶解度较大时,更易形成稳定的双水相体系,根据滴定结果绘制乙醇-(NH₄)₂SO₄ 双水相体系双节线相图,结果见图 1,其中双节线上方为双相区,下方为单相区。由图 1 可知,双节线相图中间区域上下相体积比趋近于 1,体系较为稳定,具有较好的萃取分离效果^[16];靠近双节线两端区域上下相体积差过大,分离效果不明显。

2.1.2 没食子酸标准曲线的绘制 图 2 为没食子酸标准曲线。由图 2 可知,没食子酸标准曲线的 R² 为 0.999 4,表明在该质量浓度范围内,没食子酸质量浓度与吸光度之间呈良好的线性关系,可以用于后续多酚质量浓度的测定。

2.1.3 萃取条件优化结果 图 3 为料液质量比对上相多酚得率的影响。由图 3 可知,随着料液质量比的减小,上相多酚得率不断升高。这可能是因为溶剂占比含量增加,促使萃取过程中烟草废弃物粉末与溶剂接触更为充分,有更多活性物质溶出,进而使上相多酚得率升高。综合考虑成本及节约能源,选择适宜料液质量比为 1 : 60。

图 4 为搅拌时间对上相多酚得率的影响。由图 4 可知,随着搅拌时间的延长,上相多酚得率呈先升

高后降低的趋势;当搅拌时间为 30 min 时,上相多酚得率最高。这可能是由于液料接触时间越长,活性成分溶出越多,但超过一定时间后,多酚物质会被氧化破坏^[16],导致其得率降低。因此,选择适宜搅拌时间为 30 min。

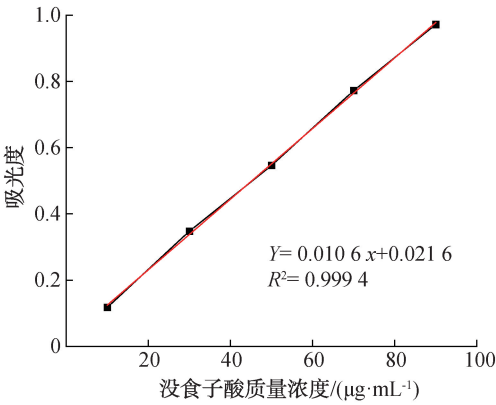


图 2 没食子酸标准曲线
Fig. 2 The standard curve of galic acid

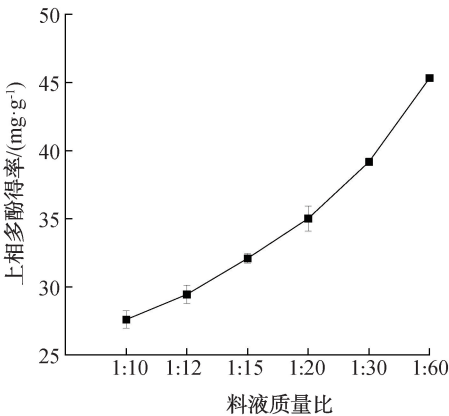


图 3 料液质量比对上相多酚得率的影响
Fig. 3 Effect of material liquid mass ratio on the yield of upper phase polyphenols

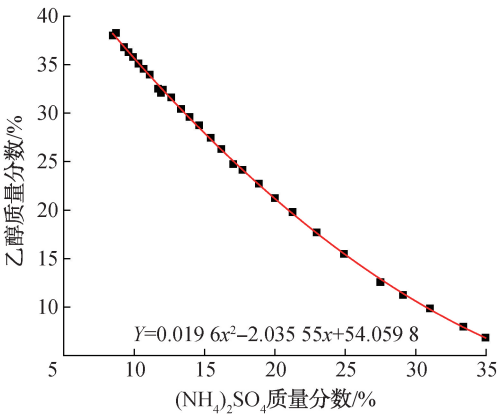


图 1 乙醇-(NH₄)₂SO₄ 双水相体系双节线相图
Fig. 1 Double line phase diagram of ethanol-(NH₄)₂SO₄ two-phase system

