



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 108042458 B

(45) 授权公告日 2021. 11. 23

(21) 申请号 201810023344.2

A61K 8/34 (2006.01)

(22) 申请日 2018.01.10

A61Q 19/02 (2006.01)

A61Q 19/08 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 108042458 A

审查员 张铮

(43) 申请公布日 2018.05.18

(73) 专利权人 中国科学院昆明植物研究所

地址 650201 云南省昆明市蓝黑路132号

(72) 发明人 杨柳 胡江苗 袁明焱 邝梦婷

李金玉 周俊 杨晓蓓 颜莎

(74) 专利代理机构 北京煦润律师事务所 11522

代理人 梁永芳

(51) Int. Cl.

A61K 8/9794 (2017.01)

A61K 8/49 (2006.01)

A61K 8/37 (2006.01)

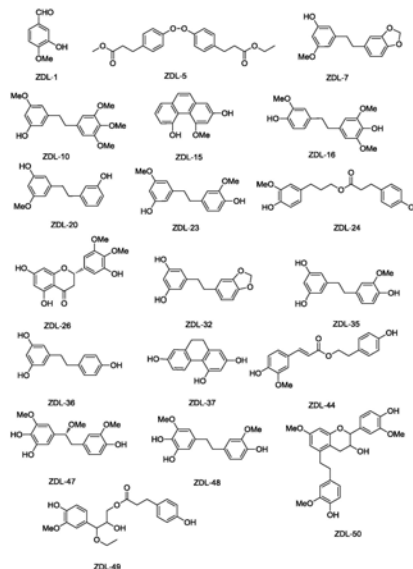
权利要求书1页 说明书15页 附图1页

(54) 发明名称

美花石斛提取物及其在制备化妆品中的应用

(57) 摘要

本发明公开了一种美花石斛(别称粉花石斛,学名:Dendrobium loddigesii Rolfe)提取物及其中单体化合物,它们的制备方法,它们在制备化妆品中的应用。本发明的美花石斛提取物及单体化合物具有美白、抗衰老功效。

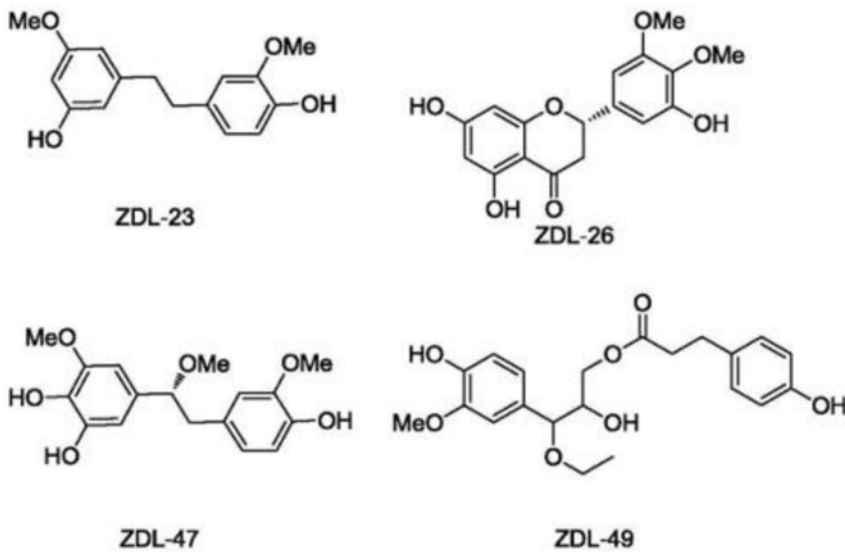


1. 美花石斛活性部位富集物在制备具有美白功效的化妆品中的应用, 其中, 其由下述方法之一制备而得:

美花石斛茎切断, 0-100%的乙醇回流提取两次, 每次2h, 其中, 美花石斛茎和乙醇的重量体积比w:v为1:6; 合并提取液减压浓缩得浸膏, 拌样上MCI柱, 乙醇0-100%洗脱, 减压浓缩得美花石斛活性部位富集物;

美花石斛茎粉末, 0-100%的乙醇回流提取两次, 每次2h, 其中, 美花石斛茎和乙醇的重量体积比w:v为1:6; 合并提取液减压浓缩得浸膏, 过大孔树脂D101柱, 乙醇0-100%洗脱, 减压浓缩得美花石斛活性部位富集物;

该富集物中含有下述4种化合物, 且该4种化合物重量百分比占整个富集物的20%-40%,



2. 具有美白功效的化妆品, 其由权利要求1所述的美花石斛活性部位富集物与化妆品常用基料所组成。

3. 权利要求1中的美花石斛活性部位富集物中所含的4种化合物的制备方法, 其特征在于, 该方法包括下述步骤:

干燥美花石斛茎粉碎后, 乙醇0-100%室温浸泡3次, 减压浓缩浸膏溶于水, 依次用乙酸乙酯与正丁醇萃取, 分别得乙酸乙酯部分和正丁醇部分, 分别得活性部位萃取物, 乙酸乙酯部分溶解, 吸附于450g硅胶200-300目经硅胶柱层析石油醚-丙酮梯度洗脱15:1-0:1, 经TLC检测, 合并为22个组分Fr.1-22, Fr.11经正相硅胶柱, MCI洗脱, 得护肤美白活性化合物ZDL-49; Fr.16经正相硅胶柱, MCI洗脱得Fr.16.4, 再经Sephadex LH-20洗脱, 得护肤美白活性化合物ZDL-23; Fr.18经正相硅胶柱, MCI, Sephadex LH-20洗脱, 得护肤美白活性化合物ZDL-26; Fr.19经MCI0-100乙醇洗脱得Fr.19.6, 经Sephadex LH-20洗脱得Fr.19.6.3.2, 经HPLC制备得护肤美白活性化合物ZDL-47。

