



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103379939 B

(45)授权公告日 2016.12.07

(21)申请号 201280009038.4

(22)申请日 2012.02.16

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 103379939 A

(43)申请公布日 2013.10.30

(30)优先权数据
61/445,308 2011.02.22 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2013.08.15

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2012/025367 2012.02.16

(87)PCT国际申请的公布数据
W02013/105992 EN 2013.07.18

(73)专利权人 宝洁公司
地址 美国俄亥俄州

(72)发明人 林茂一 B·P·墨菲 M·A·波普
R·M·C·萨顿 G·张

(74)专利代理机构 上海专利商标事务所有限公
司 31100

代理人 樊云飞

(51)Int.Cl.
A61K 8/49(2006.01)
A61Q 5/10(2006.01)

(56)对比文件
DE 10037158 A1,2002.02.07,
EP 1488783 A1,2004.12.22,
DE 102008033875 A1,2009.05.07,
EP 1787632 A1,2007.05.23,

审查员 齐悦如

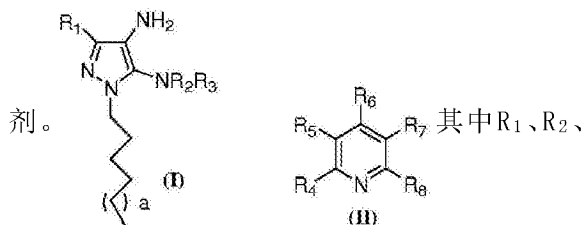
权利要求书3页 说明书18页 附图1页

(54)发明名称

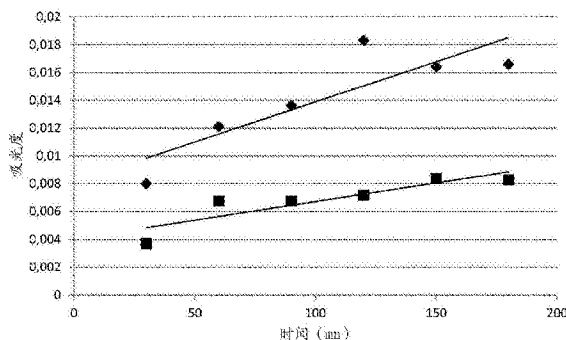
包含1-己基/庚基-4,5-二氨基吡唑和吡啶及其衍生物的氧化性染色组合物

(57)摘要

本发明涉及用于角蛋白纤维(尤其是人类角蛋白纤维)的氧化性染色的组合物,所述组合物包含(A)通式(I)的1-己基/庚基-4,5-二氨基吡唑化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物;和(B)通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物;和(C)氧化

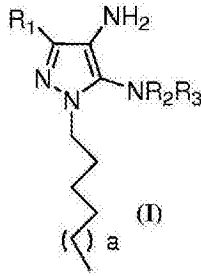


R₃、R₄、R₅、R₆、R₇和R₈如本文所定义,并且a=1或2。



1. 一种用于角蛋白纤维的氧化性染色的组合物, 包含:

-(A) 通式(I)的1-己基-4,5-二氨基吡唑化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,



其中a等于一;

其中R₁选自:

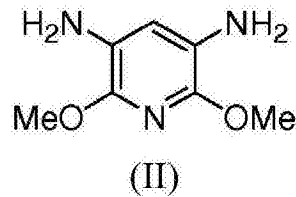
(a) 烷基或羟基取代的烷基;

(e) 卤素, 所述卤素选自F、Cl、Br和I; 和

(f) 氢;

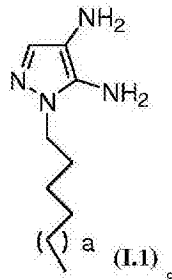
R₂和R₃彼此独立地选自氢原子; C₁-C₆烷基取代基; 三氟甲基取代基; C₁-C₆氨基烷基取代基; C₁-C₆羟烷基取代基; C₁-C₆烷氧基烷基取代基;

-(B) 通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,



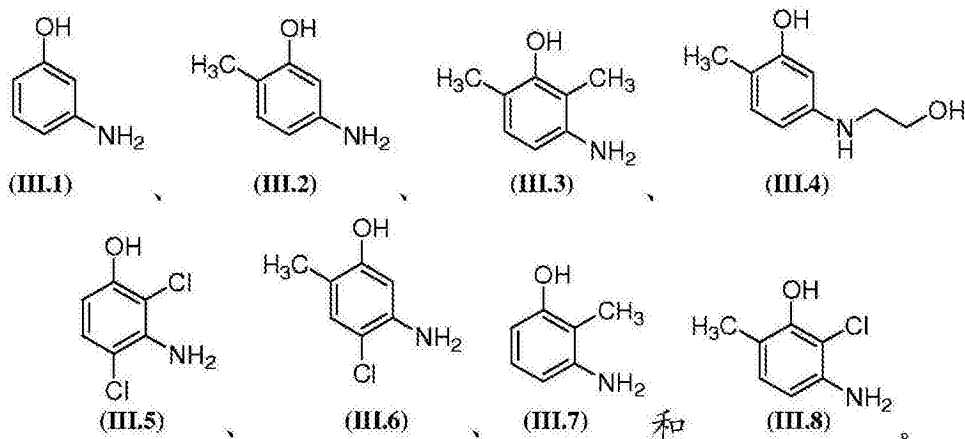
-(C) 氧化剂。

2. 根据权利要求1所述的组合物, 其中所述1-己基-4,5-二氨基吡唑化合物(I)为具有式(I.1)的化合物:



3. 根据前述权利要求中任一项所述的组合物, 还包含辅助偶合剂。

4. 根据前述权利要求3所述的组合物, 其中所述辅助偶合剂为氨基苯酚化合物, 所述氨基苯酚化合物选自:



5. 根据权利要求1或2所述的组合物,还包含主要中间体,所述主要中间体选自甲苯-2,5-二胺、对苯二胺、2-羟乙基-对苯二胺、2-甲氧基甲基-对苯二胺、2-(2,5-二氨基-4-甲氧基苯基)丙烷-1,3-二醇、2-氯-对苯二胺、2-甲氧基-对苯二胺、2-((2-(4-氨基-苯基氨基)-乙基)-(2-羟乙基)-氨基)-乙醇、它们的盐、以及它们的组合。

6. 根据权利要求1或2所述的组合物,还包含至少一种附加组分,所述附加组分选自碱化剂、辅助主要中间体、辅助偶合剂、直接染料、增稠剂、螯合剂、pH调节剂和/或缓冲剂、自由基清除剂体系、以及它们的混合物。

7. 根据权利要求1或2所述的组合物,还包含脂肪醇或氧乙烯化脂肪醇,所述脂肪醇包含14至30个碳原子,所述氧乙烯化脂肪醇包含16至30个碳原子和2个单元或更少的环氧乙烷。

8. 根据权利要求7所述的组合物,还包含至少一种离子或非离子表面活性剂,所述表面活性剂选自:

-阴离子表面活性剂,所述阴离子表面活性剂选自C8-C30烷基硫酸盐,

-根据式 R_nX_mYM 的阴离子表面活性剂,其中R独立地选自具有8至30个碳原子的烷基、烯基或烷基芳基,X独立地选自包含至少一个碳原子和至少一个氧原子或氮原子的极性基团,Y为阴离子基团,所述阴离子基团选自羧酸根、硫酸根、磺酸根或磷酸根,n和m独立地为1或2,并且M为氢或成盐阳离子、以及它们的混合物;

-包含一个或多个聚环氧乙烷链的非离子表面活性剂;

-阳离子表面活性剂,所述阳离子表面活性剂选自具有至少一个脂肪链的季铵盐或酰氨基胺;以及

-它们的混合物。

9. 根据权利要求8所述的组合物,其中所述选自C8-C30烷基硫酸盐的阴离子表面活性剂是C12-C18烷基硫酸盐。

10. 根据权利要求8所述的组合物,其中根据式 R_nX_mYM 的阴离子表面活性剂选自具有1至20个环氧乙烷单元的C8-C30烷基醚磷酸盐。

11. 根据权利要求8所述的组合物,其中根据式 R_nX_mYM 的阴离子表面活性剂选自具有2至10个环氧乙烷单元的C8-C30烷基醚磷酸盐。

12. 根据权利要求8所述的组合物,其中所述包含一个或多个聚环氧乙烷链的非离子表面活性剂中,每个聚环氧乙烷链具有平均至少50个环氧乙烷单元。

13. 根据权利要求8所述的组合物,其中所述包含一个或多个聚环氧乙烷链的非离子表面活性剂中,每个聚环氧乙烷链具有平均100至200个环氧乙烷单元。

14. 根据权利要求8所述的组合物,其中所述阳离子表面活性剂选自具有至少一个脂肪链的季铵盐或酰氨基胺,所述脂肪链包含至少16个碳原子。

15. 根据权利要求8所述的组合物,其中所述阳离子表面活性剂选自具有至少一个脂肪链的季铵盐或酰氨基胺,所述脂肪链包含至少20个碳原子。

16. 根据权利要求8所述的组合物,包含鲸蜡硬脂醇和磷酸二鲸蜡酯以及鲸蜡醇聚醚-10磷酸酯的混合物。

17. 根据权利要求1或2所述的组合物,还包含螯合剂,所述螯合剂选自:二亚乙基三胺-N,N',N''-多元酸、二亚乙基三胺五乙酸、二亚乙基三胺五亚甲基磷酸、二胺-N,N'-二多元酸、单胺单酰胺-N,N'-二多元酸、以及N,N'-双(2-羟基苄基)乙二胺-N,N'-二乙酸螯合剂、羧酸、磷酸和多磷酸和它们的盐。