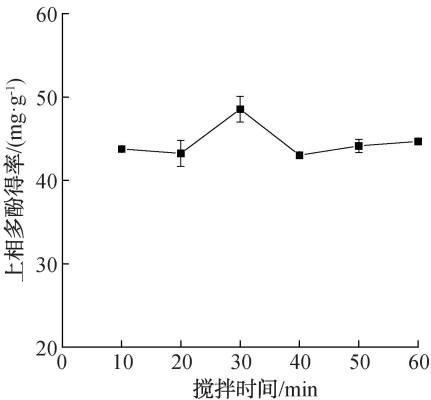


图 4 搅拌时间对上相多酚得率的影响
Fig. 4 Effect of stirring time on the yield of upper phase polyphenols

图 5 为无机盐质量分数对上相多酚得率的影响。由图 5 可知,随着 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数的增加,上相多酚得率呈先升高后降低的趋势;当 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为 23.3% 时,上相多酚得率最高。这可能是因为随着 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数的增加,下相体积不断增大,虽然上相多酚的质量浓度有所增加,但上相体积的减小最终影响了上相多酚的得率。因此,选择适宜 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为 23.3%。

图 6 为乙醇质量分数对上相多酚得率的影响。由图 6 可知,随着乙醇质量分数的增大,上相多酚得率逐渐升高,但当乙醇质量分数增加到一定程度时,不再明显提升,这主要是多酚类物质醇溶性更好,随着乙醇质量分数的增加,上相体积不断增大,促进较多多酚物质富集在上相所致^[17]。考虑到节约能源和成本问题,选择适宜乙醇质量分数为 23.5%。

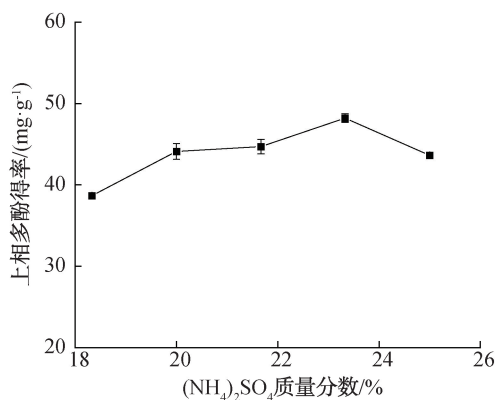


图 5 无机盐质量分数对上相多酚得率的影响

Fig. 5 Effect of inorganic salt mass fraction on the yield of upper phase polyphenols

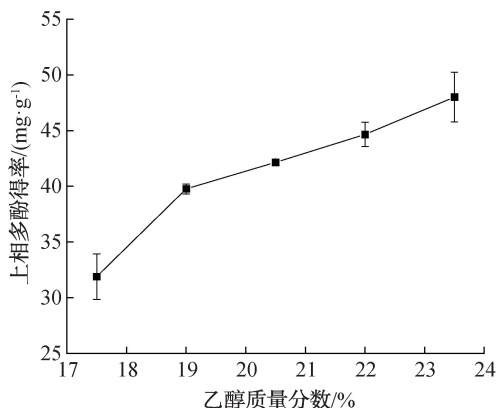


图 6 乙醇质量分数对上相多酚得率的影响

Fig. 6 Effect of ethanol mass fraction on the yield of upper phase polyphenols

综上可知,烟草废弃物提取物中多酚的适宜萃取条件为:料液质量比 1:60,搅拌时间 30 min, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为 23.3%,乙醇质量分数为 23.5%。

通过前期实验发现,采用传统水浸提法进行萃取时,在料液质量比 1:70, 30 ℃ 下浸提 3 h 的多酚得率最高,为 50 mg/g。而采用双水相萃取法,在前文适宜萃取条件下即可达到近似多酚得率 48.59 mg/g。与传统水浸提法相比,在双水相萃取过程中,大多数多酚类物质富集于上相,而糖、蛋白质等杂质富集于下相,不仅大幅缩短萃取时间,降低能耗,同时具有操作简单、条件温和等优点^[18]。周安存等^[19]研究也发现,与双水相萃取法相比,采用乙醇水溶液单相浸提法所得石榴皮多酚得率最低,仅有 12.833%;采用双水相萃取法浸提石榴皮多酚时,由于乙醇沸点较低,更易挥发,能够避免多酚类物质在高温下遭到破坏,因此与丙醇- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 体系相比,乙醇- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 体系可获得更高的多酚得率,与本文研究结果一致。