美花石斛提取物及其在制备化妆品中的应用

技术领域

[0001] 本发明属于生物医药及化妆品领域。具体涉及一种具有美白作用的美花石斛提取物以及其中的单体化合物。本发明所述美花石斛提取物及其中单体化合物具有美白、抗衰老功效,可作为功效添加剂加入化妆品中使用。

背景技术

[0002] 美花石斛 *Dendrobium loddigesii* Rolfe 为兰科 (Orchidaceae) 石斛属多年生草本植物, 又称环草石斛、粉花石斛或耳环石斛, 载于各版药典, 是环草石斛、小黄草等石斛药材的重要来源, 主要分布于贵州、广西、云南和广东等省区, 在老挝、越南也有分布。美花石斛主要含有蔗类、菲类、多酚、生物碱、多糖等化学成分, 具有抗血小板凝集, 抑制 α -葡萄糖苷酶, 抑制 Na^+ , K^+ -ATPase 和抑制 NO 释放等活性。

[0003] 美花石斛是我国常用名贵中药材, 具有滋阴清热、益胃生津和润肺止咳等功效。美花石斛的茎作为传统中药可以用于治疗胃病发烧和头晕。美花石斛茎提取物对动物和人具有抗糖尿病活性, 可以用于治疗 2 型糖尿病。

[0004] “爱美之心, 人皆有之”, 一个人是否美丽, 首先呈现在脸上, 美白与抗衰老则是护肤品领域所关注的焦点。现今使用的美白、抗衰老护肤品中大多添加有熊果苷、抗坏血酸、曲酸、细胞生长因子等, 这些化学成分长期使用会导致色素不稳定, 并且还会对皮肤造成一定的损害。随着天然产物的不断发展, 人们在护肤化妆品上将视线转移到了天然产物上, 以期获得, 天然、绿色、安全、有效的中药美白、抗衰老化妆品。

[0005] 中药的美白机制主要有通过促血液循环改善肤色、减少黑色素含量及抗氧化保护肤色 3 大途径。酪氨酸酶作为黑色素形成过程中的主要限速酶, 目前评价化妆品的美白功效, 主要考察其对酪氨酸酶是否有抑制作用。通过对活性氧氮自由基基团的清除抑制作用衡量抗氧化活性的高低是目前最常用的一类。皮肤的衰老主要由遗传因素 (内源性因素) 和环境因素 (外源性因素) 共同引发。长期暴露在紫外线、电离辐射、烟雾及其他化学污染物下, 使得外界环境成为引发皮肤衰老的主要因素。成纤维细胞是真皮层中最主要的细胞, 它与自身分泌的胶原蛋白、弹性蛋白和其他细胞外基质成分共同构成了真皮的主体。胶原蛋白分泌在皮肤衰老的过程中扮演着重要角色。目前, 抗衰老化妆品按其作用不同大致可以分为保湿型、抗氧化型以及生物活性化妆品。对化妆品的抗衰老活性主要通过测定其清除自由基能力, 促进胶原蛋白分泌能力与成纤维细胞体外增殖能力来考察。

[0006] 现有技术中均未涉及美花石斛具有美白、抗衰老的作用, 也未提及将其作为功能添加剂加入化妆品中。本发明首次提出美花石斛提取物具有美白、抗衰老功效, 适用于具有美白、抗衰老功效的皮肤化妆品中。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供美花石斛提取物, 它们在制备化妆品中的应用, 以及它们的制备方法。

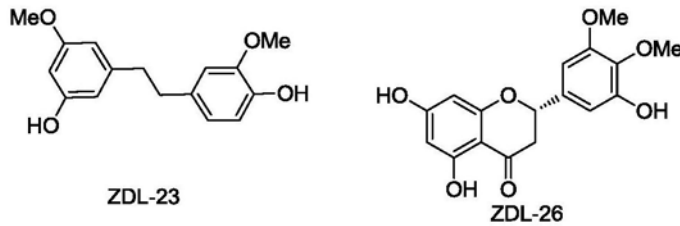
[0008] 为了实现本发明的上述目的,本发明提供了如下的技术方案:

[0009] 美花石斛活性部位富集物,其由下述方法之一制备而得:

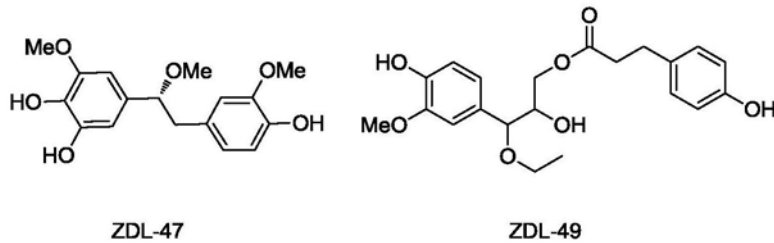
[0010] 美花石斛茎切断,0-100%的乙醇(w:v 1:6)回流提取两次,每次2h,合并提取液减压浓缩得浸膏,拌样上MCI柱,乙醇0-100%洗脱,减压浓缩得美花石斛活性部位富集物;