18. 根据权利要求1或2所述的组合物,还包含螯合剂,所述螯合剂选自:乙二胺二琥珀酸、氨基羧酸、氨基磷酸、直链多磷酸和它们的盐。

19. 根据权利要求1或2所述的组合物,其中所述氧化剂选自过氧化氢、过碘酸钠、过氧化脲、过氧化三聚氰胺、过硼酸盐、过碳酸盐、过磷酸盐、过硅酸盐、过硫酸盐、氧化酶、以及它们的混合物。

20. 根据权利要求1或2所述的组合物,其中所述氧化剂选自尿酸酶和过氧化物酶。

21. 根据权利要求1或2所述的组合物,其中所述氧化剂选自过氧一碳酸根离子源,所述过氧一碳酸根离子源选自碳酸根、氨基甲酸根和碳酸氢根离子的钠盐、钾盐、胍盐、精氨酸盐、锂盐、钙盐、镁盐、钡盐或铵盐、以及它们的混合物。

22. 根据权利要求1或2所述的组合物,其中将所述组合物作为泡沫分配。

23. 根据前述权利要求1所述的组合物,其中所述角蛋白纤维是人类角蛋白纤维。

24. 一种染色毛发的方法,包括以下步骤:

(i)提供着色组分,所述着色组分包含(a)如权利要求1中所定义的通式(I)的1-己基-4,5-二氨基吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,和(b)如权利要求1中所定义的通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物;

(ii)提供包含(c)氧化剂的显色剂组分;

(iii)将所述着色组分和所述显色剂组分混合,以获得根据前述权利要求中任一项所述的用于角蛋白纤维的氧化性染色的组合物;

(iv)将用于角蛋白纤维的氧化性染色的所述组合物施用到所述毛发上。

25. 一种氧化性毛发染色套盒,包含:(i)着色组分,所述着色组分包含(a)如权利要求1中所定义的通式(I)的1-己基-4,5-二氨基吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,和(b)如权利要求1中所定义的通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,和(ii)包含氧化剂的显色剂组分。

26. 一种着色组分,包含(a)如权利要求1中所定义的通式(I)的1-己基-4,5-二氨基吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物;和(b)如权利要求1中所定义的通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物。

包含1-己基/庚基-4,5-二氨基吡啶和吡啶及其衍生物的氧化性染色组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及用于角蛋白纤维(尤其是人类角蛋白纤维)的氧化性染色的组合物,所述组合物包含(A)如下文式(I)中所定义的1-己基/庚基-4,5-二氨基吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,(B)如下文通式(II)所定义的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,和(C)氧化剂。

背景技术

[0002] 毛发的氧化性染色是一种最广泛使用的着色毛发的方法。在该方法中,将氧化性毛发着色前体与氧化剂(通常为过氧化剂)联合使用。所述前体一般为能够扩散到毛发中的小分子,一般包括主要中间体和偶合剂。已在此类氧化性毛发着色组合物中使用多种主要中间体和偶合剂。选择偶合剂和主要中间体的特定组合,以允许达到所期望的毛发着色微差。

[0003] 除了提供所期望的着色以外,用于氧化性毛发染色的染料前体还必须满足一些附加的要求。实际上,所用偶合剂与主要中间体的组合应递送所期望的强度连同良好的耐洗性和渗色牢度,并且从毒物学和皮肤病学角度上看是可接受的。

[0004] 已公开,吡啶化合物作为氧化性染料前体。包含吡啶衍生物(I)、间氨基苯酚衍生物(II)和吡啶衍生物(III)的角蛋白纤维着色剂是已知的。参见例如EP1166748A2。

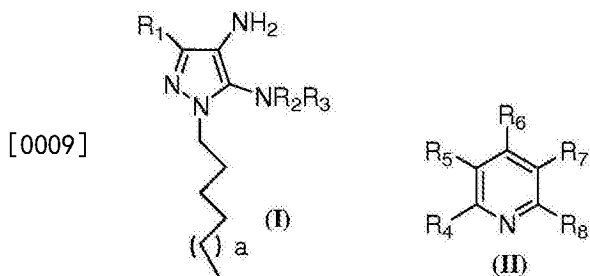
[0005] 包含吡啶化合物的现有技术的组合物不令人满意,尤其是在强度、耐洗性和渗色方面。

[0006] 此外,这些公开不公开在4,5-二氨基吡啶的N-1位置上选择C6/C7直链烷基取代基的例子。

[0007] 本发明提供了新型染料组合物,所述组合物克服了吡啶化合物的已知缺点。具体地,本发明提供了良好的毛发着色强度连同良好的耐洗性和渗色牢度。实际上,已令人惊奇地发现,C6/C7烷基直链对N-1位置上的吡啶环系的改性,与吡啶偶合剂组合,对角质纤维可能经历的多种处理提供了优异的耐受性。

发明内容

[0008] 本发明涉及用于角蛋白纤维(尤其是人类角蛋白纤维)的氧化性染色的组合物,所述组合物包含(A)通式(I)的1-己基/庚基-4,5-二氨基吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物;(B)通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物;和(C)氧化剂。



[0010] 其中 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 和 R_8 如权利要求中所定义,并且 $a=1$ 或 2 。

[0011] 本发明还涉及染色毛发的方法,所述方法包括向毛发施用该组合物的步骤,并且涉及套盒,所述套盒包含:(i)着色组分,所述着色组分包含至少(a)通式(I)的1-己基/庚基-4,5-二氨基吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,(b)通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,和(ii)包含(c)氧化剂的显色剂组分。

附图说明

[0012] 图1示出显示1-戊基-和1-己基-4,5-二氨基吡啶与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺(式II.2的化合物)的溶液扩散测试结果的图示。

[0013] 图2示出显示1-戊基-和1-己基-4,5-二氨基吡啶与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺和2,5-甲苯二胺硫酸盐(DTS)的溶液扩散测试结果的图示。

具体实施方式

[0014] 定义

[0015] 如本文所用,术语“用于角蛋白纤维的氧化性染色的组合物”是指用于染色角蛋白纤维(尤其是人类毛发)的合适载体介质中的即用型组合物,所述组合物包含氧化性染料前体(主要中间体和偶合剂)和氧化剂。这些组合物可通常为两种组合物混合的结果,即包含染料前体并且通常包含碱化剂如氨和/或单乙醇胺的着色组分,和包含氧化剂的显色剂组分。

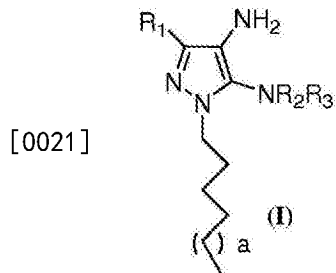
[0016] 如本文所用,术语“角蛋白”是指存在于表皮组织中并且改性成硬质结构如角、毛发和指/趾甲的硬蛋白。如本文所用,术语“毛发”是指生命体如人身上的角质纤维,或非生命体如假发、假眉毛,或其它无生命角质纤维的聚集体中的角质纤维。哺乳动物(优选人类)的毛发是优选的。毛发、羊毛、毛皮和其它角质纤维尤其适用作本文所述化合物和组合物着色的底物。

[0017] 如本文所用,术语“染料前体”是指用于组合物中以作为主要中间体、偶合剂或二者以向角质纤维提供着色的化合物。

[0018] 应当理解,当该显色剂涉及具体的结构时,可包括所有合理的附加的互变异构结构。在本领域中,互变异构结构经常由一个单一结构来表示,并且本发明遵循该通例。

[0019] 吡啶化合物

[0020] 本发明的1-己基/庚基-4,5-二氨基吡啶化合物为通式(I)、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物:



[0022] 其中a等于一或二；

[0023] 其中R₁选自：

[0024] (a)C-连接的取代基，所述C-连接的取代基选自：

[0025] (i)取代或未取代的、直链或支化或环状的、饱和或不饱和的、脂族或杂脂族取代基，尤其是烷基或羟基取代的烷基，

[0026] (ii)取代或未取代的、单不饱和或多不饱和的芳族或杂芳族取代基，尤其是芳基或杂芳基，

[0027] 其中所述C-连接的取代基包含1至6个碳原子和0至5个杂原子，所述杂原子选自O、F、N、P和Si；

[0028] (b)S-连接的取代基，所述S-连接的取代基选自SA¹、SO₂A¹、SO₃A¹、SSA¹、SOA¹、SO₂NA¹A²、SNA¹A²和SONA¹A²；

