



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110878145 A

(43)申请公布日 2020.03.13

(21)申请号 201911202676.8 *C08L 39/06*(2006.01)  
(22)申请日 2019.11.29 *C08K 3/32*(2006.01)  
(71)申请人 浙江树人学院(浙江树人大学) *C08K 5/07*(2006.01)  
地址 312028 浙江省绍兴市柯桥区杨汛桥 *C08K 5/053*(2006.01)  
镇江夏路2016号  
(72)发明人 余作龙 陶杨匀 徐平 王石磊  
王楠 金建昌 饶桂维 鲍小丽  
(74)专利代理机构 北京轻创知识产权代理有限公司  
公司 11212  
代理人 孟鹏超  
(51)Int.Cl.  
*C08J 3/12*(2006.01)  
*C08L 77/04*(2006.01)  
*C08L 5/08*(2006.01)  
*C08L 91/00*(2006.01)

权利要求书2页 说明书6页

(54)发明名称

秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法

(57)摘要

本发明涉及秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法:第一步,三聚磷酸钠溶液配制;第二步,壳聚糖溶液配制,过滤备用;第三步, $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液配制:称 $\gamma$ -聚谷氨酸、聚乙烯吡咯烷酮和秋葵提取物投入去离子水中配制成 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液并调整pH为5.8-6.2,过滤备用;第四步, $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。第五步,冻干成纳米粒干粉。该秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒稳定性好,具有很好的机械强度以及对离子溶液的吸液性能,成膜性好,另外可以提高秋葵提取物的溶解性。

1. 一种秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,由以下方法制备:

第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成三聚磷酸钠溶液并用有机酸溶液调整pH为6.0-6.5,过滤备用;

第二步,壳聚糖溶液配制:选取壳聚糖投入有机酸溶液中配制成壳聚糖溶液,搅拌溶胀16-20h,取溶胀后的壳聚糖溶液调整pH至6.0-6.5,过滤备用;

第三步, $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液配制:称 $\gamma$ -聚谷氨酸、聚乙烯吡咯烷酮和秋葵提取物投入去离子水中配制成 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液并调整pH为5.8-6.2,过滤备用;

第四步, $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

第五步,将第四步制得的 $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒冻干成纳米粒干粉;所述秋葵提取物为秋葵黄酮和秋葵籽油质量比(1-3):2的混合物,添加量为 $\gamma$ -聚谷氨酸质量的5-8%。

2. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,所述的秋葵黄酮为质量分数1.5-2.5%秋葵酮的1,3-丙二醇溶液,其制备方法为:将黄秋葵叶干燥,粉碎,加3-5倍质量1,3-丙二醇升温至50-90℃浸渍1-2小时,压滤得到秋葵黄酮的1,3-丙二醇溶液。

3. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,所述的秋葵籽油为质量分数12-15%秋葵籽油的甘油混合物,其制备方法为:将秋葵籽碾压成粉末,炒熟,在水蒸气中蒸0.5-1小时,加入2-3倍质量的无水乙醇和1-2倍质量的甘油,加0.5-1.0%钨磷杂多酸PW12粉末为催化剂,保持乙醇回流,80℃以下蒸发乙醇和水,压滤剩余物,得到秋葵籽油的甘油混合物。

4. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,第一步中,取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成1.5-2.5mg/ml的三聚磷酸钠溶液并用0.3-0.5% (v/v) 的有机酸溶液调整pH为6.0-6.5。

5. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,第二步中,选取50-90kDa分子量的壳聚糖投入0.3-0.5% (v/v) 有机酸溶液中配制成2-3mg/ml的壳聚糖溶液,溶胀后的壳聚糖溶液用0.08-0.1mol/L的碱溶液调整pH。

6. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,第三步中,称取300-400g  $\gamma$ -聚谷氨酸和15-25g聚乙烯吡咯烷酮投入1L去离子水中配制成 $\gamma$ -聚谷氨酸溶液并用0.3-0.5% (v/v) 有机酸溶液调整pH。

7. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,第四步中,将 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮溶液与三聚磷酸钠溶液混合后以3-4滴/秒的速度滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

8. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,第五步中,冻干的温度为-80至-60℃。

9. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,有机酸为醋酸、甲酸和柠檬酸中的任意一种。

10. 根据权利要求1所述秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,其特征在于,

碱溶液为氢氧化钠水溶液或者氨水或者碳酸氢钠水溶液。

## 秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,属于凝胶加工技术领域。

### 背景技术

[0002] 秋葵是一种常见的草本植物,富含维生素、矿物质、多糖、黄酮、果胶、锌和硒等多种营养物质,具有抗氧化、抗肿瘤和降血脂等多种功效,具有较高的食用价值和药用价值。

[0003] 特别是秋葵中含有黏性多糖胶质,它是由半乳糖、阿拉伯糖和鼠李糖等构成的多糖与蛋白质形成的共价复合物,同时含有较高含量的黄酮,具有很好的保湿、增稠、抗氧化和美白效果,作为天然植物化妆品的保湿剂、增稠剂、美白剂和抗氧化剂具有很好的开发应用前景。

[0004]  $\gamma$ -聚谷氨酸( $\gamma$ -PGA)是以枯草芽孢杆菌通过发酵技术制备的一种高分子化合物,是由L-谷氨酸、D-谷氨酸单体通过酰胺键聚合而成的一种多肽分子。它的分子链中有活性很强的-COOH基团,被发现有很多可利用的功能,如吸水性、保湿性及吸附重金属等,同时单体谷氨酸属于氨基酸,降解后不会造成任何污染,是环境友好型材料。 $\gamma$ -聚谷氨酸由于含有较多的羧基和活性基团,故其具有较强的保水性和缓释性,这两方面的性质使其在保健品、医药品和化妆品具有广泛的应用。

[0005] 但在使用中普遍发现, $\gamma$ -聚谷氨酸水凝胶吸水后变得软弱,机械性能较差,在应用上会有很大局限。此外, $\gamma$ -聚谷氨酸水凝胶对纯水可达到数千倍的吸水,但在离子溶液环境如盐水中,水凝胶的吸液能力会出现大幅下降。在实际应用中,水凝胶常处于需要一定力学强度的环境与有一定浓度的离子环境中。因此提高水凝胶的机械性能和对离子溶液的吸液性能是亟待解决的问题。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的在于解决现有技术的不足,提供一种秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的制备方法,该秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒稳定性好,具有很好的机械强度以及对离子溶液的吸液性能,该方法工艺设计合理,易于工业化生产,产品质量可靠。

[0007] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0008] 一种秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,由以下方法制备:

[0009] 第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成三聚磷酸钠溶液并用有机酸溶液调整pH为6.0-6.5,过滤备用;

[0010] 第二步,壳聚糖溶液配制:选取壳聚糖投入有机酸溶液中配制成壳聚糖溶液,搅拌溶胀16-20h,取溶胀后的壳聚糖溶液调整pH至6.0-6.5,过滤备用;

[0011] 第三步, $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液配制:称  $\gamma$ -聚谷氨酸、聚乙烯吡咯烷酮和秋葵提取物投入去离子水中配制成  $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液并调整pH为5.8-6.2,过滤备用;

[0012] 第四步,  $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将  $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

[0013] 第五步,将第四步制得的  $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒冻干成纳米粒干粉;所述秋葵提取物为秋葵黄酮和秋葵籽油质量比(1-3):2的混合物,添加量为  $\gamma$ -聚谷氨酸质量的5-8%。

[0014] 实践中发现,三聚磷酸钠一方面可以促溶、分散,改善  $\gamma$ -聚谷氨酸水凝胶吸水膨胀的均一性,避免局部性能缺陷,导致整体强度不足,另外,其可以螯合  $\gamma$ -聚谷氨酸溶液中存在的离子,降低离子强度,由于离子强度与水凝胶吸附倍率的5/3次方成反比,让  $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒的吸盐水倍率显著提高。其次,PVP作为一种合成水溶性高分子化合物,具有水溶性高分子化合物的一般性质,包括成膜性和增溶作用,实践中发现,添加一定量的聚乙烯吡咯烷酮能够显著提高  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶的成膜性,另外可以提高药物载体(秋葵提取物)负载效果和渗透效果。