[0011] 美花石斛茎粉末,0-100%的乙醇(w:v 1:6)回流提取两次,每次2h,合并提取液减压浓缩得浸膏,过大孔树脂D101柱,乙醇0-100%洗脱,减压浓缩得美花石斛活性部位富集物。

[0012] 如所述的美花石斛活性部位富集物,该富集物中含有下述4种化合物,且该4种化合物重量百分比占整个富集物的20%-40%,



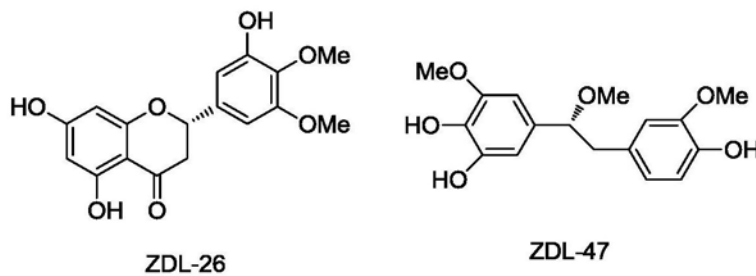
[0013]



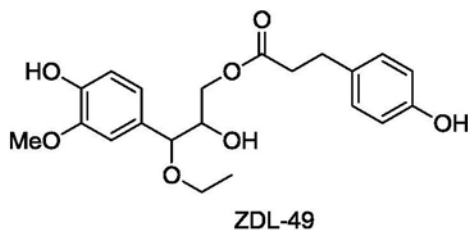
[0014] 本发明同时还提供了美花石斛提取活性部位,其是由下述方法制备而得:

[0015] 干燥美花石斛茎粉碎后,热水回流3次,减压浓缩浸膏溶于水,分为4等分,其中3份分别用石油醚脱脂,氯仿,正丁醇醇脱蛋白,乙醇脱多糖,分别得到水提取活性部位、脱脂活性部位、脱蛋白活性部位、脱多糖活性部位。

[0016] 本发明同时提供了如下结构式所示的化合物ZDL-26、ZDL-47、ZDL-49,



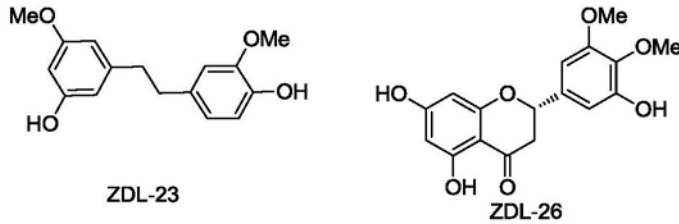
[0017]



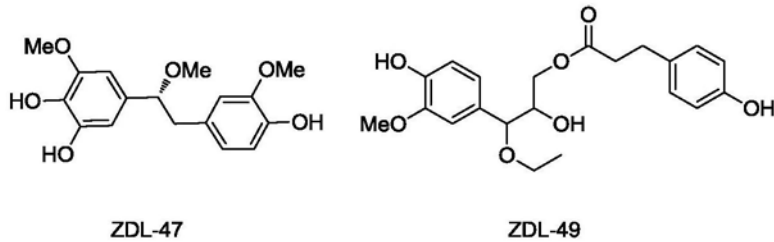
[0018] 本发明还提供了一种化妆品,其由美花石斛活性部位富集物与化妆品常用基料所组成。

[0019] 以及,另一种化妆品,其由美花石斛提取活性部位与化妆品常用基料所组成。

[0020] 和,另一种化妆品,其由下述结构式所示的化合物任一种或任几种与化妆品常用基料所组成,



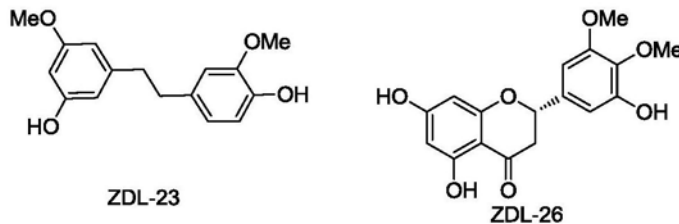
[0021]



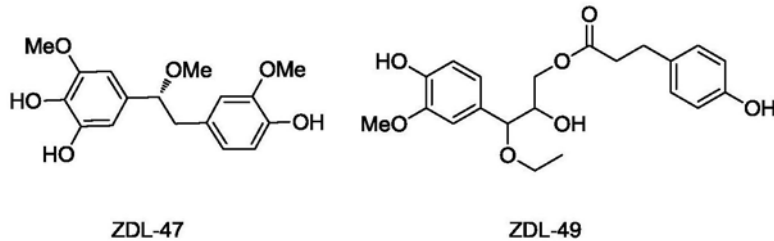
[0022] 本发明此外还提供了所述的美花石斛活性部位富集物在制备化妆品中的应用。

[0023] 以及,所述的美花石斛提取活性部位在制备化妆品中的应用。

[0024] 和,如下结构式所示的化合物在制备化妆品中的应用,



[0025]



