



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113520913 B

(45) 授权公告日 2022.10.21

(21) 申请号	202110874895.1	A61K 8/23 (2006.01)
(22) 申请日	2021.07.30	A61K 8/25 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号		A61K 8/34 (2006.01)
申请公布号	CN 113520913 A	A61K 8/49 (2006.01)
(43) 申请公布日	2021.10.22	A61Q 5/10 (2006.01)
(73) 专利权人	绍兴孚原生物科技有限公司	A61Q 17/04 (2006.01)
地址	312030 浙江省绍兴市柯桥区安昌街道国际村1幢六楼602、604室	审查员 常颢男
(72) 发明人	李昊天 郭万才	
(74) 专利代理机构	西安正华恒远知识产权代理事务所(普通合伙) 61271	
专利代理师	陈选中	
(51) Int.Cl.		
	A61K 8/86 (2006.01)	
	A61K 8/22 (2006.01)	

权利要求书2页 说明书10页 附图1页

(54) 发明名称

一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂

(57) 摘要

本发明公开了一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,包括A剂和B剂;A剂包括负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子、异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇、亚硫酸钠、甲氧基肉桂酸乙基己酯、鲸蜡基PEG和橙色素;B剂包括过氧化氢、油醇、油酸、丙二醇、异丙醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石。采用本发明中的染发剂,染色效果好,经过多次水洗后仍能保持较好的染色效果,并具有优异的抗紫外性能,可有效解决现有染发剂染发效果差的技术问题。

1. 一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,其特征在于,包括A剂和B剂;所述A剂由以下质量百分比的组分组成:

负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子2~14%,异十六烷1~3%,PPG-14丁醚1~3%,油酸6~12%,甘油6~12%,丁二醇6~12%,亚硫酸钠4~8%,甲氧基肉桂酸乙基己酯4~8%,鲸蜡基PEG 2~6%和橙色素0.5~1%,余量为去离子水;所述负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子经过以下步骤制得:

S1:将二氧化硅纳米粒子与二羟吡啶羧酸按1:1~2的质量比共溶于有机溶剂中,于28~32℃下超声脉冲处理8~12min,得产品溶液;所述二羟吡啶羧酸为5,6-二羟基吡啶羧酸,所述有机溶剂为甲醇;

S2:对产品溶液进行离心处理,取沉淀并用与S1中相同的有机溶剂洗涤2~4次,即得;

所述B剂由以下质量百分比的组分组成:

过氧化氢18~26%,油醇12~18%,油酸12~18%,丙二醇12~18%,异丙醇12~18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1~2%,余量为去离子水;

所述A剂与B剂分开储存,使用时按1:1的质量比混合。

2. 根据权利要求1所述的含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,其特征在于,所述A剂由以下质量百分比的组分组成:

负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子2~14%,异十六烷1~3%,PPG-14丁醚1~3%,油酸6~8%,甘油8~12%,丁二醇8~12%,亚硫酸钠4~6%,甲氧基肉桂酸乙基己酯6~8%,鲸蜡基PEG 4~6%和橙色素0.5%,余量为去离子水;

所述B剂由以下质量百分比的组分组成:

过氧化氢20~26%,油醇15~18%,油酸12~15%,丙二醇12~15%,异丙醇15~18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

3. 根据权利要求2所述的含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,其特征在于,所述A剂由以下质量百分比的组分组成:

负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子9%,异十六烷3%,PPG-14丁醚3%,油酸7%,甘油11%,丁二醇12%,亚硫酸钠4%,甲氧基肉桂酸乙基己酯8%,鲸蜡基PEG 6%和橙色素0.5%,余量为去离子水;

所述B剂由以下质量百分比的组分组成:

过氧化氢20%,油醇18%,油酸12%,丙二醇12%,异丙醇18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

4. 根据权利要求1所述的含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,其特征在于:S1中超声脉冲处理的脉冲模式为1.6s开/0.4秒关。

5. 根据权利要求1~3任一项所述的含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,其特征在于,所述A剂经过以下步骤制得:

(1) 将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到50~80℃,得水相;

(2) 将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到50~80℃,得油相;