2.1.4 烟草废弃物提取物中多酚含量的定量验证 根据系列标准溶液所得峰面积进行线性回归,得到绿原酸标准曲线为 $y = 10.79x - 337.17$, $R^2 = 0.9993$, 得到芦丁标准曲线为 $y = 6.0895x + 413.63$, $R^2 = 0.9981$ 。

将芦丁和绿原酸的积分峰面积代入标准曲线进行计算,烟草废弃物提取物中芦丁含量为 10.53 mg/g,绿原酸含量为 31.30 mg/g,可以测得的芦丁及绿原酸总含量为 41.83 mg/g,与采用福林酚法测得的烟草废弃物提取物中多酚含量的测定结果 48.59 mg/g 接近。

2.2 抗氧化功效分析

图 7 为不同质量浓度烟草废弃物提取物的抗氧化活性。由图 7a) 可知,烟草废弃物提取物对 DPPH 的清除效果良好,随着烟草废弃物提取物质量浓度的增大,对 DPPH 自由基的清除率逐渐升高;当烟草废弃物提取物质量浓度为 2 mg/mL 时,对 DPPH 的清除率可达 98%。由图 7b) 可知,烟草废弃物提取物对 ABTS⁺ 自由基的清除效果较好,随着烟草废弃物提取物质量浓度的增大,对 ABTS⁺ 自由基的清除率逐渐升高;当烟草废弃物提取物质量浓

度为 2 mg/mL 时,对 ABTS⁺ 自由基的清除率为 78%。烟草废弃的提取物本身所含有的功效成分有限,在低质量浓度时的抗氧化性弱于 VC,但当质量浓度为 2 mg/mL 时,其对 DPPH 和 ABTS⁺ 自由基的清除率可达 VC 的 80% 左右,表明其具有一定的抗氧化功效。

2.3 光防护功效分析

图 8 为不同质量浓度烟草废弃物提取物的紫外吸收特性。由图 8 可知,对于 UVB 区紫外线(波长 280~320 nm)的吸收能力为烟草废弃物提取物(0.25 mg/mL)<PARSOL HS(0.01 mg/mL)<烟草废弃物提取物(0.50 mg/mL)。对于 UVA 区紫外线(波长 320~400 nm)的吸收能力为烟草废弃物提取物(0.25 mg/mL)<TDSA(0.025 mg/mL)<烟草废弃物提取物(0.50 mg/mL)。这可能是由于烟草废弃物提取物的质量浓度越大,其有效成分含量越高,紫外吸收性能越好。然而,PARSOL HS 需在碱性环境

下溶解,对皮肤具有一定的刺激性;TDSA 在 UVA 区对紫外线吸收效果较好,对 UVB 区防晒能力较弱。虽然低质量浓度的烟草废弃物提取物对紫外线的吸收力弱于 PARSOL HS 和 TDSA,但烟草废弃物提取物作为一种天然来源的活性成分,前述研究已证明其具有较好的抗氧化功效,因此其具有一定的化妆品应用价值。

2.4 细胞毒性

通常认为,细胞活力≥空白对照的 95% 即可表明样品没有细胞毒性。图 9 为不同质量浓度烟草废弃物提取物下 HaCat 细胞的细胞活力。由图 9 可知,空白对照组细胞活力为 100%,烟草废弃物提取物在 0.4~1.2 mg/mL 质量浓度下均表现出对细胞