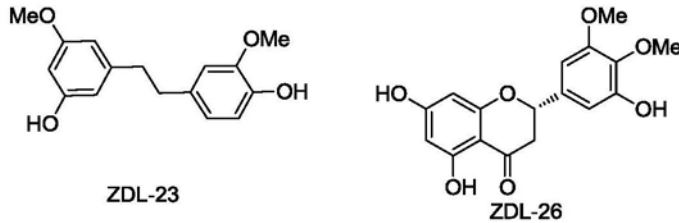
[0026] 另外,本发明提供了美花石斛活性部位富集物的制备方法,该方法包括下述步骤之一:

[0027] 美花石斛茎切断,0-100%的乙醇(w:v 1:6)回流提取两次,每次2h,合并提取液减压浓缩得浸膏,拌样上MCI柱,乙醇0-100%洗脱,减压浓缩得美花石斛活性部位富集物;

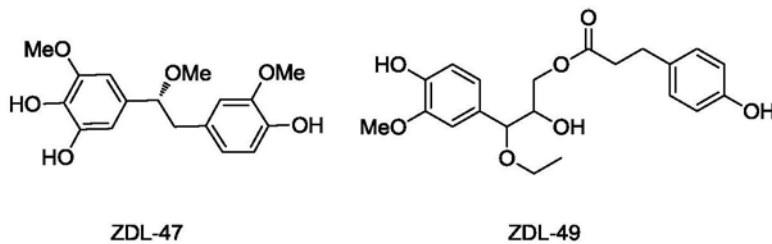
[0028] 美花石斛茎粉末,0-100%的乙醇(w:v 1:6)回流提取两次,每次2h,合并提取液减压浓缩得浸膏,过大孔树脂D101柱,乙醇0-100%洗脱,减压浓缩得美花石斛活性部位富集物。

[0029] 如下结构式所示的化合物的制备方法,该方法包括如下步骤:干燥美花石斛茎粉碎后,乙醇0-100%室温浸泡3次,减压浓缩浸膏溶于水,依次用乙酸乙酯与正丁醇萃取,分别得乙酸乙酯部分和正丁醇部分,分别得活性部位萃取物,乙酸乙酯部分溶解,吸附于450g硅胶200-300目经硅胶柱层析石油醚-丙酮梯度洗脱15:1-0:1,经TLC检测,合并为22个组

分Fr.1-22,Fr.11经正相硅胶柱,MCI洗脱,得护肤美白活性化合物ZDL-49;Fr.16经正相硅胶柱,MCI洗脱得Fr.16.4,再经Sephadex LH-20洗脱,得护肤美白活性化合物ZDL-23;Fr.18经正相硅胶柱,MCI,Sephadex LH-20洗脱,得护肤美白活性化合物ZDL-26;Fr.19经MCI0-100乙醇洗脱得Fr.19.6,经Sephadex LH-20洗脱得Fr.19.6.3.2,经HPLC制备得护肤美白活性化合物ZDL-47,



[0030]



[0031] 经本发明研究发现,美花石斛提取物以及其中的单体化合物具有显著的美白、抗衰老功效。经过本发明的活性筛选,初步表明其具体作用途径为通过DPPH自由基清除、抑制酪氨酸酶活性的方式,减少B16黑素细胞中黑素的生成以达到亮白肌肤的效果。也可以通过清除自由基活性,促进胶原蛋白分泌活性的方式促进I型胶原蛋白的表达,从而保持皮肤弹性和较高含水量,以延缓皮肤衰老。

[0032] 本发明也提供美花石斛提取物的优选的制备方法,该方法包括:美花石斛干燥茎切断,溶剂提取。溶剂为水或者不同乙醇浓度提取,不排除甲醇、正丁醇、异丙醇、乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,3-丁二醇、乙酸乙酯、丙酮或其任意组合。提取方法包括浸泡、回流、浸渍提取。提取液浓缩后除色素后即得美花石斛提取物。

[0033] 本发明对美花石斛提取物利用多种色谱方法(正相硅胶、反相硅胶、凝胶、MCI柱层析及中压制备色谱MPLC和高效液相色谱HPLC)分离纯化得到19个化合物,通过多种波谱分析方法(NMR,MS,IR,UV)与文献对照鉴定其结构,包括4个新化合物。

[0034] 文献中均未涉及美花石斛具有美白、抗衰老的作用,也未提及将其作为功能添加剂加入化妆品中。也就是说,本发明首次提出美花石斛具有美肤作用,可以作为功能添加剂加入化妆品中,用于实现美白、抗衰老功效。

附图说明

[0035] 图1美花石斛分离的化合物结构示意图。

具体实施方式

[0036] 下面用本发明的实施例来进一步说明本发明的实质性特点,但并不以此来限定本发明。

[0037] 实施例1

[0038] 美花石斛提取物的制备:美花石斛茎切断10g,0-100%的乙醇(w:v 1:6) 回流提取两次,每次2h,合并提取液减压浓缩得浸膏1.2g,拌样上MCI柱,乙醇(0-100%)洗脱,减压浓缩得美花石斛活性部位富集物0.8g,通过HPLC检测,该富集物中含有下述实施例4中的4种化合物ZDL-49、ZDL-23、ZDL-26、ZDL-47,且该4种化合物重量百分比占整个富集物的29.77%。

[0039] 实施例2

[0040] 美花石斛提取物的制备:美花石斛茎粉末10g,0-100%的乙醇(w:v 1:6) 回流提取两次,每次2h,合并提取液减压浓缩得浸膏1.3g,过大孔树脂D101 柱,乙醇(0-100%)洗脱,减压浓缩得美花石斛活性部位富集物0.9g,通过 HPLC检测,该富集物中含有下述实施例4中的4种化合物ZDL-49、ZDL-23、ZDL-26、ZDL-47,且该4种化合物重量百分比占整个富集物的20.54%。