(3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于50~80℃下保温10~20min,加入负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子和橙色素,继续搅拌5~10min,将pH值调节至9~11,即得。

6. 根据权利要求5所述的含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,其特征
在于:步骤(3)中pH调节所用试剂为氢氧化钠。

7. 根据权利要求1~3任一项所述的含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发
剂,其特征不在于,所述B剂经过以下步骤制得:

(1) 将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到50~80℃,得水相;

(2) 将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到50~80℃得到油相;

(3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于50~80℃下保温10~20min,加入过氧化氢,将
pH值调节至2~4,即得。

8. 根据权利要求7所述的含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,其特征
在于:步骤(3)中pH调节所用试剂为磷酸。

一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂

技术领域

[0001] 本发明涉及一种染发剂,具体涉及一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂。

背景技术

[0002] 在当今社会,染发作为一种形象改变方式在老年人、中年人、青年人中都非常常见,染发过程中采用的染发剂及其他的染发类产品也越来越受大家的欢迎。目前市场上采用的染发剂多为苯胺类的材料,不仅有毒而且有异常气味,能够导致致癌。而黑色素是一种生物色素,在每个人的体内都有,其是酪氨酸或3,4-二羟苯丙氨酸经过一连串化学反应所形成。正是由于黑色素的存在,皮肤和毛发才有了颜色。而多巴其实就是黑色素的前身,经酪氨酸氧化而成,释放出黑色素。多巴胺的部分氧化产物二羟吡啶羧酸与5,6-二羟基吡啶类似,但是相比较更不易被氧化。因其本身就是生物体产生的物质,生物相容性极好,无毒、副作用,是合成黑色素的重要中间体,目前已在一些洗化用品中被用来取代苯胺、苯酚类化合物。

[0003] 在目前的人造黑色素染发剂中,多巴胺的部分氧化产物5,6-二羟基吡啶的活性极高,存在三个反应位点,在空气中短时间就可以氧化为吡啶醌,因此在应用时特别容易被过氧化而失效。羟基活性位点的消失,使其与小分子色素结合力变弱,这会导致多彩染发效果下降,没有办法使得小分子在头发内部着色,从而导致其特别容易被洗掉,不能够长时间的使用,影响了彩色染发效果,极大地影响了染发剂的实际应用。并且,其在保存时需要被迫额外加入大量还原剂,而这本身与吡啶的氧化聚合相矛盾,不仅工艺复杂,操作麻烦,而且严重影响了染发效果。

发明内容

[0004] 针对上述现有技术,本发明提供一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,以解决现有染发剂染发效果差的技术问题。

[0005] 为了达到上述目的,本发明所采用的技术方案是:提供一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,其特征在于,包括A剂和B剂;A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0006] 负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子2~14%,异十六烷1~3%,PPG-14丁醚1~3%,油酸6~12%,甘油6~12%,丁二醇6~12%,亚硫酸钠4~8%,甲氧基肉桂酸乙基己酯4~8%,鲸蜡基PEG 2~6%和橙色素0.5~1%,余量为去离子水;

[0007] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0008] 过氧化氢18~26%,油醇12~18%,油酸12~18%,丙二醇12~18%,异丙醇12~18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1~2%,余量为去离子水;

[0009] A剂与B剂分开储存,使用时按1:1的质量比混合。

[0010] 在上述技术方案的基础上,本发明还可以做如下改进。

[0011] 进一步,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0012] 负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子2~14%,异十六烷1~3%,PPG-14丁醚1~3%,油酸6~8%,甘油8~12%,丁二醇8~12%,亚硫酸钠4~6%,甲氧基肉桂酸乙基己酯6~8%,鲸蜡基PEG 4~6%和橙色素0.5%,余量为去离子水;

[0013] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0014] 过氧化氢20~26%,油醇15~18%,油酸12~15%,丙二醇12~15%,异丙醇15~18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0015] 进一步,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0016] 负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子9%,异十六烷3%,PPG-14丁醚3%,油酸7%,甘油11%,丁二醇12%,亚硫酸钠4%,甲氧基肉桂酸乙基己酯8%,鲸蜡基PEG 6%和橙色素0.5%,余量为去离子水;