[0029] (c)O-连接的取代基，所述O-连接的取代基选自OA¹、ONA¹A²；

[0030] (d)N-连接的取代基，所述N-连接的取代基选自NA¹A²；(NA¹A²A³)⁺、NA¹SA²、NO₂；NA¹A²；

[0031] (e)卤素，所述卤素选自F、Cl、Br和I；和

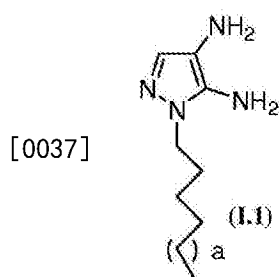
[0032] (f)氢；

[0033] 其中A¹、A²和A³独立地选自氢；取代或未取代的、直链或支化或环状的、饱和或不饱和的、脂族或杂脂族或芳族或杂芳族取代基，优选取代或未取代的烷基，或者A¹和A²连同它们键合的氮原子形成环；其中所述取代基或环包含1至6个碳原子和0至5个杂原子，所述杂原子选自O、S、N、P和Si；

[0034] R₂和R₃彼此独立地选自氢原子；C1-C6烷基取代基；三氟甲基取代基；C1-C6氨基烷基取代基；C1-C6羟烷基取代基；C1-C6烷氧基烷基取代基。

[0035] 式(I)的合适盐为例如氯化物、溴化物、硫酸盐、苹果酸盐、酒石酸盐、乳酸盐和乙酸盐。尤其关注的是半硫酸盐，其在储存期间可以提供比其它盐如氯化物或硫酸盐更好的稳定性。

[0036] 在一个优选的实施例中，1-己基/庚基-4,5-二氨基吡唑化合物(I)是具有式(I.1)的化合物：

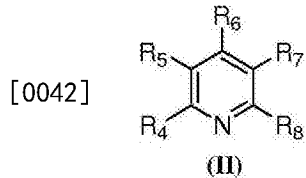


[0038] 其中a等于一或二。

[0039] 将式(I)的1-己基/庚基-4,5-二氨基吡啶化合物与式(II)的吡啶化合物组合,以提供所得毛发着色,所述毛发着色具有优异的耐洗性、渗色牢度和强度。

[0040] 吡啶化合物

[0041] 本发明的吡啶化合物根据下文通式(II),或为生理上相容的水溶性盐:



[0043] 其中R₄、R₅、R₆、R₇和R₈为取代基,所述取代基彼此独立地选自:

[0044] (a)C-连接的取代基,所述C-连接的取代基选自:

[0045] (i)取代或未取代的、直链或支化或环状的、饱和或不饱和的、脂族或杂脂族取代基,尤其是烷基或羟基取代的烷基,

[0046] (ii)取代或未取代的、单不饱和或多不饱和的芳族或杂芳族取代基,尤其是芳基或杂芳基,

[0047] 其中所述C-连接的取代基包含1至6个碳原子和0至5个杂原子,所述杂原子选自O、F、N、P和Si;

[0048] (b)S-连接的取代基,所述S-连接的取代基选自SA¹、SO₂A¹、SO₃A¹、SSA¹、SOA¹、SO₂NA¹A²、SNA¹A²和SONA¹A²;

[0049] (c)O-连接的取代基,所述O-连接的取代基选自OA¹、ONA¹A²;

[0050] (d)N-连接的取代基,所述N-连接的取代基选自NA¹A²;(NA¹A²A³)⁺、NA¹SA²、NO₂; NA¹A²;

[0051] (e)卤素,所述卤素选自F、Cl、Br和I;和

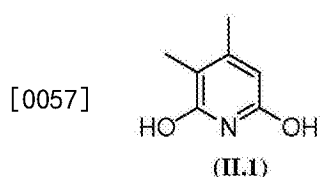
[0052] (f)氢;

[0053] 其中A¹、A²和A³独立地选自氢;取代或未取代的、直链或支化或环状的、饱和或不饱和的、脂族或杂脂族或芳族或杂芳族取代基,优选取代或未取代的烷基,或者A¹和A²连同它们键合的氮原子形成环;其中所述取代基或环包含1至6个碳原子和0至5个杂原子,所述杂原子选自O、S、N、P和Si。

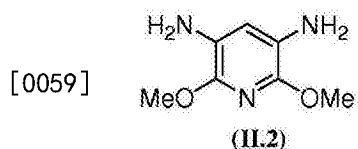
[0054] 式(II)的合适盐例如氯化物、溴化物、硫酸盐、苹果酸盐、酒石酸盐、乳酸盐和乙酸盐。

[0055] 在优选的实施例中,R₄、R₅、R₆、R₇和R₈独立地选自氢、羟基、C₁-C₆烷基、C₂-C₆羟烷基、氨基、C₁-C₆烷基氨基、C₂-C₆羟烷基氨基、C₁-C₆烷氧基、以及它们的混合物。式(II)的优选吡啶衍生物为3,4-二甲基吡啶-2,6-二酚、吡啶-2,6-二胺、2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺、6-甲氧基-N2-甲基吡啶-2,3-二胺和2-氨基吡啶-3-醇。

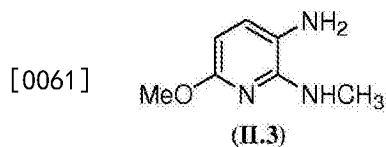
[0056] 在更优选的实施例中,吡啶衍生物(II)为具有式(II.1)的化合物:



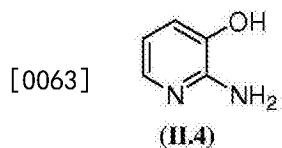
[0058] 在一个优选的实施例中,吡啶衍生物(II)为具有式(II.2)的化合物:



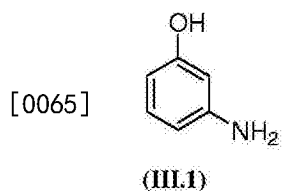
[0060] 在一个优选的实施例中,吡啶衍生物(II)为具有式(II.3)的化合物:



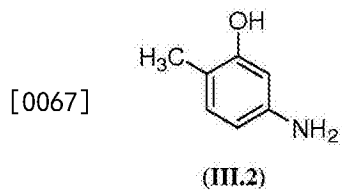
[0062] 在一个优选的实施例中,吡啶衍生物(II)为具有式(II.4)的化合物:



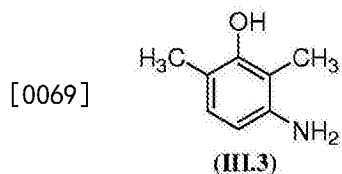
[0064] 本发明的毛发染色组合物还可由辅助偶合剂组成。在一个优选的实施例中,所述辅助偶合剂为具有式(III.1)的化合物:



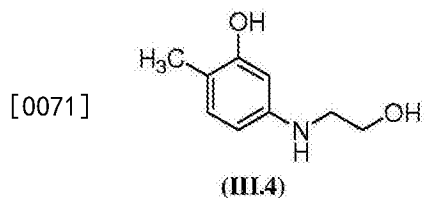
[0066] 在一个优选的实施例中,所述辅助偶合剂为具有式(III.2)的化合物:



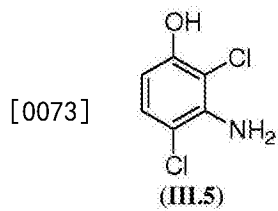
[0068] 在一个优选的实施例中,所述辅助偶合剂为具有式(III.3)的化合物:



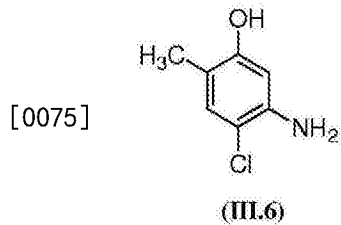
[0070] 在一个优选的实施例中,所述辅助偶合剂为具有式(III.4)的化合物:



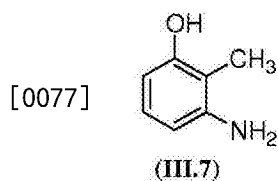
[0072] 在一个优选的实施例中,所述辅助偶合剂为具有式(III.5)的化合物:



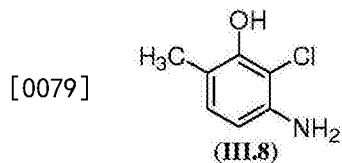
[0074] 在一个优选的实施例中,所述辅助偶合剂为具有式(III.6)的化合物:



[0076] 在一个优选的实施例中,所述辅助偶合剂为具有式(III.7)的化合物:



[0078] 在另一个优选的实施例中,间氨基苯酚化合物(III)为具有式(II.8)的化合物:



[0080] 已令人惊奇地发现,C6/C7烷基直链对N-1位置上的吡唑环系的改性提供染料前体,所述染料前体与吡啶化合物组合,对角质纤维可能经历的多种处理提供优异的耐受性,尤其是耐洗性和抗渗色性。

[0081] 氧化剂

[0082] 本发明的组合物包含氧化剂。适于角蛋白纤维的氧化性染色的典型氧化剂可选自过氧化氢、过碘酸钠、过氧化脲、过氧化三聚氰胺、过硼酸盐、过碳酸盐、过磷酸盐、过硅酸盐、过硫酸盐、氧化酶如尿酸酶、氧化酶和过氧化物酶、以及它们的混合物。可优选过氧化氢、过硼酸盐、或过碳酸盐。

[0083] 用于本文的另一种潜在的氧化剂为过氧一碳酸根离子源。优选地,此类来源由过氧化氢源和碳酸氢根离子源原位形成。已发现,此类氧化剂在至多且包括9.5,优选约7.5至约9.5,更优选约pH9的pH下是尤其有效的。此外,该体系与氨源或铵离子源组合,也是尤其有效的。

[0084] 因此,可使用这些过氧一碳酸根离子的任何来源。本文所用的合适来源包括碳酸根、氨基甲酸根和碳酸氢根离子的钠盐、钾盐、胍盐、精氨酸盐、锂盐、钙盐、镁盐、钡盐或铵盐、以及它们的混合物。具体地,可优选碳酸钠、碳酸氢钠、碳酸钾、碳酸氢钾、碳酸胍、碳酸氢胍、碳酸锂、碳酸钙、碳酸镁、碳酸钡、碳酸铵、碳酸氢铵、以及它们的混合物。也可利用过碳酸盐以提供碳酸根离子源并且用作氧化剂。优选的碳酸根离子源、氨基甲酸根和碳酸氢根离子源是碳酸氢钠、碳酸氢钾、碳酸铵、氨基甲酸铵、以及它们的混合物。

[0085] 毛发染色组合物可通常包含按所述组合物的总重量计约1%至约15%，相对于所述组合物的总重量通常约1.5重量%至约10重量%，并且更典型约2重量%至约8重量%的氧化剂。

[0086] 所述氧化剂可在显色剂组分中提供，将所述显色剂组分与着色组分混合以获得本发明的组合物。显色剂组分可基于任何所期望的制剂底物，包括任何商业产品，例如水包油乳液。典型的显色剂组分包含按所述组合物的总重量计约6%或约9%的H₂O₂。商业例子为分别具有约6%和约9%H₂O₂的由Wella市售的Welloxon[®]乳液，并且包含INCI成分：水、过氧化氢、鲸蜡硬脂醇、鲸蜡硬脂基聚氧乙烯醚-25、水杨酸、磷酸、磷酸二钠、羟乙磷酸。

[0087] 本发明的毛发染色组合物可被成形为粘稠液体、霜膏、凝胶、乳液、泡沫、气溶胶摩丝、或作为固体形式，以向其中加入水以产生氧化剂，并且形成适于毛发着色的增稠载体。除了上文示出的成分以外，它们还可包含另外的成分，以进一步增强所述组合物的性能，包括但不限于：溶剂；氧化染料、直接染料；氧化剂；自由基清除剂；增稠剂和或流变改性剂；螯合剂；pH调节剂和缓冲剂；碳酸根离子源；过氧一碳酸根离子源；阴离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、非离子表面活性剂、两性表面活性剂或两性离子表面活性剂、或它们的混合物；阴离子聚合物、阳离子聚合物、非离子聚合物、两性聚合物或两性离子聚合物、或它们的混合物；芳香剂；酶；分散剂；过氧化物稳定剂；抗氧化剂；天然成分例如蛋白质和蛋白质化合物、以及植物提取物；调理剂，包括硅氧烷和阳离子聚合物、神经酰胺、防腐剂；以及遮光剂和珠光剂（诸如二氧化钛和云母）。上文提及但是下文没有具体描述的一些合适的辅剂列于International Cosmetics Ingredient Dictionary and Handbook（第8版；The Cosmetic, Toiletry, and Fragrance Association）中。尤其是第2卷第3部分（化学分类）和第4部分（官能团）用于确定具体的辅剂以达到特定的目的或多种用途。这些成分中的一些论述于下文中，其公开当然是不完全的。

[0088] 碱化剂

[0089] 用于角蛋白纤维的氧化性染色的组合物还可包含（一般在着色组分中）本领域中已知的碱化剂。可使用本领域中已知的任何碱化剂，如氨；链烷醇胺例如单乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、单丙醇胺、二丙醇胺、三丙醇胺、2-氨基-2-甲基-1,3-丙二醇、2-氨基-2-甲基-1-丙醇和2-氨基-2-羟甲基-1,3-丙二醇；胍盐；碱金属和铵的氢氧化物如氢氧化钠；碱金属和铵的碳酸盐；以及它们的混合物。典型的碱化剂为氨和/或单乙醇胺。

[0090] 通常，用于角蛋白纤维的氧化性染色的组合物包含相对于所述组合物的总重量约0.1重量%至约10重量%，优选约0.5重量%至约6重量%，更优选约1重量%至约4重量%的碱化剂。

[0091] 主要中间体

[0092] 除了本发明的吡唑化合物以外，本发明的毛发染色组合物还可包含另外的主要中间体。用于本文所述组合物中的合适的主要中间体包括但不限于：甲苯-2,5-二胺、对苯二胺、N-苯基-对苯二胺、N,N-双(2-羟乙基)-对苯二胺、2-羟乙基-对苯二胺、羟丙基-双-(N-羟乙基-对苯二胺)、2-甲氧基甲基-对苯二胺、2-(1,2-二羟基乙基)-对苯二胺、2,2'-(2-(4-氨基苯基氨基)乙脲二基)乙二醇、2-(2,5-二氨基-4-甲氧基苯基)丙烷-1,3-二醇、2-(7-氨基-2H-苯并[b][1,4]噻唑-4(3H)-基)乙醇、2-氯-对苯二胺、对氨基苯酚、对(甲基氨基)苯酚、4-氨基间甲酚、2-甲氧基-对苯二胺、2,2'-亚甲基双-4-氨基苯酚、2,4,5,6-四氨基嘧啶、2,5,6-三氨基-4-嘧啶醇、1-羟乙基-4,5-二氨基吡唑硫酸盐、4,5-二氨基-1-甲基

吡唑、4,5-二氨基-1-乙基吡唑、4,5-二氨基-1-异丙基吡唑、4,5-二氨基-1-丁基吡唑、4,5-二氨基-1-戊基吡唑、4,5-二氨基-1-苄基吡唑、2,3-二氨基-6,7-二氢吡唑并[1,2-a]吡唑-1(5H)-酮二甲基硫酸盐、它们的盐(例如氯化物、溴化物、硫酸盐、苹果酸盐、酒石酸盐、乳酸盐和乙酸盐)、以及它们的混合物。

[0093] 特别要关注的是甲苯-2,5-二胺、对苯二胺、2-羟乙基-对苯二胺、2-甲氧基甲基-对苯二胺、2-(2,5-二氨基-4-甲氧基苯基)丙烷-1,3-二醇、2-氯-对苯二胺、2-甲氧基-对苯二胺、2-((2-(4-氨基-苯基氨基)-乙基)-(2-羟乙基)-氨基)-乙醇、它们的盐(例如氯化物、溴化物、硫酸盐、苹果酸盐、酒石酸盐、乳酸盐和乙酸盐)和组合。

[0094] 通常,用于角蛋白纤维的氧化性染色的组合物包含相对于所述组合物的总重量约0.1重量%至约10重量%,优选约0.3重量%至约6重量%,更优选约0.5重量%至约4重量%的主要中间体。

[0095] 偶合剂

[0096] 除了本发明的吡啶化合物以外,本发明的毛发染色组合物还可包含其它偶合剂以获得多种色调。适用于本文所述组合物中的偶合剂包括但不限于:间苯二酚、4-氯间苯二酚、2-氯间苯二酚、2-甲基间苯二酚、4,6-二氯-1,3-苯二酚、2,4-二甲基-1,3-苯二酚、间氨基苯酚、4-氨基-2-羟基甲苯、2-甲基-5-羟乙基氨基苯酚、3-氨基-2,6-二甲基苯酚、3-氨基-2,4-二氯苯酚、5-氨基-6-氯-邻甲酚、5-氨基-4-氯-邻甲酚、6-羟基苯并吗啉、2-氨基-5-乙基苯酚、2-氨基-5-苯基苯酚、2-氨基-5-甲基苯酚、2-氨基-6-甲基苯酚、2-氨基-5-乙氧基苯酚、5-甲基-2-(甲基氨基)苯酚、2,4-二氨基苯氧基乙醇、2-氨基-4-羟乙基氨基苯甲醚、1,3-二-(2,4-二氨基苯氧基)-丙烷、2,2'-(2-甲基-1,3-亚苯基)双(脲二基)二乙醇、苯-1,3-二胺、2,2'-(4,6-二氨基-1,3-亚苯基)双(氧基)二乙醇、3-(吡咯烷-1-基)苯胺、1-(3-(二甲基氨基)苯基)脲、1-(3-氨基苯基)脲、1-萘酚、2-甲基-1-萘酚、1,5-萘二酚、2,7-萘二酚或1-乙酰氧基-2-甲基萘、4-氯-2-甲基萘-1-酚、4-甲氧基-2-甲基萘-1-酚、2,6-二羟基-3,4-二甲基吡啶、2,6-二甲氧基-3,5-吡啶二胺、3-氨基-2-甲基氨基-6-甲氧基吡啶、2-氨基-3-羟基吡啶、2,6-二氨基吡啶、吡啶-2,6-二酚、5,6-二羟基吡啶、6-羟基吡啶、5,6-二羟基二氢吡啶、3-甲基-1-苯基-1H-吡唑-5(4H)-酮、1,2,4-三羟基苯、2-(苯并[d][1,3]二氧杂环戊烯-5-基氨基)乙醇(还称为羟乙基-3,4-亚甲基二氧基苯胺)、以及它们的混合物。