[0041] 实施例3

[0042] 干燥美花石斛茎1.0kg粉碎后,热水回流3次,减压浓缩浸膏溶于水,分为4等分,其中3份分别用石油醚脱脂;氯仿,正丁醇醇脱蛋白,乙醇脱多糖,得水提取护肤美白活性部位、脱脂护肤美白活性部位、脱蛋白护肤美白活性部位及脱多糖护肤美白活性部位。

[0043] 实施例4

[0044] 干燥美花石斛茎10.2kg粉碎后,乙醇(0-100%) 室温浸泡3次,减压浓缩浸膏溶于水,依次用乙酸乙酯与正丁醇萃取,分别得乙酸乙酯部分220g和正丁醇部分270g,分别得活性部位萃取物。乙酸乙酯部分(210g) 溶解,吸附于450g硅胶(200-300目)经硅胶柱层析石油醚-丙酮梯度洗脱(15:1-0:1),经TLC检测,合并为22个组分(Fr.1-22)。Fr.11(6g)经正相硅胶柱,MCI洗脱,得护肤美白活性化合物ZDL-49;Fr.16(19g)经正相硅胶柱,MCI洗脱得Fr.16.4,再经Sephadex LH-20洗脱,得护肤美白活性化合物ZDL-23;Fr.18(10g)经正相硅胶柱,MCI,Sephadex LH-20洗脱,得护肤美白活性化合物 ZDL-26;Fr.19(20g)经MCI(0-100乙醇)洗脱得Fr.19.6,经Sephadex LH-20 洗脱得Fr.19.6.3.2,经HPLC制备得护肤美白活性化合物ZDL-47。

[0045] 化合物ZDL-26、ZDL-47、ZDL-49的核磁¹³C和¹H谱归属分别见表5、6、7。

[0046] 实施例5:

[0047] 美化石斛提取物及其中单体化合物美白、抗衰老活性评估

[0048] 一、实验细胞与试剂

[0049] 成人真皮纤维原细胞(human dermal fibroblasts-adult,HDFa)购自 Cascade Biologics。DMEM(高糖)培养基、PBS、Hank平衡盐溶液(hank's balanced salt solution, HBSS)、青链霉素和胎牛血清(FBS)购自Hyclone 公司;0.25%胰酶(含EDTA)购自Gibico公司;DPPH、水溶性维生素E(Trolox)、蘑菇酪氨酸酶、左旋多巴(L-Dopa)和曲酸(Kojic Acid)购自Sigma公司;转移生长因子 β (transforming growth factor beta,TGF- β)购自Peprtech 公司;胶原蛋白ELISA试剂盒购自TaKaRa公司;MTS试剂购自Promega公司。

[0050] 二、实验方法

[0051] 1.DPPH自由基清除实验

[0052] 将待测药物与DPPH(终浓度为100 μ M)混合反应,设定3个重复孔,同时设置不含药物的空白对照孔和Trolox阳性对照孔,30 $^{\circ}$ C,1h,酶标仪测定 OD值,检测波长为515nm,计算

得到抗氧化率。

[0053] 抗氧化率(%) = (1 - 实验孔OD_{515nm} / 空白孔OD_{515nm}) × 100%

[0054] 2. 酪氨酸酶活性抑制实验

[0055] 将待测药物与L-Dopa混合,加入酪氨酸酶(终浓度25U/mL)开始反应,设定3个重复孔,同时设置不含药物的空白对照和Kojic Acid阳性对照,室温,5min,酶标仪测定OD值,检测波长为490nm。计算得到酪氨酸酶活性抑制率。酪氨酸酶活性抑制率(%) = (1 - 样品OD_{490nm} / 实验对照孔OD_{490nm}) × 100

[0056] 3. HDFa胶原蛋白分泌实验

[0057] 96孔细胞培养板上,将HDFa细胞与待测化合物混合,设置不含药物的空白对照和TGF-β阳性对照;37℃,5%CO₂培养3天,收取细胞培养上清,存于-80℃;加入MTS,采用MTS比色法检测490nm的OD值;按胶原蛋白ELISA试剂盒中提供的方法检测胶原蛋白的分泌,酶标仪测定OD值,检测波长为450 nm。计算得到胶原蛋白分泌增加率。

[0058] 胶原蛋白分泌增加率(%) = (实验孔OD_{450nm} / 细胞存活率 / 空白孔 OD_{450nm} - 1) × 100%。

[0059] 三、实验结果

[0060] 表1. 样品体外抗氧化作用

| | 样品 | 浓度 ($\mu\text{g/mL}$) | 抗氧化率 (%) |
|--------|--------|-------------------------|----------|
| | Trolox | 25 | 96.089 |
| | ZDL-0 | 100 | 57.763 |
| | ZDL-1 | 100 | 18.146 |
| | ZDL-10 | 100 | 89.411 |
| | ZDL-15 | 100 | 84.435 |
| | ZDL-23 | 100 | 93.391 |
| [0061] | ZDL-24 | 100 | 91.204 |
| | ZDL-26 | 100 | 13.322 |
| | ZDL-32 | 100 | 29.292 |
| | ZDL-37 | 100 | 94.564 |
| | ZDL-44 | 100 | 94.278 |
| | ZDL-45 | 100 | 95.151 |
| | ZDL-47 | 100 | 91.435 |
| | ZDL-49 | 100 | 35.276 |
| [0062] | ZDL-50 | 100 | 89.667 |