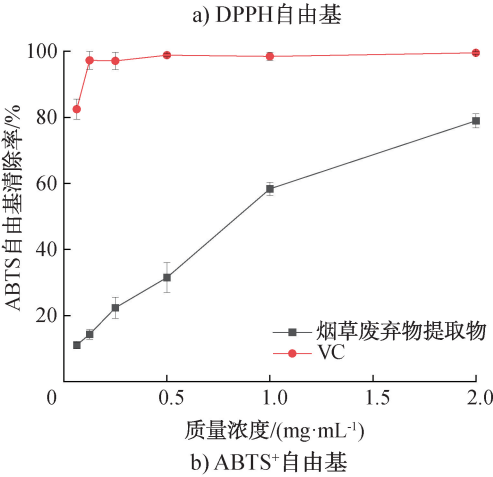
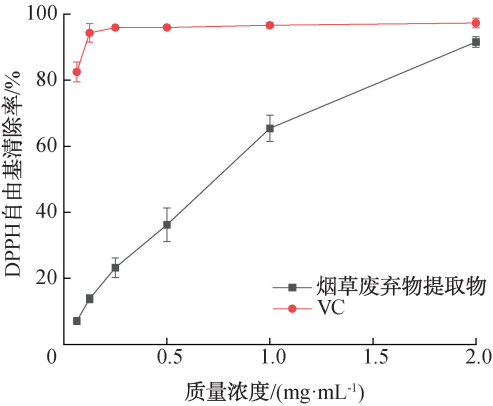


图 7 不同质量浓度烟草废弃物提取物的抗氧化活性

Fig. 7 Antioxidant activity of tobacco waste extracts with different mass concentrations

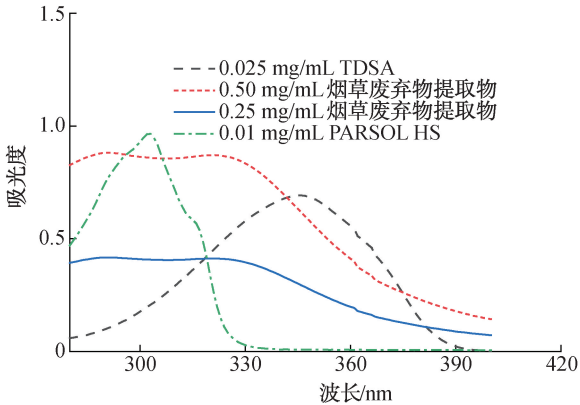


图 8 不同质量浓度烟草废弃物提取物的紫外吸收特性

Fig. 8 Photoprotective effects of tobacco waste extracts with different mass concentrations

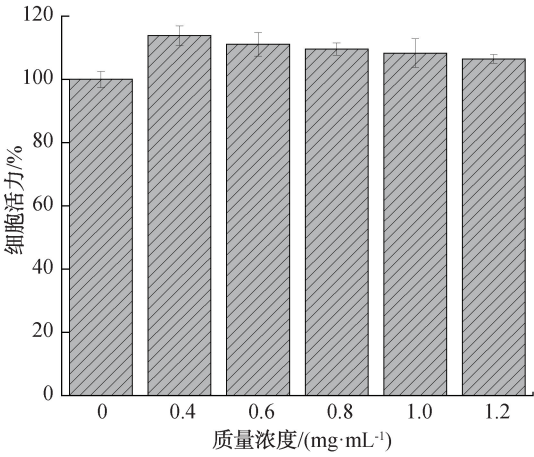


图 9 不同质量浓度烟草废弃物提取物下 HaCat 细胞的细胞活力

Fig. 9 Cell viability of HaCat cells under different concentrations of tobacco waste extracts

没有毒性。继续提高提取物质量浓度会在细胞培养过程中存在不同程度的析出现象,因此未继续考查更大质量浓度下的细胞毒性。

3 结论

本文以烟草废弃物为研究对象,采用双水相萃取法探究上相多酚富集情况,考查萃取条件对上相多酚得率的影响,研究烟草废弃物提取物的体外抗氧化活性、紫外吸收特性和细胞毒性,综合分析了烟草废弃物提取物添加于化妆品的可行性。结果表明,当料液质量比为1:60,搅拌时间为30 min, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量分数为23.3%,乙醇质量分数为23.5%时,上相多酚得率最高;当烟草废弃物提取物质量浓度为2 mg/mL时,其对DPPH和ABTS⁺自由基清除率分别达98%和78%,具有较好的抗氧化活性;当烟草废弃物提取物质量浓度为0.50 mg/mL时,对UVB区、UVA区紫外线的吸收能力分别与0.01 mg/mL PARSOL HS和0.025 mg/mL TDSA相当,具有较好的光防护功效;当烟草废弃物提取物质量浓度为0~1.2 mg/mL时,对HaCat细胞未表现出细胞毒性。后续需要进一步对提取物中活性成分进行定量分析,研究各成分发挥的具体功效,从原理上分析提取物具有不同功效性能的原因,并探讨其作为活性成分添加到化妆品中的应用方向。

