



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105816354 A

(43)申请公布日 2016.08.03

(21)申请号 201510468198.0

A61P 31/10(2006.01)

(22)申请日 2015.08.03

(71)申请人 杭州莱凡网络科技有限公司

地址 310012 浙江省杭州市西湖区文一西
路522号9幢8单元201室

(72)发明人 赵明

(74)专利代理机构 北京维正专利代理有限公司
11508

代理人 郑兴旺

(51)Int.Cl.

A61K 8/87(2006.01)

A61K 8/86(2006.01)

A61K 8/49(2006.01)

A61Q 3/02(2006.01)

A61P 31/02(2006.01)

权利要求书4页 说明书12页

(54)发明名称

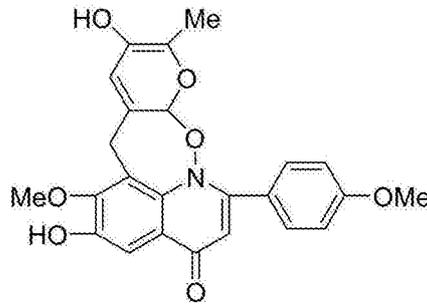
一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的
指彩

(57)摘要

本发明涉及一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其包括:48-52重量份的去离子水,22-25重量份的聚氨酯-35,16-17重量份的丙烯酸/VP交联聚合物,4-5重量份的羟丙基甲基纤维素,0.9-1.5重量份的三乙醇胺,0.7-0.8重量份的月桂醇聚醚-21,0.01-0.05重量份的式I化合物,0.9-3重量份云母,0.08-2重量份甘油;1-3重量份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。本发明环保、无毒,对人体无害,对环境无污染,色泽亮丽。

1. 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩，其特征在于，其原料按重量份数计，包括：

- 48-52 份的去离子水，
 - 22-25 份的聚氨酯 -35，
 - 16-17 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物，
 - 4-5 份的羟丙基甲基纤维素，
 - 0.9-1.5 份的三乙醇胺，
 - 0.7-0.8 份的月桂醇聚醚 -21，
 - 0.01-0.05 份的式 I 化合物，
 - 0.9-3 份云母，
 - 0.08-2 份甘油，
 - 1-3 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物；
- 其中式 I 化合物如下式所示：



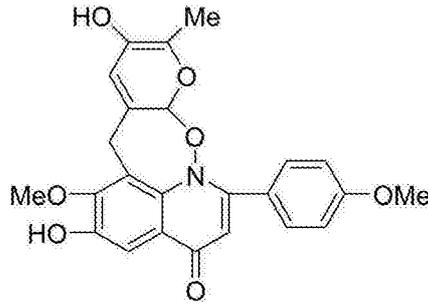
I。

2. 根据权利要求 1 所述的添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩，其特征在于还包括 0.3-0.8 份的着色剂。

3. 根据权利要求 1 所述的添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩，其特征在于还包括 5-8 份的功能单体。

4. 根据权利要求 1 所述的添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩，其特征在于包括：

- 49-52 份的去离子水，
 - 23-25 份的聚氨酯 -35，
 - 16-17 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物，
 - 4-4.5 份的羟丙基甲基纤维素，
 - 0.9-1.5 份的三乙醇胺，
 - 0.7-0.8 份的月桂醇聚醚 -21，
 - 0.01 ~ 0.05 份的式 I 化合物，
 - 1.2-2.8 份的聚对苯二甲酸乙二醇酯，
 - 0.05-0.15 份的铝，
 - 0.09-0.15 份甘油；
 - 1-3 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物；
- 其中式 I 化合物如下式所示：



5. 根据权利要求 4 所述的添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其特征还在于还包括 0.4-0.5 份的着色剂。

6. 根据权利要求 4 所述的一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其特征还在于还包括 5-8 份的功能单体。

7. 权利要求 1 所述的添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩的制备方法,其特征还在于包括如下步骤:

(1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀,形成第一混合体,备用;