[0017] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0018] 过氧化氢20%,油醇18%,油酸12%,丙二醇12%,异丙醇18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0019] 进一步,负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子经过以下步骤制得:

[0020] S1:将二氧化硅纳米粒子与二羟吡啶羧酸按1:1~2的质量比共溶于有机溶剂中,于28~32℃下超声脉冲处理8~12min,得产品溶液;

[0021] S2:对产品溶液进行离心处理,取沉淀并用与S1中相同的有机溶剂洗涤2~4次,即得。

[0022] 进一步,二羟吡啶羧酸为5,6-二羟基吡啶羧酸(DHICA),有机溶剂为甲醇。

[0023] 进一步,S1中超声脉冲处理的脉冲模式为1.6s开/0.4秒关。

[0024] 进一步,A剂经过以下步骤制得:

[0025] (1)将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到50~80℃,得水相;

[0026] (2)将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到50~80℃,得油相;

[0027] (3)将油相加入到水相中搅拌均匀并于50~80℃下保温10~20min,加入负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子和橙色素,继续搅拌5~10min,将pH值调节至9~11,即得。

[0028] 进一步,步骤(3)中pH调节所用试剂为氢氧化钠。

[0029] 进一步,B剂经过以下步骤制得:

[0030] (1)将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到50~80℃,得水相;

[0031] (2)将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到50~80℃得到油相;

[0032] (3)将油相加入到水相中搅拌均匀并于50~80℃下保温10~20min,加入过氧化氢,将pH值调节至2~4,即得。

[0033] 进一步,步骤(3)中pH调节所用试剂为磷酸。

[0034] 本发明的有益效果是:

[0035] 1、独创负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的超声合成方法,其制备方法快速有效,适合大规模使用制备。

[0036] 2、二羟吡啶羧酸作为黑色素的另一种重要的成分,与5,6-二羟基吡啶相比较,在结构方面二羟基吡啶羧酸比5,6-二羟基吡啶多了一个羧基,因此其氧化反应位点减少了一个,相比较而言在空气中不容易被氧化,但在特定的条件下,通过添加少量的氧化剂或者改变体系的酸碱性,可以轻易的使其氧化变黑。因此,其具有5,6-二羟基吡啶的优点,却没有其特别容易被氧化的缺点,不会影响其与小分子色素的结合力,染发效果得到保证。

[0037] 3、由于氧化硅纳米粒子具有粒径小、生物相容性好、容易进入头发内部、易在毛发表面和内部附着等性能,将二羟吡啶羧酸负载到二氧化硅纳米粒子上后,二羟吡啶羧酸容易进入头发内部,使得小分子在头发内部着色,小分子纳米化从内到外逐步发挥作用,着色后的小分子不容易被洗掉,可以长时间保持染色效果。

[0038] 4、二羟吡啶羧酸具有良好的抗紫外能力,将其引入染发剂可以增强头发本身的抗紫外功效。

附图说明

[0039] 图1为实施例1和对比例1中染发剂的紫外吸收光谱图。

具体实施方式

[0040] 下面结合实施例对本发明的具体实施方式做详细的说明。

[0041] 实施例1

[0042] 一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,包括A剂和B剂;其中,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0043] 负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子9%,异十六烷3%,PPG-14丁醚3%,油酸7%,甘油11%,丁二醇12%,亚硫酸钠4%,甲氧基肉桂酸乙基己酯8%,鲸蜡基PEG 6%和橙色素0.5%,余量为去离子水。

[0044] A剂中的负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子经过以下步骤制得:

[0045] S1:将二氧化硅纳米粒子与二羟吡啶羧酸为5,6-二羟基吡啶羧酸按1:1的质量比共溶于甲醇中,于30℃下以40KHz的频率超声脉冲处理10min,得产品溶液;超声脉冲处理的脉冲模式为1.6s开/0.4秒关;

[0046] S2:以16000rpm的速率对产品溶液离心处理6min,取沉淀并用甲醇洗涤3次,即得。

[0047] A剂经过以下步骤制得:

[0048] (1)将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到60℃,得水相;