本研究可为烟草废弃物提取物作为化妆品天然功效型植物活性成分提供数据支撑,也为烟草废弃物资源的有效利用提供了新的途径及探索方向。

参考文献:

- [1] 王金棒,贾楠,汪志波,等.烟草主要废弃物在多孔材料领域的研究进展[J].烟草科技,2020,53(12):96-105.
- [2] JING Y Q,GAO Y Z,WANG W F,et al. Optimization of the extraction of polysaccharides from tobacco waste and their biological activities[J]. International Journal of Biological Macromolecules,2016,91:188-197.
- [3] YANG Z X,ZHANG S H,LEI L,et al. Combustion behaviours of tobacco stem in a thermogravimetric analyser and a pilot-scale fluidized bed reactor[J]. Bioresource Technology,2012,110:595-602.
- [4] BANOŽIĆ M,BABIĆ J,JOKIĆ S. Recent advances in extraction of bioactive compounds from tobacco industrial waste-a review[J]. Industrial Crops and Products,2020,144:112009.
- [5] VENELINA P,VELIZAR G,TANYA G,et al. Extraction products from tobacco-aroma and bioactive compounds and activities[J]. Current Bioactive Compounds,2015,11(1):31-37.
- [6] ZHANG D Y,ZU Y G,FU Y J,et al. Aqueous two-phase extraction and enrichment of two main flavonoids from pigeon pea roots and the antioxidant activity[J]. Separation and Purification Technology,2013,102:26-33.
- [7] 吴学昊.微波辅助:双水相萃取山豆根中有效成分的研究[D].广州:广东药科大学,2016.
- [8] 姚琴.小分子醇双水相体系的构建及提取大黄蒽醌类成分的研究[D].雅安:四川农业大学,2018.
- [9] 国家药品监督管理局.国家药监局关于发布《已使用化妆品原料目录(2021年版)》的公告(2021年第62号)[EB/OL].(2021-04-27)[2023-01-18].<https://www.nmpa.gov.cn/xxgk/ggtg/hzhpgtg/jmhzhptg/20210430162707173.html>.
- [10] 刘景煜,李晨,肖林刚,等.双水相萃取法分离纯化金针菇子实体多糖[J].食品与发酵工业,2017,43(5):255-260.
- [11] 中国国家标准化管理委员会.烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法:YC/T 31—1996[S].北京:中国标准出版社,1996.
- [12] 中国国家标准化管理委员会.茶叶中茶多酚和儿茶素类含量的检测方法:GB/T 8313—2018[S].北京:中国标准出版社,2018.
- [13] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品 多酚类化合物绿原酸、茛菪亭和芸香苷的测定:YC/T 202—2006[S].北京:中国标准出版社,2006.
- [14] 张冬梅.抗皮肤伤口纤维化结疤的仿生智能基质的构建及应用[D].无锡:江南大学,2020.
- [15] 张婉萍,李旭艳,孙志勇,等.水相介质中CO₂的水合转化效应及皮肤护理应用[J].精细化工,2023,40(5):1082-1089.
- [16] 臧慧静,刘学,孙亚娟,等.双水相萃取法提取地骨皮多酚及抗氧化活性研究[J].应用化工,2021,50(4):855-859,867.
- [17] 李妍,郭成希,周本宏.鞣质类化合物的抑菌机制研究进展[J].中国药师,2019,22(10):1906-1910.
- [18] FU X Q,MA N,SUN W P,et al. Microwave and enzyme co-assisted aqueous two-phase extraction of poly-phenol and lutein from marigold (*Tagetes erecta* L.) flower[J]. Industrial Crops and Products,2018,123:296-302.
- [19] 周安存,汤金梁,冯务群,等.不同方法提取石榴皮多酚得率的研究[J].中医药导报,2011,17(12):68-69.