(2) 取 48-52 份去离子水,在保持 60-80℃下,将聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物、及 0.01-0.05 份式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,在 30-40℃下,加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,从而形成第二混合体;

(3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃下混合,形成第三混合体;

(4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中,并始终使温度保持在 70-90℃,在两者混合过程中,不断搅拌,当第二混合体完全加入第三混合体后,继续搅拌 1-2h,之后保温保压 2-4h,保持温度为 80-85℃,压力为 0.5-0.8Mpa;

(5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合体中,保持温度为 60-70℃,并持续搅拌使混合均匀,当第一混合体添加完并混合均匀后,保温保压 2-4h,温度为 65-70℃,压力为 0.6-0.8Mpa;

(6) 将甘油、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤 (5) 得到的混合体中,在保持温度为 80-90℃下,搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品;

人造钻石粉为粉粒状,粒径在 0.2-1mm。

8. 根据权利要求 3 所述的添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩的制备方法,其特征还在于包括如下步骤:

(1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀,形成第一混合体,备用;

(2) 取 30-35 份去离子水,在保持 60-80℃下,将 23-28 份的聚氨酯-35、15-20 份的丙烯酸/VP 交联聚合物及 0.01-0.05 份式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,保持温度为 70-80℃,再加入功能性单体,继续搅拌 10-20 分钟,再冷却至 30-40℃下,加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,从而形成第二混合体;

(3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃下混合,形成第三混合体;

(4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中,并始终使温度保持在 70-90℃,在两者混合过程中,不断搅拌,当第一混合体完全加入第二混合体后,继续搅拌 1-2h,之后保温保压 2-4h,保持温度为 80-85℃,压力为 0.5-0.8Mpa;

(5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合体中,保持温度为 60-70℃,并持续搅拌使混合均匀,当第一混合体添加完并混合均匀后,保温保压 2-4h,温度为 65-70℃,压力为 0.6-0.8Mpa;

(6) 将甘油、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤 (5) 得到的混合体中,在保持温度为 80-90℃下,搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品;

人造钻石粉为粉粒状,粒径在 0.2-1mm。

9. 权利要求 5 所述的添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀,形成第一混合体,备用;

(2) 取 30-35 份去离子水,在保持 60-80℃下,将聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及 0.01-0.05 份式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,提高温度至 90-95 度并保持,再加入聚对苯二甲酸乙二醇酯,搅拌混合均匀后,自然冷却至 30-40℃,并在该温度下加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,从而形成第二混合体;(3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃下混合,形成第三混合体;

(4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中,并始终使温度保持在 70-90 度,在两者混合过程中,不断搅拌,当第二混合体完全加入第三混合体后,继续搅拌 1-2h,之后保温保压 2-4h,保持温度为 80-85 度,压力为 0.5-0.8Mpa;

(5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合体中,保持温度为 60-70 度,并持续搅拌使混合均匀,当第一混合体添加完并混合均匀后,保温保压 2-4h,温度为 65-70 度,压力为 0.6-0.8Mpa;

(6) 将铝、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤 (5) 得到的混合体中,在保持温度为 80-90 度下,搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品;

人造钻石粉为粉粒状,粒径在 0.2-1mm。

10. 权利要求 6 所述的一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀,形成第一混合体,备用;

(2) 取 30-35 份去离子水,在保持 60-80℃下,将聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及 0.01-0.05 份式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,提高温度至 90-95 度并保持,再加入聚对苯二甲酸乙二醇酯,搅拌混合均匀后,降温至 70-80 度并保持,再加入功能性单体,继续搅拌 10-20 分钟,自然冷却至 30-40℃,并在该温度下加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,从而形成第二混合体;

(3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃下混合,形成第三混合体;

(4) 将第二混合物在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合物中, 并始终使温度保持在 70-90 度, 在两者混合过程中, 不断搅拌, 当第二混合物完全加入第三混合物后, 继续搅拌 1-2h, 之后保温保压 2-4h, 保持温度为 80-85 度, 压力为 0.5-0.8Mpa;