[0049] (2)将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到60℃,得油相;

[0050] (3)将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温15min,加入负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子和橙色素,继续搅拌8min,加入适量氢氧化钠,将pH值调节至10左右,即得。

[0051] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0052] 过氧化氢20%,油醇18%,油酸12%,丙二醇12%,异丙醇18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0053] B剂经过以下步骤制得:

[0054] (1) 将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到60℃,得水相;

[0055] (2) 将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到60℃得到油相;

[0056] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温15min,加入过氧化氢,加入适量磷酸,将pH值调节至3,即得。

[0057] 制得A剂与B剂后,将两者分开储存,使用时按1:1的质量比混合,搅拌均匀后涂抹到头发上,过10min清洗头发即可。

[0058] 实施例2

[0059] 一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,包括A剂和B剂;其中,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0060] 负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子2%,异十六烷3%,PPG-14丁醚1%,油酸8%,甘油8%,丁二醇12%,亚硫酸钠4%,甲氧基肉桂酸乙基己酯8%,鲸蜡基PEG 4%和橙色素0.5%,余量为去离子水。

[0061] A剂中的负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子经过以下步骤制得:

[0062] S1:将二氧化硅纳米粒子与5,6-二羟基吡啶羧酸按1:2的质量比共溶于甲醇中,于32℃下以40KHz的频率超声脉冲处理8min,得产品溶液;超声脉冲处理的脉冲模式为1.6s开/0.4秒关;

[0063] S2:以16000rpm的速率对产品溶液离心处理6min,取沉淀并用甲醇洗涤2次,即得。

[0064] A剂经过以下步骤制得:

[0065] (1) 将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到50℃,得水相;

[0066] (2) 将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到50℃,得油相;

[0067] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于50℃下保温20min,加入负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子和橙色素,继续搅拌5min,加入适量氢氧化钠,将pH值调节至11左右,即得。

[0068] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0069] 过氧化氢20%,油醇18%,油酸12%,丙二醇15%,异丙醇15%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0070] B剂经过以下步骤制得:

[0071] (1) 将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到80℃,得水相;

[0072] (2) 将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到80℃得到油相;

[0073] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于80℃下保温10min,加入适量磷酸,加入过氧化氢,将pH值调节至3,即得。

[0074] 制得A剂与B剂后,将两者分开储存,使用时按1:1的质量比混合,搅拌均匀后涂抹到头发上,过10min清洗头发即可。

[0075] 实施例3

[0076] 一种含负载二羟吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,包括A剂和B剂;其中,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0077] 负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子14%,异十六烷1%,PPG-14丁醚3%,油酸6%,甘油12%,丁二醇8%,亚硫酸钠6%,甲氧基肉桂酸乙基己酯6%,鲸蜡基PEG

6%和橙色素0.5%，余量为去离子水。

[0078] A剂中的负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子经过以下步骤制得：

[0079] S1:将二氧化硅纳米粒子与5,6-二羟基吡啶羧酸按1:1的质量比共溶于甲醇中,于28℃下以40KHz的频率超声脉冲处理12min,得产品溶液;超声脉冲处理的脉冲模式为1.6s开/0.4秒关;

[0080] S2:以16000rpm的速率对产品溶液离心处理6min,取沉淀并用甲醇洗涤4次,即得。

[0081] A剂经过以下步骤制得：

[0082] (1)将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到80℃,得水相;

[0083] (2)将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到80℃,得油相;

[0084] (3)将油相加入到水相中搅拌均匀并于80℃下保温10min,加入负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子和橙色素,继续搅拌5min,加入适量氢氧化钠,将pH值调节至9左右,即得。

[0085] B剂由以下质量百分比的组分组成：

[0086] 过氧化氢26%,油醇15%,油酸15%,丙二醇12%,异丙醇18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0087] B剂经过以下步骤制得：

[0088] (1)将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到50℃,得水相;

[0089] (2)将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到50℃得到油相;