[0015] 优选的,所述的秋葵黄酮为质量分数1.5-2.5%秋葵酮的1,3-丙二醇溶液,其制备方法为:将黄秋葵叶干燥,粉碎,加3-5倍质量1,3-丙二醇升温至50-90℃浸渍1-2小时,压滤得到秋葵黄酮的1,3-丙二醇溶液。

[0016] 优选的,所述的秋葵籽油为质量分数12-15%秋葵籽油的甘油混合物,其制备方法为:将秋葵籽碾压成粉末,炒熟,在水蒸气中蒸0.5-1小时,加入2-3倍质量的无水乙醇和1-2倍质量的甘油,加0.5-1.0%钨磷杂多酸PW12粉末为催化剂,保持乙醇回流,80℃以下蒸发乙醇和水,压滤剩余物,得到秋葵籽油的甘油混合物。

[0017] 优选的,一种秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,由以下方法制备:

[0018] 第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成1.5-2.5mg/ml的三聚磷酸钠溶液并用0.3-0.5% (v/v) 的有机酸溶液调整pH为6.0-6.5,微孔滤膜过滤备用;

[0019] 第二步,壳聚糖溶液配制:选取50-90kDa分子量的壳聚糖投入0.3-0.5% (v/v) 有机酸溶液中配制成2-3mg/ml的壳聚糖溶液,搅拌溶胀16-20h,取溶胀后的壳聚糖溶液用0.08-0.1mol/L的碱溶液调整pH至6.0-6.5,微孔滤膜过滤备用;

[0020] 第三步,  $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液配制:称取300-400g  $\gamma$ -聚谷氨酸和15-25g聚乙烯吡咯烷酮、秋葵提取物投入1L去离子水中配制成  $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液并用0.3-0.5% (v/v) 有机酸溶液调整pH为5.8-6.2,微孔滤膜进行过滤,备用;

[0021] 第四步,  $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将  $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

[0022] 优选的,有机酸为醋酸、甲酸和柠檬酸中的任意一种。

[0023] 优选的,碱溶液为氢氧化钠水溶液或者氨水或者碳酸氢钠水溶液。

[0024] 有益效果:

[0025] 该秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒稳定性好,具有很好的机械强度以及对离子溶液的吸液性能,成膜性好,另外可以提高秋葵提取物的溶解性,改善纳米粒的秋葵提取物负载效果和渗透效果。本发明的方法工艺设计合理,易于工业化生产,产品质量可靠。

## 具体实施方式

[0026] 实施例1:

[0027] 一种秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,由以下方法制备:

[0028] 第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成1.5mg/ml的三聚磷酸钠溶液并用0.3% (v/v)的有机酸溶液调整pH为6.0,微孔滤膜过滤备用;

[0029] 第二步,壳聚糖溶液配制:选取50kDa分子量的壳聚糖投入0.3% (v/v)有机酸溶液中配制成2mg/ml的壳聚糖溶液,搅拌溶胀16h,取溶胀后的壳聚糖溶液用0.08mol/L的碱溶液调整pH至6.0,微孔滤膜过滤备用;

[0030] 第三步, $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液配制:称取300g $\gamma$ -聚谷氨酸、15g聚乙烯吡咯烷酮和15g黄秋葵提取物投入1L去离子水中配制成 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液并用0.3% (v/v)有机酸溶液调整pH为5.8,微孔滤膜进行过滤,备用;

[0031] 第四步, $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光

[0032] 第五步,将第四步制得的 $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒冻干成纳米粒干粉,所述秋葵提取物为秋葵黄酮和秋葵籽油质量比1:2的混合物。

[0033] 实施例1中,有机酸为醋酸,碱溶液为氢氧化钠水溶液。所述的秋葵黄酮为质量分数1.5%秋葵酮的1,3-丙二醇溶液,其制备方法为:将黄秋葵叶干燥,粉碎,加5倍质量1,3-丙二醇升温至50℃浸渍2小时,压滤得到秋葵黄酮的1,3-丙二醇溶液。