[0097] 当通过将着色组分与显色剂组分混合获得所述组合物时,可优选将附加的主要中间体和偶合剂掺入所述着色组分中。

[0098] 通常,用于角蛋白纤维的氧化性染色的组合物包含相对于所述组合物的总重量约0.1重量%至约10重量%,优选约0.3重量%至约6重量%,更优选约0.5重量%至约4重量%的偶合剂。

[0099] 直接染料

[0100] 本发明的组合物还可包含相容的直接染料,其含量足以提供附加的着色,尤其是在色彩的强度方面。通常,此量将在相对于所述组合物的总重量约0.05重量%至约4重量%的直接染料范围内。当通过将着色组分与显色剂组分混合获得所述组合物时,通常将直接染料掺入所述着色组分中。

[0101] 通常使用下列直接染料:酸性染料如酸性黄1、酸性橙3、酸性黑1、酸性黑52、酸性橙7、酸性红33、酸性黄23、酸性蓝9、酸性紫43、HC蓝16、酸性蓝62、酸性蓝25、酸性红4,碱性

染料如碱性褐17、碱性红118、碱性橙69、碱性红76、碱性褐16、碱性黄57、碱性紫14、碱性蓝7、碱性蓝26、碱性红2、碱性蓝99、碱性黄29、碱性红51、碱性橙31、碱性黄87, 4-(3-(4-氨基-9,10-二氧基-9,10-二氢蒽-1-基氨基)丙基)-4-甲基吗啉-4-鎧-甲硫酸盐、(E)-1-(2-(4-(4,5-二甲基噻唑-2-基)二氮烯基)苯基)(乙基)氨基)乙基)-3-甲基-1H-咪唑-3-鎧氯化物、(E)-4-(2-(4-(二甲基氨基)苯基)二氮烯基)-1-甲基-1H-咪唑-3-鎧-3-基)丁烷-1-磺酸盐、(E)-4-(4-(2-甲基-2-苯基亚联氨基)甲基)吡啶鎧-1-基)丁烷-1-磺酸盐、N,N-二甲基-3-(4-(甲基氨基)-9,10-二氧基-4a,9,9a,10-四氢蒽-1-基氨基)-N-丙基丙-1-铵溴化物,分散染料如分散红17、分散紫1、分散红15、分散紫1、分散黑9、分散蓝3、分散蓝23、分散蓝377,硝基染料如1-(2-(4-硝基苯基氨基)乙基)脲、2-(4-甲基-2-硝基苯基氨基)乙醇、4-硝基苯-1,2-二胺、2-硝基苯-1,4-二胺、苦氨酸、HC红No.13、2,2'-(2-硝基-1,4-亚苯基)双(脲二基)二乙醇、HC黄No.5、HC红No.7、HC蓝No.2、HC黄No.4、HC黄No.2、HC橙No.1、HC红No.1、2-(4-氨基-2-氯-5-硝基苯基氨基)乙醇、HC红No.3、4-氨基-3-硝基苯酚、4-(2-羟乙基氨基)-3-硝基苯酚、2-氨基-3-硝基苯酚、2-(3-(甲基氨基)-4-硝基苯氧基)乙醇、3-(3-氨基-4-硝基苯基)丙-1,2-二醇、HC黄No.11、HC紫No.1、HC橙No.2、HC橙No.3、HC黄No.9、HC红No.10、HC红No.11、2-(2-羟乙基氨基)-4,6-二硝基苯酚、HC蓝No.12、HC黄No.6、HC黄No.12、HC蓝No.10、HC黄No.7、HC黄No.10、HC蓝No.9、2-氯-6-(乙基氨基)-4-硝基苯酚、6-硝基吡啶-2,5-二胺、HC紫No.2、2-氨基-6-氯-4-硝基苯酚、4-(3-羟丙基氨基)-3-硝基苯酚、HC黄No.13、6-硝基-1,2,3,4-四氢喹啉、HC红No.14、HC黄No.15、HC黄No.14、N2-甲基-6-硝基吡啶-2,5-二胺、N1-烯丙基-2-硝基苯-1,4-二胺、HC红No.8、HC绿No.1、HC蓝No.14,和天然染料如酪黄、花青素、甜菜根、胡萝卜素、辣椒黄素、番茄红素、叶绿素、指甲花、溶靛素、胭脂虫红。

[0102] 增稠剂

[0103] 本发明的毛发染色组合物可包含足量的增稠剂以向所述组合物提供粘度,使得它易于施用到毛发,而不会不适当地从毛发上滴落并引起脏乱。通常,此量相对于所述组合物的总重量将为至少0.05重量%,优选至少0.5重量%,更优选至少1重量%的增稠剂。当通过将多种组分混合获得所述组合物时,所述增稠剂可存在于任何组分中。

[0104] 优选可用于本文的是耐盐增稠剂,包括但不限于:黄原胶、瓜尔胶、羟丙基瓜尔胶、小核菌葡聚糖、甲基纤维素、乙基纤维素(以商品名AQUACOTE(TM)购得)、羟乙基纤维素(NATROSOL(TM))、羧甲基纤维素、羟丙基甲基纤维素、微晶纤维素、羟丁基甲基纤维素、羟丙基纤维素(以商品名KLUCCEL(TM)购得)、羟乙基乙基纤维素、鲸蜡基羟乙基纤维素(以商品名NATROSOL(TM)Plus330购得)、N-乙基吡咯烷酮(以商品名POVIDONE(TM)购得)、丙烯酸酯/鲸蜡醇聚醚-20衣康酸酯共聚物(以商品名STRUCTURE(TM)3001购得)、羟丙基淀粉磷酸酯(以商品名STRUCTURE(TM)ZEA购得)、多乙氧基化尿烷或聚氨基甲酰聚乙二醇酯(例如PEG-150/癸基/SMDI共聚物(以商品名ACULYN(TM)44购得)、以商品名ACULYN(TM)46购得的PEG-150/硬脂基/SMDI共聚物)、丙烯酸酯/山嵛醇聚醚-25甲基丙烯酸酯共聚物(以商品名ACULYN(TM)28购得)、丙烯酸酯/新癸酸乙烯酯交联聚合物(以商品名ACULYN(TM)38购得)、丙烯酸酯/硬脂基聚氧乙烯醚-20甲基丙烯酸酯交联聚合物(以商品名ACULYN(TM)88购得)、PEG-150二硬脂酸酯(以商品名ACULYN(TM)60购得)、三羟基硬脂酸甘油酯(以商品名

THIXCIN(TM)购得)、丙烯酸酯共聚物(例如以商品名ACULYN(TM)33购得)或疏水改性的丙烯酸酯共聚物(例如丙烯酸酯/硬脂基聚氧乙烯醚-20甲基丙烯酸酯共聚物(以商品名ACULYN(TM)22购得)、包含至少一个脂肪链和至少一个亲水性单元(选自包含至少一个脂肪链的聚醚尿烷)的非离子两亲聚合物。

[0105] 还优选用于本文的是基于层状凝胶网络体系的增稠剂,所述体系包含至少一种具有6或更少的HLB和至少30°C的熔点的表面活性剂或两亲物,优选选自包含14至30个碳原子的脂肪醇、或包含16至30个碳原子以及2个单元或更少的环氧乙烷的氧乙烯化脂肪醇,并且还包含至少一种离子或非离子表面活性剂,所述表面活性剂优选选自:

[0106] -阴离子表面活性剂,所述阴离子表面活性剂选自C8-C30烷基硫酸盐,优选C12-C18烷基硫酸盐,

[0107] -根据式 R_nX_mYM 的阴离子表面活性剂,其中R独立地选自具有8至30个碳原子的烷基、烯基或烷基芳基,X独立地选自包含至少一个碳原子和至少一个氧原子或氮原子的极性基团,Y为阴离子基团,所述阴离子基团选自羧酸根、硫酸根、磺酸根或磷酸根,n和m独立地为1或2,并且M为氢或成盐阳离子、以及它们的混合物,最优选选自具有1至20个,优选2至10个环氧乙烷单元的C8-C30烷基醚磷酸盐(例如以商品名CRODAFOS(TM)CES购得),