[0090] (3)将油相加入到水相中搅拌均匀并于50℃下保温20min,加入过氧化氢,加入适量磷酸,将pH值调节至4,即得。

[0091] 制得A剂与B剂后,将两者分开储存,使用时按1:1的质量比混合,搅拌均匀后涂抹到头发上,过10min清洗头发即可。

[0092] 实施例4

[0093] 一种含负载二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,包括A剂和B剂;其中,A剂由以下质量百分比的组分组成：

[0094] 负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子2%,异十六烷3%,PPG-14丁醚1%,油酸12%,甘油6%,丁二醇12%,亚硫酸钠4%,甲氧基肉桂酸乙基己酯8%,鲸蜡基PEG 6%和橙色素0.5%,余量为去离子水。

[0095] A剂中的负载5,6-二羟基吡啶羧酸的二氧化硅纳米粒子经过以下步骤制得：

[0096] S1:将二氧化硅纳米粒子与5,6-二羟基吡啶羧酸按1:2的质量比共溶于甲醇中,于28℃下以40KHz的频率超声脉冲处理10min,得产品溶液;超声脉冲处理的脉冲模式为1.6s开/0.4秒关;

[0097] S2:以16000rpm的速率对产品溶液离心处理6min,取沉淀并用甲醇洗涤3次,即得。

[0098] A剂经过以下步骤制得：

[0099] (1)将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到70℃,得水相;

[0100] (2)将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到70℃,得油相;

[0101] (3)将油相加入到水相中搅拌均匀并于70℃下保温15min,加入负载5,6-二羟基吡

咪羧酸的二氧化硅纳米粒子和橙色素,继续搅拌8min,加入适量氢氧化钠,将pH值调节至10左右,即得。

[0102] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0103] 过氧化氢18%,油醇18%,油酸12%,丙二醇18%,异丙醇12%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0104] B剂经过以下步骤制得:

[0105] (1) 将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到70℃,得水相;

[0106] (2) 将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到70℃得到油相;

[0107] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于70℃下保温15min,加入过氧化氢,加入适量磷酸,将pH值调节至3左右,即得。

[0108] 制得A剂与B剂后,将两者分开储存,使用时按1:1的质量比混合,搅拌均匀后涂抹到头发上,过10min清洗头发即可。

[0109] 实施例5

[0110] 一种含负载二羟咪羧酸的二氧化硅纳米粒子的染发剂,包括A剂和B剂;其中,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0111] 负载5,6-二羟基咪羧酸的二氧化硅纳米粒子14%,异十六烷1%,PPG-14丁醚3%,油酸6%,甘油12%,丁二醇6%,亚硫酸钠8%,甲氧基肉桂酸乙基己酯4%,鲸蜡基PEG 2%和橙色素1%,余量为去离子水。

[0112] A剂中的负载5,6-二羟基咪羧酸的二氧化硅纳米粒子经过以下步骤制得:

[0113] S1:将二氧化硅纳米粒子与5,6-二羟基咪羧酸按1:1的质量比共溶于甲醇中,于30℃下以40KHz的频率超声脉冲处理10min,得产品溶液;超声脉冲处理的脉冲模式为1.6s开/0.4秒关;

[0114] S2:以16000rpm的速率对产品溶液离心处理6min,取沉淀并用甲醇洗涤3次,即得。

[0115] A剂经过以下步骤制得:

[0116] (1) 将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到60℃,得水相;

[0117] (2) 将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到60℃,得油相;

[0118] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温20min,加入负载5,6-二羟基咪羧酸的二氧化硅纳米粒子和橙色素,继续搅拌5min,加入适量氢氧化钠,将pH值调节至10左右,即得。

[0119] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0120] 过氧化氢26%,油醇12%,油酸18%,丙二醇12%,异丙醇18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石2%,余量为去离子水。

[0121] B剂经过以下步骤制得:

[0122] (1) 将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到60℃,得水相;

[0123] (2) 将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到60℃得到油相;

[0124] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温10min,加入过氧化氢,加入适量磷酸,将pH值调节至3左右,即得。