(5) 将第一混合物在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合物中, 保持温度为 60-70 度, 并持续搅拌使混合均匀, 当第一混合物添加完并混合均匀后, 保温保压 2-4h, 温度为 65-70 度, 压力为 0.6-0.8Mpa;

(6) 将铝、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤 (5) 得到的混合物中, 在保持温度为 80-90 度下, 搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品;

人造钻石粉为粉粒状, 粒径在 0.2-1mm。

一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩

技术领域

[0001] 本发明涉及化妆用品,特别涉及一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩。

背景技术

[0002] 传统的指甲油含有大量刺激化学成份,如丙酮、甲苯等,容易让指甲变干、变黄、变脆,影响人体健康与环境污染。

[0003] 由于指甲油须具备快干、有光泽、附着力强、耐水、易涂以及容易去除等特点,尽管指甲油技术随着科技的发展得到长足的发展,但由于能同时满足指甲油上述性能的材料很少,因而到目前为止,市场上包括国际大公司生产的指甲油几乎全部是由硝化纤维素、改性树脂、增塑剂、多种混合溶剂组成,然而能溶解硝化纤维素的溶剂一般都是一些易挥发、有刺激性的毒性强的物质,近年来随着指甲油的普及、美甲的兴起,诸如指甲油对人体伤害的报道也越来越多。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其环保、无毒,对人体无害,对环境无污染,色泽亮丽。

[0005] 本发明的上述技术目的是通过以下技术方案得以实现的:一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其原料按重量份数计,包括:

[0006] 48-52 份的去离子水,

[0007] 22-25 份的聚氨酯 -35,

[0008] 16-17 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物,

[0009] 4-5 份的羟丙基甲基纤维素,

[0010] 0.9-1.5 份的三乙醇胺,

[0011] 0.7-0.8 份的月桂醇聚醚 -21,

[0012] 0.01-0.05 份的式 I 化合物,

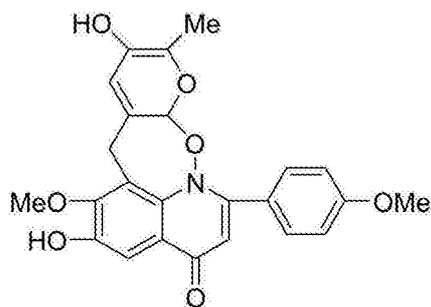
[0013] 0.9-3 份云母,

[0014] 0.08-2 份甘油;

[0015] 1-3 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物;

[0016] 其中式 I 化合物如下式所示:

[0017]



[0018] 优选还包括 0.3-0.8 份的着色剂。

[0019] 优选还包括 5-8 份的功能单体。

[0020] 本发明的另一目的在于提供一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其原料按重量份数计,包括:

[0021] 49-52 份的去离子水,

[0022] 23-25 份的聚氨酯 -35,

[0023] 16-17 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物,

[0024] 4-4.5 份的羟丙基甲基纤维素,

[0025] 0.9-1.5 份的三乙醇胺,

[0026] 0.7-0.8 份的月桂醇聚醚 -21,

[0027] 0.01-0.05 份的式 I 化合物,

[0028] 1.2-2.8 份的聚对苯二甲酸乙二醇酯,

[0029] 0.05-0.15 份的铝,

[0030] 0.09-0.15 份甘油;

[0031] 1-3 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0032] 优选还包括 0.4-0.5 份的着色剂。

[0033] 优选还包括 5-8 份的功能单体。

[0034] 本发明的再一目的在于提供上述技术方案所述的一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩的制备方法,包括如下步骤:

[0035] (1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀,形成第一混合体,备用;

[0036] (2) 取 30-35 份去离子水,在保持 60-80℃下,将聚氨酯 -35、丙烯酸 /VP 交联聚合物及式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯 -35、丙烯酸 /VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,在 30-40℃下,加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,从而形成第二混合体;