[0108] -包含一个或多个聚环氧乙烷链的非离子表面活性剂,优选每个聚环氧乙烷链具有平均至少50个环氧乙烷单元,并且最优选100至200个环氧乙烷单元(例如以商品名VOLPO(TM)S200购得),

[0109] -阳离子表面活性剂,所述阳离子表面活性剂选自具有至少一个脂肪链的季铵盐或酰氨基胺,优选包含至少16个碳原子,并且最优选至少20个碳原子,

[0110] -以及它们的混合物。

[0111] 此类层状凝胶网络体系的例子公开于EP1,832,273和EP2,103,299中。

[0112] 所述组合物优选包含鲸蜡硬脂醇和磷酸二鲸蜡酯以及鲸蜡醇聚醚-10磷酸酯的混合物(例如以商品名CRODAFOS(TM)CES购得)。

[0113] 螯合剂

[0114] 本发明的组合物可包含足量的螯合剂,以减少可以与制剂组分(尤其是氧化剂,更具体地是过氧化物和过碳酸盐)相互作用的金属的量。通常,此类量在相对于所述组合物的总重量至少0.15重量%,优选至少0.25重量%的螯合剂范围内。用于本文的合适的螯合剂包括但不限于:二亚乙基三胺-N,N',N''-多元酸、二亚乙基三胺五乙酸(DTPA)、二亚乙基三胺五(亚甲基膦酸)(DTPMP)、二胺-N,N'-二多元酸、单胺单酰胺-N,N'-二多元酸、以及N,N'-双(2-羟基苄基)乙二胺-N,N'-二乙酸螯合剂(优选EDDS(乙二胺二琥珀酸))、羧酸(优选氨基酸)、膦酸(优选氨基膦酸)和多磷酸(尤其是直链多磷酸)、它们的盐和衍生物。当通过将着色组分与显色剂组分混合获得所述组合物时,可将螯合剂掺入着色组分中或显色剂组分中或二者中。鉴于稳定性原因,螯合剂通常存在于显色剂组分中。

[0115] pH调节剂

[0116] 除了上述碱化剂以外,本发明的组合物还可包含pH调节剂和/或缓冲剂,所述pH调节剂和/或缓冲剂的量足以将所述组合物的pH有效调节至约3至约13,优选约8至约12,更优选约9至约11的范围内。

[0117] 自由基清除剂

[0118] 根据本发明,所述组合物可包含自由基清除剂。如本文所用,术语自由基清除剂是指可与自由基反应,以通过一系列快速反应将所述自由基物质转变为非反应性或反应性较低物质的物质。还优选选择所述自由基清除剂,使得其不为与碱化剂相同的物质,并且其足以减少着色/漂白过程期间对毛发的损伤的量存在。本发明的组合物包含相对于所述组合物的总重量约0.1重量%至约10重量%,优选约1重量%至约7重量%的自由基清除剂。

[0119] 可用于本文的合适的自由基清除剂可选自以下类别:链烷醇胺、氨基糖、氨基酸、氨基酸的酯、以及它们的混合物。合适的化合物包括3-取代的吡唑-5-酮、3-羧基-1H-吡唑-5-酮、3-甲基-1-苯基-吡唑-5-酮、3-甲基-1-对甲苯基-吡唑-5-酮、3-甲基-1-(4-磺基苯基)-吡唑-5-酮、3-甲基-1-(4-磺基酰胺苯基)-吡唑-5-酮、3-甲基-1-(3-磺基苯基)-吡唑-5-酮、3-甲基-1-(3-磺基酰胺苯基)-吡唑-5-酮、3-甲基-1-(2-氯-5-磺基苯基)-吡唑-5-酮、3-甲基-1-(2,5-二氯-4-磺基苯基)-吡唑-5-酮、3-甲基-1-(4-氯苯基)-吡唑-5-酮、3-甲基-1-(4-羧基苯基)-吡唑-5-酮、3-羧基-1-苯基-吡唑-5-酮、3-羧基-1-(4-磺基苯基)-吡唑-5-酮、1,3-二苯基-吡唑-5-酮、吡唑-5-酮-3-甲酸甲酯、3-氨基-1-丙醇、4-氨基-1-丁醇、5-氨基-1-戊醇、1-氨基-2-丙醇、1-氨基-2-丁醇、1-氨基-2-戊醇、1-氨基-3-戊醇、1-氨基-4-戊醇、3-氨基-2-甲基丙-1-醇、1-氨基-2-甲基丙-2-醇、3-氨基丙-1,2-二醇、葡糖胺、N-乙酰基葡糖胺、甘氨酸、精氨酸、赖氨酸、脯氨酸、谷氨酰胺、组氨酸、肌氨酸、丝氨酸、谷氨酸、色氨酸、或它们的混合物、或盐(如它们的钾盐、钠盐或铵盐)、或它们的混合物。在一些实施例中,本发明的组合物可包含甘氨酸、肌氨酸、赖氨酸、丝氨酸、2-甲氧基乙胺、葡糖胺、谷氨酸、吗啉、哌啶、乙胺、3-氨基-1-丙醇、或它们的混合物。

[0120] 毛发染色的方法

[0121] 为了使用所述染色组合物,通常在即将使用之前将着色组分和显色剂组分混合,并且根据毛发丰度向毛发施用足量的混合物,一般为约60至约250克。这样制备时,将所述组合物施用到待染色的毛发,并且与毛发保持接触一定时间以有效地将毛发染色。通常,在15°C至约50°C范围内的温度下,使毛发染料组合物在毛发上作用约2至约60分钟,优选约15至约45分钟,更优选约30分钟。其后,用水冲洗毛发以除去所述组合物,并且干燥。如果需要的话,用洗发剂洗涤毛发并例如用水或弱酸性溶液例如柠檬酸或酒石酸溶液冲洗,并且干燥。还可任选地提供单独的调理产品。

[0122] 因此,用所述组合物染色毛发的方法可包括以下步骤:

[0123] (i)提供着色组分,所述着色组分包含(a)如权利要求1中所定义通式(I)的1-己基/庚基-4,5-二氨基吡唑化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,和(b)如权利要求1中所定义通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物;

[0124] (ii)提供包含(c)氧化剂的显色剂组分;

[0125] (iii)将所述着色组分和所述显色剂组分混合以获得根据本发明的组合物,用于角蛋白纤维的氧化性染色的组合物;

[0126] (iv)将用于角蛋白纤维的氧化性染色的所述组合物施用到所述毛发上。

[0127] 所述方法还可包括等待一段时间,通常介于2分钟和60分钟之间,然后将所述组合物从毛发上冲洗掉。

[0128] 可经由施用瓶或刷,将所述组合物施用在毛发上。它可用于整个头部上或作为常见的挑染施用箔-帽部分地用于单个发簇上(挑染施用),并且可使用专门的施用装置,但是

使用刷和/或梳的徒手技术如刷染也是可能的。所述组合物还可经由人工喷雾、加压容器或气溶胶摩丝,作为摩丝施用。

[0129] 所述组合物可作为固体分配,向其中加入水以产生氧化剂,并且形成适于毛发着色的增稠载体。

[0130] 本发明的染色组合也可用于三组分体系中。参见例如公开的转让给L'Oreal的US2010/0223739A2。将角蛋白纤维淡化或染色的此类方法和套盒可包含下列施用到毛发纤维的组合物:含水化妆品组合物(A),所述含水化妆品组合物包含至少一种脂肪物质和至少一种表面活性剂;化妆品组合物(B),所述化妆品组合物包含至少一种碱化剂和本发明的氧化性染料,以及(如果存在的话)直接染料和其它氧化性染料;化妆品组合物(C),所述化妆品组合物包含至少一种氧化剂,其中组合物(A)中的至少一种脂肪物质的量相对于组合物(A)的总重量大于20重量%。

[0131] 制备方法-套盒

[0132] 可通过本领域中已知的常规方法制造氧化性染色产品,并且在合适的容器中将每种组分组合物的成分混合,接着包装于合适的单独容器中,来制造所述组合物、以及其着色组分和显色剂组分。所述组分可被包装于例如塑性瓶或铝瓶中。

[0133] 具体地,本发明可作为套盒提供,所述套盒包含待由消费者或美发厅发型师混合的不同组分,以获得如本发明所述的毛发染色组合物。此类套盒可包含:

[0134] (i)着色组分,所述着色组分包含(a)如上文所定义的1-己基/庚基-4,5-二氨基吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,和(b)如上文所定义的通式(II)的吡啶化合物、其生理上相容的水溶性盐、或它们的混合物,和