[0125] 制得A剂与B剂后,将两者分开储存,使用时按1:1的质量比混合,搅拌均匀后涂抹

到头发上,过10min清洗头发即可。

[0126] 对比例1

[0127] 一种含二羟吡啶羧酸的染发剂,包括A剂和B剂;其中,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0128] 5,6-二羟基吡啶羧酸9%,异十六烷3%,PPG-14丁醚3%,油酸7%,甘油11%,丁二醇12%,亚硫酸钠4%,甲氧基肉桂酸乙基己酯8%,鲸蜡基PEG6%和橙色素0.5%,余量为去离子水。

[0129] A剂经过以下步骤制得:

[0130] (1) 将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到60℃,得水相;

[0131] (2) 将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到60℃,得油相;

[0132] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温15min,加入5,6-二羟基吡啶羧酸和橙色素,继续搅拌8min,加入适量氢氧化钠,将pH值调节至10左右,即得。

[0133] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0134] 过氧化氢20%,油醇18%,油酸12%,丙二醇12%,异丙醇18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0135] B剂经过以下步骤制得:

[0136] (1) 将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到60℃,得水相;

[0137] (2) 将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到60℃得到油相;

[0138] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温15min,加入过氧化氢,加入适量磷酸,将pH值调节至3,即得。

[0139] 制得A剂与B剂后,将两者分开储存,使用时按1:1的质量比混合,搅拌均匀后涂抹到头发上,过10min清洗头发即可。

[0140] 对比例2

[0141] 一种含负载二羟吡啶的二氧化硅纳米粒子的染发剂,包括A剂和B剂;其中,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0142] 负载5,6-二羟基吡啶的二氧化硅纳米粒子9%,异十六烷3%,PPG-14丁醚3%,油酸7%,甘油11%,丁二醇12%,亚硫酸钠4%,甲氧基肉桂酸乙基己酯8%,鲸蜡基PEG 6%和橙色素0.5%,余量为去离子水。

[0143] A剂中的负载5,6-二羟基吡啶的二氧化硅纳米粒子经过以下步骤制得:

[0144] S1:将二氧化硅纳米粒子与5,6-二羟基吡啶按1:1的质量比共溶于甲醇中,于30℃下以40KHz的频率超声脉冲处理10min,得产品溶液;超声脉冲处理的脉冲模式为1.6s开/0.4秒关;

[0145] S2:以16000rpm的速率对产品溶液离心处理6min,取沉淀并用甲醇洗涤3次,即得。

[0146] A剂经过以下步骤制得:

[0147] (1) 将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到60℃,得水相;

[0148] (2) 将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到60℃,得油相;

[0149] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温15min,加入负载5,6-二羟基吡

咪的二氧化硅纳米粒子和橙色素,继续搅拌8min,加入适量氢氧化钠,将pH值调节至10左右,即得。

[0150] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0151] 过氧化氢20%,油醇18%,油酸12%,丙二醇12%,异丙醇18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0152] B剂经过以下步骤制得:

[0153] (1) 将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到60℃,得水相;

[0154] (2) 将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到60℃得到油相;

[0155] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温15min,加入过氧化氢,加入适量磷酸,将pH值调节至3,即得。

[0156] 制得A剂与B剂后,将两者分开储存,使用时按1:1的质量比混合,搅拌均匀后涂抹到头发上,过10min清洗头发即可。

[0157] 对比例3

[0158] 一种含5,6-二羟基咪唑的染发剂,包括A剂和B剂;其中,A剂由以下质量百分比的组分组成:

[0159] 5,6-二羟基咪唑9%,异十六烷3%,PPG-14丁醚3%,油酸7%,甘油11%,丁二醇12%,亚硫酸钠4%,甲氧基肉桂酸乙基己酯8%,鲸蜡基PEG 6%和橙色素0.5%,余量为去离子水。

[0160] A剂经过以下步骤制得:

[0161] (1) 将去离子水、亚硫酸钠和甲氧基肉桂酸乙基己酯混合并加热到60℃,得水相;

[0162] (2) 将异十六烷、PPG-14丁醚、油酸、甘油、丁二醇和鲸蜡基PEG混合并加热到60℃,得油相;

[0163] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温15min,加入5,6-二羟基咪唑和橙色素,继续搅拌8min,加入适量氢氧化钠,将pH值调节至10左右,即得。

[0164] B剂由以下质量百分比的组分组成:

[0165] 过氧化氢20%,油醇18%,油酸12%,丙二醇12%,异丙醇18%,十二烷基磺酸钠3%和水合硅石1%,余量为去离子水。

[0166] B剂经过以下步骤制得:

[0167] (1) 将去离子水、丙二醇、十二烷基磺酸钠和水合硅石混合并加热到60℃,得水相;

[0168] (2) 将油酸、油醇、异丙醇混合并加热到60℃得到油相;

[0169] (3) 将油相加入到水相中搅拌均匀并于60℃下保温15min,加入过氧化氢,加入适量磷酸,将pH值调节至3,即得。

[0170] 制得A剂与B剂后,将两者分开储存,使用时按1:1的质量比混合,搅拌均匀后涂抹到头发上,过10min清洗头发即可。

[0171] 结果分析

[0172] 取白发,分别用实施例和对比例中的染发剂对样品白发进行涂抹实验,由于实施例2~5的结果与实施例1基本相同,因此以实施例1中的染发剂为例,说明染发剂的染发效果。染发效果以分数评价,评分标准如下:

[0173] 很差1;较差2;一般3;好4;很好5。

[0174] 实施例和对比例中染发剂的染发效果列于表1。

[0175] 表1染发剂的染发效果

项目	评分			
	实施例 1	对比例 1	对比例 2	对比例 3
耐洗色牢度 (5 次)	5	4	4	3
耐洗色牢度 (10 次)	5	3	4	3
耐洗色牢度 (20 次)	4	2	3	2
头发柔软度	5	5	5	5
着色状况	5	4	4	4
黑色覆盖	5	3	4	3

[0176] 为了验证本发明染发剂的效果,以实施例1制备的染发剂为例进行染发。将实施例1中的A剂和B剂按1:1的质量比混合,取2g白发,蘸取A剂和B剂的混合物,并将其均匀涂抹于白发表面。10min后洗净,于28℃下测定染发效果,结果如表2所示。从表2中可以看出,本发明的染发效果较好。

[0177] 表2实施例1染发剂的染发效果

名称	原始发色			染后发色		
	L	a	b	L	a	b
测试值	61.7	0.39	7.98	24.2	5.84	16.9

[0178] 注:L,a,b是标准国际色空间图的参数,L值指黑白,L值越大则越白;a值指红绿,a值越大越红;b值指黄蓝,b值越大越黄。

[0179] 为了验证染发剂固色效果,以实施例1制备的染发剂为例,并与对比例中的染发剂进行对比,结果表3所示。

[0180] 表3染发剂固色效果对比

名称	测试值	第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次	第七次	第八次	第九次	第十次
实施例 1	L	27.0	27.1	27.7	27.9	28.4	28.2	28.2	28.3	28.3	28.3
	a	6.97	6.39	6.40	6.38	6.31	6.34	6.58	6.40	6.46	6.54
	b	18.6	16.8	15.3	15.5	15.6	14.5	14.2	14.5	14.9	15.0
[0183] 对比例 1	L	26.8	26.9	27.1	27.0	27.1	27.2	27.0	27.5	27.7	27.9
	a	6.61	6.02	5.46	5.18	4.76	4.51	4.22	4.09	4.05	4.01
	b	15.0	13.1	11.7	10.9	10.1	9.1	8.5	8.1	8.0	7.8
对比文件 2	L	26.0	26.3	26.4	26.5	26.8	26.7	26.7	26.8	26.7	26.8
	a	6.04	5.43	4.98	4.71	4.51	4.08	3.99	3.93	3.92	3.90
	b	15.6	12.8	10.3	9.5	9.0	8.6	8.4	8.3	8.2	8.1
对比文件 3	L	26.4	26.8	26.9	27.0	27.1	27.3	27.4	27.5	27.6	27.7
	a	6.41	5.28	4.77	4.53	4.34	4.10	4.00	3.88	3.87	3.85
	b	13.2	10.1	8.2	6.9	6.5	6.2	6.1	6.1	6.0	5.9