[0063] 表2. 样品对酪氨酸酶的抑制作用

| 样品 | 浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) | 酪氨酸酶抑制率 (%) |
|------------|--------------------------------|-------------|
| Kojic Acid | 10 | 62.099 |
| ZDL-0 | 100 | 4.421 |
| ZDL-1 | 100 | -18.532 |
| ZDL-10 | 100 | 3.076 |
| ZDL-15 | 100 | -16.181 |
| ZDL-23 | 100 | 13.358 |
| ZDL-24 | 100 | 23.822 |
| ZDL-26 | 100 | 5.432 |
| ZDL-32 | 100 | 44.403 |
| ZDL-37 | 100 | 15.240 |
| ZDL-44 | 100 | 2.618 |
| ZDL-45 | 100 | 10.913 |
| ZDL-47 | 100 | -12.888 |
| ZDL-49 | 100 | 31.421 |
| ZDL-50 | 100 | 11.976 |

[0064] 表3. 样品对HDFa胶原蛋白分泌的促进作用及细胞毒性作用

| 样品 | 浓度 | 细胞存活率 | 胶原蛋白分泌增加率 |
|----|----|-------|-----------|
|----|----|-------|-----------|

| | ($\mu\text{g/mL}$) | (%) | (%) |
|---------------|----------------------|---------|---------|
| TGF- β | 0.01 | 120.907 | 64.703 |
| ZDL-0 | 10 | 101.335 | -12.049 |
| ZDL-1 | 10 | 109.875 | 15.696 |
| ZDL-10 | 10 | 87.971 | 22.974 |
| ZDL-15 | 10 | 90.658 | 12.352 |
| ZDL-23 | 10 | 91.904 | 29.157 |
| ZDL-24 | 10 | 118.451 | 19.632 |
| [0067] ZDL-26 | 10 | 109.939 | 18.454 |
| ZDL-32 | 10 | 95.996 | 10.871 |
| ZDL-37 | 10 | 62.100 | 25.579 |
| ZDL-44 | 10 | 101.835 | 16.834 |
| ZDL-45 | 10 | 92.616 | 2.388 |
| ZDL-47 | 10 | 85.498 | -3.515 |
| ZDL-49 | 10 | 102.847 | -13.987 |
| ZDL-50 | 10 | 89.501 | -9.472 |

[0068] 四、结论：

[0069] 如表1-3所示，本实验对14个样品的DPPH自由基清除能力、酪氨酸酶抑制能力及促胶原蛋白分泌能力进行评价。结果显示，100 $\mu\text{g/mL}$ 浓度下，样品ZDL-10、ZDL-15、ZDL-23、ZDL-24、ZDL-37、ZDL-44、ZDL-45、ZDL-47、ZDL-50有较强的自由基清除活性(>80%，表1)；

[0070] 酪氨酸酶抑制能力结果显示：ZDL-32和ZDL-49有较好的酪氨酸酶抑制活性(>30%，表2)

[0071] 与HDFa共培养的结果显示，ZDL-23、ZDL-37在10 $\mu\text{g/mL}$ 时，有一定促胶原蛋白分泌活性(>20%，表3)。

[0072] 实施例6：

[0073] 美化石斛中单体化合物(ZDL-32)美白活性 IC_{50} 评估：

[0074] 一、实验试剂

[0075] 蘑菇酪氨酸酶、曲酸 (Kojic Acid) 购自Sigma公司。

[0076] 二、实验方法:酪氨酸酶活性抑制作用

[0077] 将待测药物与L-Dopa混合,加入酪氨酸酶(终浓度25U/mL)开始反应,设定3个重复孔,同时设置不含药物的空白对照和Kojic Acid阳性对照,室温,5min,酶标仪测定OD值,检测波长为490nm。计算得到酪氨酸酶活性抑制率。酪氨酸酶活性抑制率(%) = $(1 - \text{样品 } OD_{490\text{nm}} / \text{实验对照孔 } OD_{490\text{nm}}) \times 100$

[0078] 三、实验结果:

[0079] 表4ZDL-32对酪氨酸酶的抑制作用IC₅₀值

| | 样品 | 浓度 (μg/mL) | 酪氨酸酶抑制率 (%) | IC ₅₀ (μg/mL) |
|--------|------------|------------|-------------|--------------------------|
| [0080] | Kojic Acid | 10 | 57.395 | 7.337 |
| | | 5 | 40.838 | |
| | | 2.5 | 23.102 | |
| | | 1.25 | 10.079 | |
| | | 0.625 | 2.552 | |
| [0081] | ZDL-32 | 200 | 53.272 | 152.560 |
| | | 100 | 44.895 | |
| | | 50 | 36.322 | |
| | | 25 | 33.573 | |
| | | 12.5 | 27.421 | |