Preparation of a novel moisturizing agent propylene glycol pyrrolide
and its moisturizing effect on reconstructed tobacco leaves

CHU Wenjuan¹, FAN Wenpeng², GAO Ziting², HAN Lu¹, TIAN Haiying¹,
JI Xiaoming², WAN Jiqiang¹, LAI Miao²

1. Technology Center, China Tobacco Henan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou 450000, China;
2. College of Tobacco, Henan Agricultural University, Zhengzhou 450002, China

Abstract: To overcome the disadvantage of strong moisture absorption of traditional moisturizing agent propylene glycol in heated tobacco products, a new type of moisturizing agent propylene glycol pyrrole ester was prepared, and its thermal behavior and moisture retention effect in reconstituted tobacco leaves were investigated by thermo-gravimetric-derivative thermogravimetry-differential scanning calorimetry, pyrolysis gas chromatography/mass spectrometry and low-field nuclear magnetic resonance imaging. The results showed that: the thermal weight loss interval of propylene glycol pyrrole ester was from 149.9 °C to 400.0 °C, and the maximum weight loss rate 77.39% reached at 298.7 °C. Propylene glycol pyrrole ester was subjected to thermal cracking at 200 °C, 300 °C and 350 °C, and it mainly could crack and decompose to release pyrrolidic acid and propylene glycol, among which propylene glycol could harmonise and reduce the sense of dryness of the tobacco. The moisture retention ability of reconstituted tobacco leaves added with propylene glycol pyrrole ester in low humidity environment was higher than that of the blank group, but lower than that of the propylene glycol group; The area of bound water inside the reconstituted tobacco leaves in a low humidity environment of propylene glycol group, propylene glycol pyrrole ester group and blank group was 75%, 70%, and 68%, respectively. Propylene glycol pyrrole ester could reduce the strong moisture absorption of reconstituted tobacco leaves while maintaining a certain degree of moisture retention.

Key words: propylene glycol pyrrolidine ester; moisturizer; thermal behaviour; reconstructed tobacco leaves; heating cigarette

[责任编辑:王晓波]

(上接第 86 页)

Two-phase extraction of tobacco waste extracts
and their cosmetic efficacy

SHA Yunfei¹, XIONG Junwei¹, FEI Ting¹, WU Da¹, REN Shuang^{2,3}, JIANG Wen^{2,3}

1. Shanghai Tobacco Group Co., Ltd., Shanghai 200082, China;
2. School of Perfume and Aroma Technology, Shanghai Institute of Technology, Shanghai 201418, China;
3. Collaborative Innovation Center of Fragrance Flavour and Cosmetics, Shanghai 201418, China

Abstract: A two-phase aqueous extraction method was established to prepare tobacco waste extracts. The effects of different extraction conditions on the yield of upper phase polyphe nols were studied. The antioxidant activity and UV absorption chaoracteristic were also discussed. The results indicated when the solid-liquid ratio of tobacco waste was 1:60, the stirring time was 30 min, the mass fraction of (NH₄)₂SO₄ was 23.3% and the ethanol was 23.5%, the extraction rate of upper phase polyphenols was the highest, and the content of polyphenol was 48.59 mg/g. The tobacco waste extracts showed good antioxidant activity, and the scavenging rate of DPPH free radical was 98% and ABTS free radical was 78% at the mass concentration of 2 mg/mL. When the mass concentration of the extracts was 0.5 mg/mL, the extracts had good UV absorption and a certain effect of light protection. When the mass concentration of the extracts was within the range of 0~1.2 mg/mL, the extracts had no cytotoxicity to HaCat cells and were expected to become a natural and non-irritating functional cosmetic raw material.

Key words: tobacco waste extract; polyphenol; dual aqueous phase extraction method; cosmetics; UV absorption characteristic; antioxidant activity

[责任编辑:王晓波]