[0034] 所述的秋葵籽油为质量分数12%秋葵籽油的甘油混合物,其制备方法为:将秋葵籽碾压成粉末,炒熟,在水蒸气中蒸0.5小时,加入2倍质量的无水乙醇和2倍质量的甘油,加0.5%钨磷杂多酸PW12粉末为催化剂,保持乙醇回流,80℃以下蒸发乙醇和水,压滤剩余物,得到秋葵籽油的甘油混合物。

[0035] 实施例1的秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,在生理盐水中溶胀平衡后测得吸盐水倍率为45.5倍,基于吸水膨胀后的凝胶体,参照国标测得压缩强力为639.8Mpa,拉伸强度为2.15Mpa,拉伸断裂伸长率为180%,优于现有技术。

[0036] 实施例2

[0037] 一种秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,由以下方法制备:

[0038] 第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成2.5mg/ml的三聚磷酸钠溶液并用0.5% (v/v)的有机酸溶液调整pH为6.5,微孔滤膜过滤备用;

[0039] 第二步,壳聚糖溶液配制:选取90kDa分子量的壳聚糖投入0.5% (v/v)有机酸溶液中配制成3mg/ml的壳聚糖溶液,搅拌溶胀20h,取溶胀后的壳聚糖溶液用0.1mol/L的碱溶液调整pH至6.5,微孔滤膜过滤备用;

[0040] 第三步, $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液配制:称取400g $\gamma$ -聚谷氨酸和25g聚乙烯吡咯烷酮、32g秋葵提取物投入1L去离子水中配制成 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液并用0.5% (v/v)有机酸溶液调整pH为6.2,微孔滤膜进行过滤,备用;

[0041] 第四步, $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

[0042] 第五步,将第四步制得的 $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒冻干成纳米粒干粉。

[0043] 所述秋葵提取物为秋葵黄酮和秋葵籽油质量比3:2的混合物,所述的秋葵黄酮为质量分数2.5%秋葵酮的1.3-丙二醇溶液,其制备方法为:将黄秋葵叶干燥,粉碎,加3倍质量1.3-丙二醇升温至90℃浸渍1小时,压滤得到秋葵黄酮的1.3-丙二醇溶液。

[0044] 所述的秋葵籽油为质量分数15%秋葵籽油的甘油混合物,其制备方法为:将秋葵籽碾压成粉末,炒熟,在水蒸气中蒸1小时,加入3倍质量的无水乙醇和1倍质量的甘油,加1.0%钨磷杂多酸PW12粉末为催化剂,保持乙醇回流,80℃以下蒸发乙醇和水,压滤剩余物,得到秋葵籽油的甘油混合物。

[0045] 实施例2中,有机酸为柠檬酸,碱溶液为氨水。

[0046] 实施例2的秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,在生理盐水中溶胀平衡后测得吸盐水倍率为42.1倍,基于吸水膨胀后的凝胶体,参照国标测得压缩强力为632.0Mpa,拉伸强度为2.02Mpa,拉伸断裂伸长率为169%,优于现有技术。

[0047] 实施例3

[0048] 一种秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,由以下方法制备:

[0049] 第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成2.0mg/ml的三聚磷酸钠溶液并用0.4%(v/v)的有机酸溶液调整pH为6.2,微孔滤膜过滤备用;

[0050] 第二步,壳聚糖溶液配制:选取60kDa分子量的壳聚糖投入0.4%(v/v)有机酸溶液中配制成2.5mg/ml的壳聚糖溶液,搅拌溶胀18h,取溶胀后的壳聚糖溶液用0.09mol/L的碱溶液调整pH至6.2,微孔滤膜过滤备用;

[0051] 第三步, $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液配制:称取350g $\gamma$ -聚谷氨酸和20g聚乙烯吡咯烷酮、21g秋葵提取物投入1L去离子水中配制成 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液并用0.4%(v/v)有机酸溶液调整pH为6.0,微孔滤膜进行过滤,备用;