[0135] ii)包含氧化剂的显色剂组分。

[0136] 所述套盒可存在于单独包装件中,所述包装件包括用于着色组分、显色剂组分、以及任选的调理剂、着色焕新剂或其它毛发处理产品的单独容器、使用说明、手套。使用说明包括上述方法的步骤,并且任选地提供用于所述方法所需步骤的视觉提示或图片。套盒通常以零售产品出售,每种组分中具有足够的材料,以制备供一次使用的毛发染色组合物。

[0137] 使用例如可用手致动的非气溶胶型分配器如泵或挤压发泡器、气溶胶摩丝,所述组合物可作为泡沫分配。参见例如EP613,728B1、W097/013585A1、EP1,716,933A1、US3,709,437、US3,937,364、US4,022,351、US4,147,306、US4,184,615、US4,615,467和FR2,604,622。可用于本文的挤压发泡器的一个具体例子能够由直立或倒置位置分配,如转让给Taplast的US6,604,693中所论述,并且更具体地,如该专利第2栏第65行至第4栏第67行中所论述。

[0138] 所述组合物可作为固体形式分配,向其中加入水以产生氧化剂,并且形成适于毛发着色的增稠载体。

[0139] 实例

[0140] 以下是本发明组合物的非限制性实例。实例的给出仅是为了举例说明之目的,不应被解释为是对本发明的限制,因为在不背离本发明的实质和范围的情况下,其许多变型是可能的,这将被本领域的普通技术人员所认识到。除非另外指明,所有浓度均被列为重量%。

[0141] 通过根据下列制剂,将着色组分与显色剂组分以1:1比率混合,配制测试组合物。所述显色剂组分是6%(20体积)过氧化物浓度的可商购获得的Welloxon显色剂。在所有测试

中,使用白色毛发(1.5g发缕)。在30℃下,将3g着色组分+3g显色剂组分对每个发簇施用30分钟。将发缕冲洗2分钟,包括用洗发剂洗发30秒。

[0142] 表1:着色制剂

[0143]

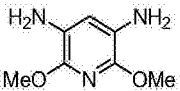



成分	重量%
羊毛脂醇	2.0
硬脂酸甘油酯	5.5
二硬脂酸乙二醇酯	2.0
鲸蜡硬脂醇和SLS	17.5
椰油基羟乙基磺酸钠	0.46
月桂基聚氧乙烯醚硫酸钠	4.0
抗坏血酸	0.3
硫酸钠	0.001
亚硫酸钠	0.4
乙二胺四乙酸二钠	0.1
烷基(C5、C6或C8)吡唑盐(%)	X
偶合剂(%)	Y
氨,28.3%水溶液	6.43
芳香剂	0.25
反渗水	适量至100%总重量

[0144] 根据烷基吡唑和偶合剂类型计算X和Y,以达到着色组分制剂中约0.075M的最终摩尔浓度。

[0145] 着色强度

[0146] 将所示着色组分与显色剂组分混合后,将所得混合物施用到白色毛发并且冲洗。使用色度计测量所得着色,并且由L*值表征。认为L*为100为白色,并且认为L*为0为黑色,因此L*值越高,着色强度越低。对于不同主要染料组合所测量的L*值总结于下表2中。

[0147] 表2:L*值的比较

	 <p>(II.2)</p>
C5	 <p>16.35</p>
[0148] C6	 <p>16.44</p>
C8	 <p>18.18</p>

[0149] 表2示出,与其它烷基二氨基吡啶和2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺相比,用C8烷基二氨基吡啶与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺的组合染色的发络的L*值显著更高。由于C8烷基二氨基吡啶与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺组合明显不提供所期望的着色强度,因此不再对其分析与本发明比较。

[0150] 洗涤褪色测试

[0151] 洗涤褪色测量反复洗涤循环(至多24个)后着色的褪色。在该测试中,将五个发络染色,并且获得初始着色测量,保留一个发络用于参照。然后根据该方法施用洗发剂。使剩余的四个发络充分润湿30秒。施用0.1g常规洗发剂/克毛发(例如:0.1g洗发剂每1.0g发络)。采用Z字形作用顺着毛发长度向下,使用注射器施用洗发剂。采用2根手指和拇指作用,以小于30行程/60秒(例如-1行程每2秒)的速度,使洗发剂在毛发中乳化30秒,从而确保均匀施用。

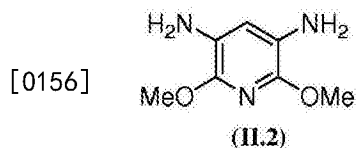
[0152] 然后根据该方法冲洗洗发剂:冲洗水温设为 $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$,并且流量设为 $4 \pm 0.5\text{L}/\text{min}$ 。喷涂器保持与发络成一定角度,并且将发络冲洗30秒,同时温和地将洗发剂从毛发中抚出(共20个行程)。可同时冲洗多个发络,只要水流过所有发络。对多个发络,应使用共30秒时间和共20个行程。冲洗后,自发络顶部开始,于手指之间挤压发络,以移除过量的水(一个行程)。

[0153] 然后根据所述方法干燥发络:将发络放置在干净的纸巾上并且轻轻吸干。使发络保持距电吹风(设置高热)10cm,并且干燥1.5分钟,同时使用手指以将毛发分开。如果需要

的话,将毛发轻轻梳两次。将发络翻转并且干燥1.5分钟,同时使用手指以将毛发分开。如果需要的话,将毛发轻轻梳两次。在洗涤之间,使发络避光;或包裹于铝箔中,或储存于抽屉中。

[0154] 对每个染料样品的剩余四个发络重复该方法。取第3、第6、第9、第12、第15、第18、第21和第24个洗发/冲洗/干燥循环洗涤间隔的着色读数。在第6、第12、第18和第24个洗发/冲洗/干燥循环,保留一个发络以供着色测量和视觉评定。

[0155] 就本发明实验而言,测试C5和C6烷基二氨基吡唑与式(II.2)的吡啉衍生物的组合:



[0157] 取每种染料组合的起始值(0次洗涤循环)作为基准,并且计算每个循环相对于它的 $\Delta E^* = \sqrt{((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)}$ 值: $\Delta E_x^* = \sqrt{((L_x^* - L_0^*)^2 + (a_x^* - a_0^*)^2 + (b_x^* - b_0^*)^2)}$ 。结果总结于下表4中:

[0158] 表3:洗涤褪色测试结果。

[0159]

循环	C6	C5
0	0	0
6	1.33	1.41
12	1.33	1.59
18	1.97	2.30
24	1.63	3.90

[0160] 如表3中可见,该实验示出以下列顺序染色的发络的掉色速率升高:C5>C6。

[0161] 扩散测试

[0162] 扩散测试方案测量当纤维润湿时,染料留在毛发内的能力。在该测试中,如上所示制备染色的发络,然后分别浸没于包含900.0g水的1升烧杯中。将烧杯放置在搅拌台的中心,并且将发络连接到夹紧装置,所述夹紧装置用于将发络下降至烧杯中。当在烧杯中时,发络保持在烧杯中心的搅拌棒上方。下降发络,直至水线在发络的顶部处。开启搅拌台,使得搅拌棒将以约100rpm旋转。以相同的旋转速率测试所有发络。在搅拌棒旋转下,使发络在烧杯中停留三小时。三小时后,取出发络。使用紫外可见分光光度计测量剩余溶液的吸光度光谱,以表征扩散出毛发进入所述溶液中的染料的量。测量400至700nm的全吸光度光谱,并且测量每种情况下最大峰处的吸光度。将C5和C6烷基二氨基吡唑组合的吸光度值归一化,并且考虑毛发纤维中起始染料浓度差异的因素。

[0163] 图1示出依照对发络的扩散测试方案后,吸光度值的增加速率,所述发络用C5或C6烷基二氨基吡唑与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺的所示组合染色。

[0164] 1. ◆ C5烷基二氨基吡唑与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺组合。

[0165] 2. ■ C6烷基二氨基吡唑与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺组合。

[0166] 图上线的公式:

[0167] $C5y = 6E - 05x + 0.0081$

[0168] $C6y=3E-05x+0.004$

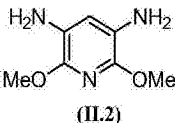
[0169] C6烷基二氨基吡唑始终比C5烷基二氨基吡唑将更少的染料物质溶解到溶液中。这示出,相对于C5烷基二氨基吡唑,包含C6的发络的着色扩散更低。

[0170] 毛巾渗色

[0171] 能够显示耐洗性差异的消费者相关测试是评定有多少颜色从染色的润湿发络转移至白色布料如白色毛巾。采用常规的 ΔE^* 测量,测量由经洗涤的发络造成的毛巾渗色量,所述发络用C5烷基二氨基吡唑和C6烷基二氨基吡唑以及具有式(II.1)的化合物染色。测试方法总结如下:

[0172] 由上述方法洗涤经染色的发簇后,将发簇放置在白色布料(50%棉,50%聚酯)上,所述布料具有 $L^*=95.8$, $a^*=-1.40$ 和 $b^*=0.89$ 的平均着色读数。将布料对折于发簇之上。将 2.27kg 砝码在对折的布料上放置5分钟。取出毛发后,目视检查示出,与C6烷基二氨基吡唑化合物相比,C5烷基二氨基吡唑具有更大并且更深的染色。采用 ΔE^* 测量,相对于织物对C5和C6计算织物上染色的显著度。(参见下文 ΔE^* 值)。更高的 ΔE^* 值显示更多的颜色转移到布料上(渗色)。

[0173] 表4:毛巾渗色结果

	C5	C6
[0174]  (II.2)	$\Delta E = 3.66$	$\Delta E = 2.94$

[0175] 发现,一个洗涤循环后,C6烷基二氨基吡唑染料具有比C5烷基二氨基吡唑染料显著度低几乎50%的染色强度。

[0176] 附加实例

[0177] 在相同条件下,使用如下表5中所示的包含2,5-甲苯二胺硫酸盐(DTS)作为另外的主要中间体的着色组分,实施如上文所示的着色强度、扩散测试和毛巾渗色测试。

[0178] 表5:具有DTS的着色组分

	成分	重量%
[0179]	羊毛脂醇	2.0
	硬脂酸甘油酯	5.5
	二硬脂酸乙二醇酯	2.0
	鲸蜡硬脂醇和 SLS(9:1)	17.5
	椰油基羟乙基磺酸钠	0.46

	月桂基聚氧乙烯醚硫酸钠	4.0
	抗坏血酸	0.3
	硫酸钠	0.001
	亚硫酸钠	0.4
	乙二胺四乙酸二钠	0.1
	氯化钠	0.292
[0180]	C5 吡唑盐 或 C6 吡唑盐 或 C8 吡唑盐	0.869 或 0.925 或 1.042
	2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺	1.211
	2,5-甲苯二胺硫酸盐(DTS)	0.220
	氨, 28.3%水溶液	6.43
	芳香剂	0.25
	反渗透水	适量至 100%总重量

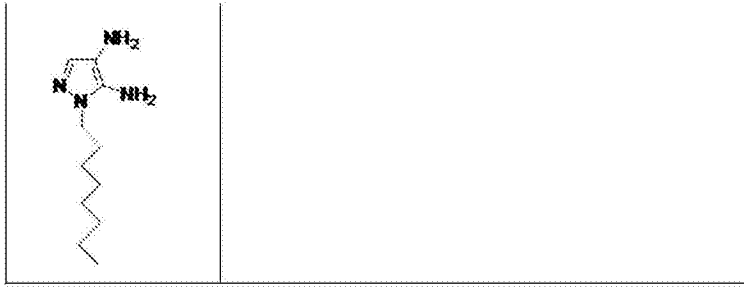
[0181] 吡唑和DTS的组合量表示这些主要中间体约0.050M的总摩尔浓度。结果如下文所示。

[0182] 着色强度

[0183] 表6:与DTS的L*值比较

	<p>(II.2) H_2N NH_2 MeO OMe CH_3 NH_2 H_2SO_4</p>
[0184]	<p>C5</p> <p>17.43</p>
	<p>C6</p> <p>17.54</p>
	<p>C8</p> <p>18.99</p>

[0185]



[0186] 表6示出,与其它烷基二氨基吡啶与2,5-甲苯二胺和2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺相比,用C8烷基二氨基吡啶与2,5-甲苯二胺和2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺的组合染色的发绀的L*值显著更高。

[0187] 扩散测试

[0188] 对下列进行如上所述的相同测试,并且结果示于图2中:

[0189] 1. ◆ C5烷基二氨基吡啶与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺和DTS组合。

[0190] 2. ■ C6烷基二氨基吡啶与2,6-二甲氧基吡啶-3,5-二胺和DTS组合。

[0191] 图上线的公式

[0192] $C5y=5E-05x+0.0079$

[0193] $C6y=3E-05x+0.0019$

[0194] 毛巾渗色

[0195] 表7:毛巾渗色结果

[0196]

	C5	C6
<p>(II.2)</p>	$\Delta E = 5.58$	$\Delta E = 3.46$

[0197] 结束语

[0198] 本文所公开的尺寸和数值不应被理解为严格地限于所述的精确值。相反,除非另外指明,每个上述尺寸旨在表示所述值以及该值附近的函数等效范围。例如,所公开的尺寸“40mm”旨在表示“约40mm”。

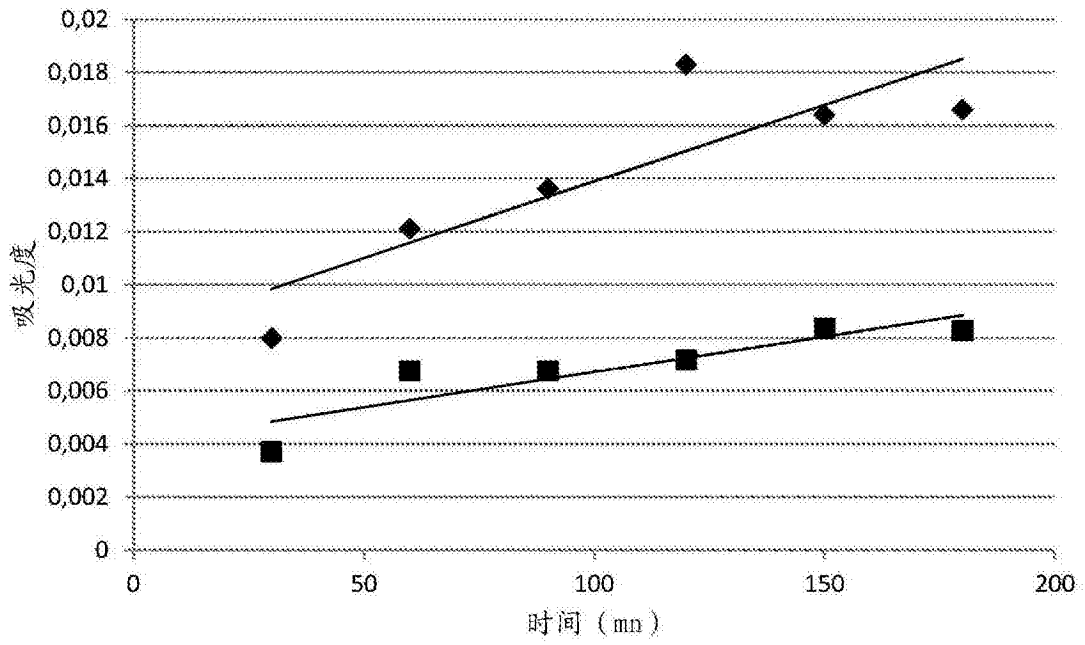


图1

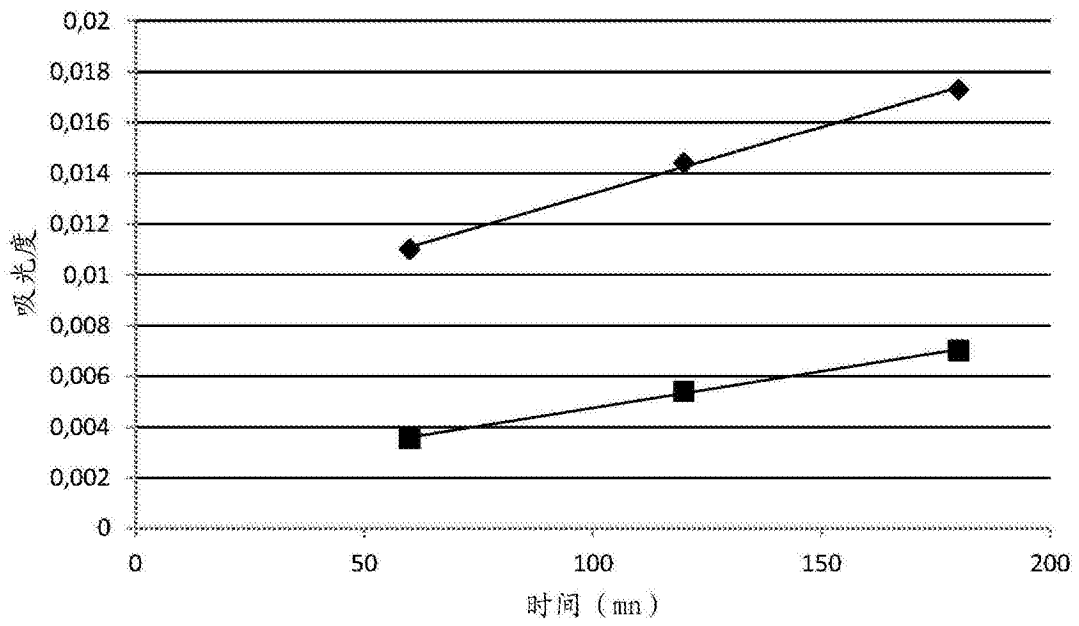


图2