[0082] 表5ZDL-26波谱数据

| No. | δ_{H} | δ_{C} |
|----------------|---|---------------------|
| 1 | — | — |
| 2 | 5.30 dd (12.6, 3.0) | 80.6 d |
| 3 | 3.05 dd (16.8, 12.6) 2.72 dd (16.8, 3.0) | 44.4 t |
| 4 | — | 197.6 s |
| 5 | — | 165.6 s |
| 6 | 5.89 d (1.8) | 97.3 d |
| [0083] 7 | — | 168.5 s |
| 8 | 5.92 d (1.8) | 96.4 d |
| 9 | — | 164.8 s |
| 10 | — | 103.5 s |
| 1' | — | 136.4 s |
| 2' | 6.63 d (1.8) | 103.1 d |
| 3' | — | 154.9 s |
| 4' | — | 137.9 s |
| 5' | — | 151.9 s |
| 6' | 6.62 d (1.8) | 108.4 d |
| [0084] 3' -OMe | 3.84 s | 56.6 q |
| 4' - OMe | 3.78 s | 61.1 q |
| [0085] | 表6ZDL-47波谱数据 | |

| No. | δ_{H} | δ_{C} |
|-----------------|---------------------|---------------------|
| 1 | — | 134.8 s |
| 2 | 6.29 d (1.8) | 13.6 d |
| 3 | — | 148.7 s |
| 4 | — | 133.5 s |
| 5 | — | 146.6 s |
| 6 | 6.35 d (1.8) | 108.8 d |
| 1' | — | 131.3 s |
| [0086] 2' | 6.50 d (1.8) | 114.5 d |
| 3' | — | 148.3 s |
| 4' | — | 145.9 s |
| 5' | 6.63 d (7.8) | 115.8 d |
| 6' | 6.53 dd (7.8, 1.8) | 123.2 d |
| 1 α | 4.14 t (6.6) | 87.1 d |
| 1' α | 2.74 dd (13.2, 6.6) | 45.2 t |
| | 2.97 dd (13.2, 6.6) | |
| 3' -OMe | 3.71 s | 56.4 q |
| [0087] 3-OMe | 3.76 s | 56.7 q |
| 1 α -OMe | 3.18 s | 56.8 q |

[0088] 表7ZDL-49波谱数据

| No. | δ_H | δ_C |
|-------------|-------------------------------|------------|
| 1 | — | 131.6 s |
| 2 | 6.85 d (1.7) | 111.7 d |
| 3 | — | 149.1 s |
| 4 | — | 147.5 s |
| 5 | 6.75 d (8.0) | 116.0 d |
| 6 | 6.68 dd (8.0, 1.7) | 121.4 d |
| 7 | 4.14 d (6.5) | 83.8 d |
| 8 | 3.82 m | 74.2 d |
| [0089] 9 | 3.98 dd (11.5, 3.5) 3.78 m | 66.5 t |
| 1' | — | 132.7 s |
| 2' | 7.01 d (8.5) | 130.2 d |
| 3' | 6.68 d (8.5) | 116.2 d |
| 4' | — | 156.8 s |
| 5' | 6.68 d (8.5) | 116.2 d |
| 6' | 7.01 d (8.5) | 130.2 d |
| 7' | 2.79 t (7.5) | 31.0 t |

| | | | |
|--------|------------------------------------|--------------|---------|
| | 8' | 2.59 t (7.5) | 37.1 t |
| | 9' | - | 174.6 s |
| [0090] | -OCH ₂ CH ₃ | 3.37 m | 65.3 t |
| | | 3.32 m | |
| | - OCH ₂ CH ₃ | 1.14 t (7.0) | 15.6 q |
| | -OMe | 3.81 s | 56.3 q |

[0091] 上述的表5为化合物ZDL-26核磁¹³C,¹H谱归属。

[0092] 表6为化合物ZDL-47核磁¹³C,¹H谱归属。

[0093] 表7为化合物ZDL-49核磁¹³C,¹H谱归属。

[0094] 实施例7:

[0095] 含有实施例1-4所得美花石斛提取活性部位或美花石斛活性部位富集物或化合物(以下统称:活性成分)的美白霜配方(W%):

| | | |
|--------|--------|--------|
| | 活性成分 | 0.5 |
| | 硬脂酸 | 8.0 |
| | C16 醇 | 2.0 |
| | 自乳化单甘酯 | 2.0 |
| | 氢化羊毛脂 | 2.0 |
| [0096] | 液体石蜡 | 12.0 |
| | 甘油 | 7.0 |
| | 乳化剂 | 1.5 |
| | 防腐剂 | 0.2 |
| | 香精 | 0.2 |
| | 去离子水 | 加至 100 |

[0097] 按常规制作化妆品的方法制得本发明上述配方的化妆品。

[0098] 实施例8:

[0099] 含有实施例1-4所得美花石斛提取活性部位或美花石斛活性部位富集物或化合物(以下统称:活性成分)的乳剂配方(W%):

| | | |
|--------|--------------|----------|
| | 活性成分 | 0.5 |
| | 硬脂酸 | 1.4 |
| | 鲸蜡醇 | 0.1 |
| | 2-乙基醇鲸蜡基硬脂酸酯 | 1.8 |
| | 肉豆蔻酸异丙酯 | 0.2 |
| | 2-己基-1-癸醇 | 1.0 |
| | 液体石蜡 | 7.5 |
| [0100] | 甘油 | 3.0 |
| | 丙二醇 | 8.0 |
| | 三乙醇胺 | 1.0 |
| | 羧乙烯基聚合物 | 0.35 |
| | Arlacel 165 | 2.0 |
| | 防腐剂 | 0.2 |
| | 香精 | 0.2 |
| | 去离子水 | 加至 100ml |