[0052] 第四步, $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

[0053] 第五步,将第四步制得的 $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒冻干成纳米粒干粉

[0054] 实施例3中,有机酸为醋酸,碱溶液为氢氧化钠水溶液。

[0055] 所述秋葵提取物为秋葵黄酮和秋葵籽油质量比1:1的混合物,所述的秋葵黄酮为质量分数2.0%秋葵酮的1.3-丙二醇溶液,其制备方法为:将黄秋葵叶干燥,粉碎,加4倍质量1.3-丙二醇升温至70℃浸渍1.5小时,压滤得到秋葵黄酮的1.3-丙二醇溶液。

[0056] 所述的秋葵籽油为质量分数13%秋葵籽油的甘油混合物,其制备方法为:将秋葵籽碾压成粉末,炒熟,在水蒸气中蒸0.75小时,加入3倍质量的无水乙醇和1.5倍质量的甘油,加0.75%钨磷杂多酸PW12粉末为催化剂,保持乙醇回流,80℃以下蒸发乙醇和水,压滤剩余物,得到秋葵籽油的甘油混合物。

[0057] 实施例3的秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,在生理盐水中溶胀平衡后测得吸盐水倍率为47.5倍,基于吸水膨胀后的凝胶体,参照国标测得压缩强力为645.8Mpa,拉伸强度为2.28Mpa,拉伸断裂伸长率为187%,优于现有技术。

[0058] 实施例4

[0059] 一种秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,由以下方法制备:

[0060] 第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成2.2mg/ml的三聚磷酸钠溶液并用0.35% (v/v) 的有机酸溶液调整pH为6.3,微孔滤膜过滤备用;

[0061] 第二步,壳聚糖溶液配制:选取80kDa分子量的壳聚糖投入0.35% (v/v) 有机酸溶液中配制成2.0mg/ml的壳聚糖溶液,搅拌溶胀16h,取溶胀后的壳聚糖溶液用0.1mol/L的碱溶液调整pH至6.2,微孔滤膜过滤备用;

[0062] 第三步, $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液配制:称取380g  $\gamma$ -聚谷氨酸和20g聚乙烯吡咯烷酮、26.6g秋葵提取物投入1L去离子水中配制成 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液并用0.35% (v/v) 有机酸溶液调整pH为6.1,微孔滤膜进行过滤,备用;

[0063] 第四步, $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将 $\gamma$ -聚谷氨酸-聚乙烯吡咯烷酮-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

[0064] 实施例4中,有机酸为醋酸,碱溶液为氢氧化钠水溶液。

[0065] 所述秋葵提取物为秋葵黄酮和秋葵籽油质量比3:2的混合物,

[0066] 所述秋葵提取物为秋葵黄酮和秋葵籽油质量比1:1的混合物,所述的秋葵黄酮为质量分数2.0%秋葵酮的1.3-丙二醇溶液,其制备方法为:将黄秋葵叶干燥,粉碎,加4倍质量1.3-丙二醇升温至70℃浸渍1.5小时,压滤得到秋葵黄酮的1.3-丙二醇溶液。

[0067] 所述的秋葵籽油为质量分数13%秋葵籽油的甘油混合物,其制备方法为:将秋葵籽碾压成粉末,炒熟,在水蒸气中蒸0.75小时,加入3倍质量的无水乙醇和1.5倍质量的甘油,加0.75%钨磷杂多酸PW12粉末为催化剂,保持乙醇回流,80℃以下蒸发乙醇和水,压滤剩余物,得到秋葵籽油的甘油混合物。

[0068] 第五步,将第四步制得的 $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒冻干成纳米粒干粉。

[0069] 实施例4的秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,在生理盐水中溶胀平衡后测得吸盐水倍率为47.2倍,基于吸水膨胀后的凝胶体,参照国标测得压缩强力为632.0Mpa,拉伸强度为2.19Mpa,拉伸断裂伸长率174.5%,优于现有技术。