[0184] 从表3中可以看出,采用本发明中的染色剂不仅染色效果好,而且固色能力强,即使经过多次水洗,也仍能保持较好的染色效果。

[0185] 对比例1与实施例1相比,二羟吡啶羧酸并未负载在二氧化硅纳米粒子上,虽然染发时也能带来较好的染发效果,但是其生物相容性差,染发剂只能在头发表层附着,容易被水洗脱,固色效果较差。

[0186] 对比例2与实施例1相比,负载在二氧化硅纳米粒子上的不是二羟吡啶羧酸,而是二羟吡啶,虽然在二氧化硅纳米粒子的作用下容易进入到头发内部,但是二羟吡啶很容易被氧化,使其与小分子色素结合力变弱,这会导致多彩染发效果下降,没有办法使得小分子在头发内部着色,从而导致其特别容易被洗掉,不能够长时间的使用,影响了彩色染发效果。

[0187] 对比例3与对比例2相比,二羟吡啶并未负载在二氧化硅纳米粒子上,固色效果进一步变差,表明二氧化硅纳米粒子对固色效果具有增强作用。

[0188] UVA、UVB和可见光可能导致毛发光损伤,损伤程度随波长的变化而不同。UVB主要造成毛发蛋白质的流失,UVA会促进颜色的改变。毛发的紫外线防护包括毛发自身天然色素的防护和外用产品的防护,可以通过染发剂沉积在毛小皮和毛皮质上阻止紫外线损伤,不同染料的紫外线防护能力不同。通过分析测试实施例1和对比例1中染发剂的紫外吸收光谱可知,二羟吡啶羧酸经过负载之后其吸收峰的位置没有发生变化,在280~380之间,如图1所示,这与UVB相对应,起到能够完美吸收紫外线的功能。

[0189] 虽然结合实施例对本发明的具体实施方式进行了详细地描述,但不应理解为对本专利的保护范围的限定。在权利要求书所描述的范围内,本领域技术人员不经创造性劳动即可作出的各种修改和变形仍属本专利的保护范围。

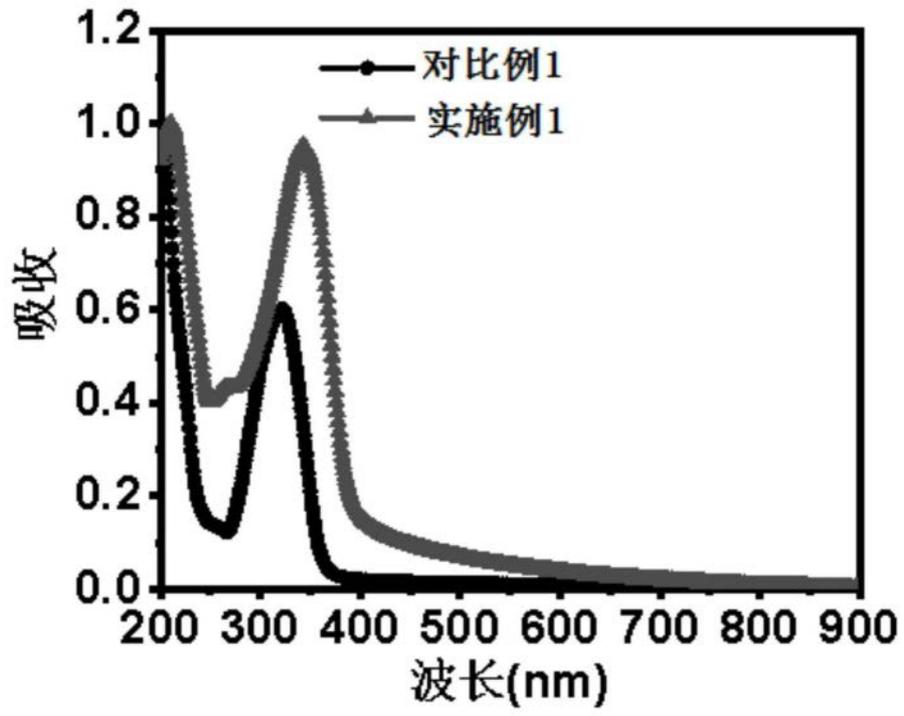


图1