[0101] 按常规制作化妆品的方法制得本发明上述配方的化妆品。

[0102] 实施例9:

[0103] 化妆水:

[0104] 水相:聚丙烯酸钠0.35克,甘油4克,1,3-丁二醇2.5克,维生素B5 0.5克,熊果苷0.5克,EDTA-Na₂ 50mg;去离子水适量,加至100ml。制备方法:将聚丙烯酸钠0.3克溶入70ml水中,搅拌,充分溶胀。缓缓加入处方中其余成分,不停搅拌;然后加入本发明的实施例1-4所得美花石斛提取活性部位或美花石斛活性部位富集物或化合物0.5克,搅拌使其成匀质。去离子水,加至100ml,包装即可。

[0105] 实施例10:

[0106] 修复霜:

[0107] 处方:甘油6克,卡波姆1.5克,三乙醇胺1.5克,丙二醇6克,尼伯金乙酯0.2克,本发明的实施例1-4所得美花石斛提取活性部位或美花石斛活性部位富集物或化合物0.5克,去离子水适量,加至总重量为100克。制备方法:取卡波姆于适量去离子水中,搅匀,静置过夜,使其充分溶胀后,加入甘油后,用三乙胺调节pH值,使凝胶基质粘稠性增加。另取处方量的丹参酮提取物、丙二醇及去离子水,混合均匀。再将卡波姆凝胶例入,加入0.5%精油,尼伯金乙酯,合并搅拌至均匀细腻,加蒸馏水至足量,研磨均匀,即可。

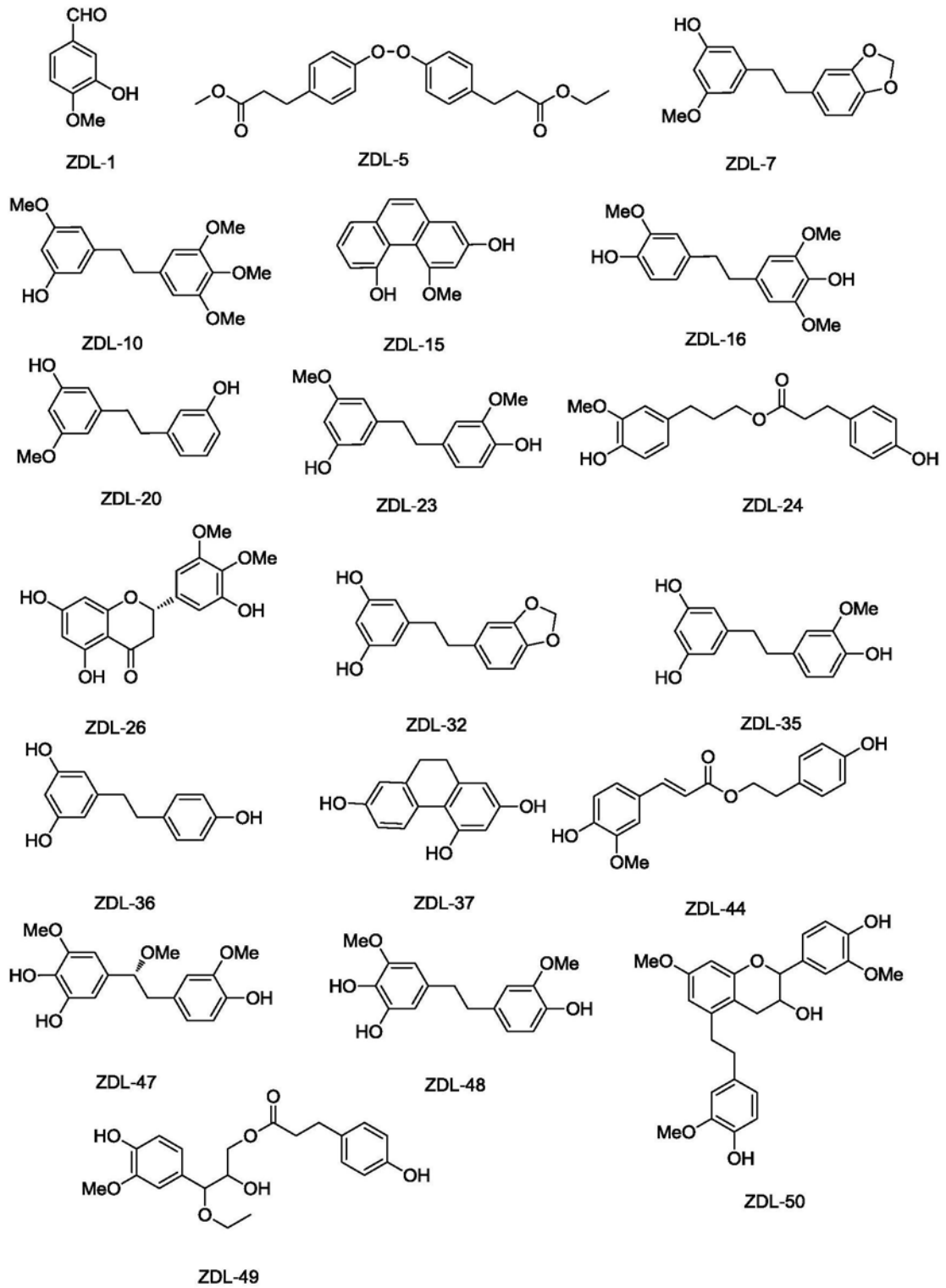


图1