[0070] 对比例1

[0071] 一种秋葵提取物 $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,由以下方法制备:

[0072] 第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成2.0mg/ml的三聚磷酸钠溶液并用0.4% (v/v) 的有机酸溶液调整pH为6.2,微孔滤膜过滤备用;

[0073] 第二步,壳聚糖溶液配制:选取60kDa分子量的壳聚糖投入0.4% (v/v) 有机酸溶液中配制成2.5mg/ml的壳聚糖溶液,搅拌溶胀18h,取溶胀后的壳聚糖溶液用0.09mol/L的碱溶液调整pH至6.2,微孔滤膜过滤备用;

[0074] 第三步, $\gamma$ -聚谷氨酸溶液配制:称取350g  $\gamma$ -聚谷氨酸和17.5g秋葵提取物投入1L去离子水中配制成 $\gamma$ -聚谷氨酸-秋葵提取物溶液并用0.4% (v/v) 有机酸溶液调整pH为6.0,微孔滤膜进行过滤,备用;

[0075] 第四步, $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将 $\gamma$ -聚谷氨酸-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

[0076] 第五步,将第四步制得的 $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒冻干成纳米粒干粉,

[0077] 有机酸为醋酸,碱溶液为氢氧化钠水溶液,秋葵提取物的构成及制备方法同实施例3。

[0078] 对比例2

[0079] 一种秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,由以下方法制备:

[0080] 第一步,三聚磷酸钠溶液配制:取三聚磷酸钠投入去离子水中配制成2.2mg/ml的三聚磷酸钠溶液并用0.35% (v/v) 的有机酸溶液调整pH为6.3,微孔滤膜过滤备用;

[0081] 第二步,壳聚糖溶液配制:选取80kDa分子量的壳聚糖投入0.35% (v/v) 有机酸溶液中配制成2.0mg/ml的壳聚糖溶液,搅拌溶胀16h,取溶胀后的壳聚糖溶液用0.1mol/L的碱溶液调整pH至6.2,微孔滤膜过滤备用;

[0082] 第三步,  $\gamma$ -聚谷氨酸溶液配制:称取380g  $\gamma$ -聚谷氨酸和30.4g秋葵提取物投入1L去离子水中配制成  $\gamma$ -聚谷氨酸-秋葵提取物溶液并用0.35% (v/v) 有机酸溶液调整pH为6.1,微孔滤膜进行过滤,备用;

[0083] 第四步,  $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒制备:将  $\gamma$ -聚谷氨酸-秋葵提取物溶液与三聚磷酸钠溶液混合后滴加到壳聚糖溶液中直至出现明显蓝色乳光。

[0084] 有机酸为醋酸,碱溶液为氢氧化钠水溶液。

[0085] 第五步,将第四步制得的  $\gamma$ -聚谷氨酸纳米粒冻干成纳米粒干粉,秋葵提取物的构成及制备方法同实施例4。

[0086] 实施例1-4的秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒与对比例1-2的秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒的成膜性和增溶作用进行验证如下:

[0087] 1.关于成膜性

[0088] 实施例1-4的秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒与对比例1-2的秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒分别各取50g加水至充分溶胀后,然后于洁净的玻璃平板上铺膜,铺膜厚度1cm,自然风干,实践中发现实施例1-4的秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒成膜性好,平整性好,成膜均一。对比例1-2的秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒成膜性劣于添加过PVK的,局部存在均一性差的问题。

[0089] 2.关于增溶作用

[0090] 实施例1-4的秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒制成的凝胶对秋葵提取物有效成分的增溶作用明显强于对比例1-2的秋葵提取物  $\gamma$ -聚谷氨酸凝胶纳米粒,表现在用于保湿、增稠和美白时实施例1-4的使用者感受明显改善。在申请人所在的公开选修课课堂中,100位学生进行了使用测试,反馈信息显示,喜欢实施例1-4的比例占到92%。

[0091] 以上所述的实施例只是本发明的一种较佳的方案,并非对本发明作任何形式上的限制,在不超出权利要求所记载的技术方案的前提下还有其它的变体及改型。