[0037] (3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚 -21 在 40-50℃下混合,形成第三混合体;

[0038] (4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中,并始终使温度保持在 70-90 度,在两者混合过程中,不断搅拌,当第二混合体完全加入第三混合体后,继续搅拌 1-2h,之后保温保压 2-4h,保持温度为 80-85 度,压力为 0.5-0.8Mpa;

[0039] (5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合体中,保持温度为 60-70 度,并持续搅拌使混合均匀,当第一混合体添加完并混合均匀后,保温保压 2-4h,温度为 65-70 度,压力为 0.6-0.8Mpa;

[0040] (6) 将甘油、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤(5)得到的混合体中,在保持温度为 80-90 度下,搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品;

[0041] 人造钻石粉为粉粒状,粒径在 0.2-1mm。

[0042] 本发明的再一目的在于提供上述技术方案所述的一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩的制备方法,包括如下步骤:

[0043] (1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀,形成第一混合体,备用;

[0044] (2) 取 30-35 份去离子水,在保持 60-80℃下,将 23-28 份的聚氨酯-35、15-20 份的丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,保持温度为 70-80 度,再加入功能性单体,继续搅拌 10-20 分钟,再冷却至 30-40℃下,加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,从而形成第二混合体;

[0045] (3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃下混合,形成第三混合体;

[0046] (4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中,并始终使温度保持在 70-90 度,在两者混合过程中,不断搅拌,当第一混合体完全加入第二混合体后,继续搅拌 1-2h,之后保温保压 2-4h,保持温度为 80-85 度,压力为 0.5-0.8Mpa;

[0047] (5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤(4)得到的混合体中,保持温度为 60-70 度,并持续搅拌使混合均匀,当第一混合体添加完并混合均匀后,保温保压 2-4h,温度为 65-70 度,压力为 0.6-0.8Mpa;

[0048] (6) 将甘油、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤(5)得到的混合体中,在保持温度为 80-90 度下,搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品;

[0049] 人造钻石粉为粉粒状,粒径在 0.2-1mm。

[0050] 本发明的再一目的在于提供上述技术方案所述的一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩的制备方法,包括如下步骤:

[0051] (1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀,形成第一混合体,备用;

[0052] (2) 取 30-35 份去离子水,在保持 60-80℃下,将聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,提高温度至 90-95 度并保持,再加入聚对苯二甲酸乙二醇酯,搅拌混合均匀后,自然冷却至 30-40℃,并在该温度下加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,从而形成第二混合体;

[0053] (3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃下混合,形成第三混合体;

[0054] (4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中,并始终使温度保持在 70-90 度,在两者混合过程中,不断搅拌,当第二混合体完全加入第三混合体后,继续搅拌 1-2h,之后保温保压 2-4h,保持温度为 80-85 度,压力为 0.5-0.8Mpa;

[0055] (5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤(4)得到的混合体中,保持温度为 60-70 度,并持续搅拌使混合均匀,当第一混合体添加完并混合均匀后,保温保压 2-4h,温度为 65-70 度,压力为 0.6-0.8Mpa;

[0056] (6) 将铝、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤

(5) 得到的混合体中,在保持温度为 80-90 度下,搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品;

[0057] 人造钻石粉为粉粒状,粒径在 0.2-1mm。

[0058] 本发明的再一目的在于提供上述技术方案所述的一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩的制备方法,包括如下步骤:

[0059] (1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀,形成第一混合体,备用;

[0060] (2) 取 30-35 份去离子水,在保持 60-80℃下,将聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,提高温度至 90-95 度并保持,再加入聚对苯二甲酸乙二醇酯,搅拌混合均匀后,降温至 70-80 度并保持,再加入功能性单体,继续搅拌 10-20 分钟,自然冷却至 30-40℃,并在该温度下加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,从而形成第二混合体;

[0061] (3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃下混合,形成第三混合体;

[0062] (4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中,并始终使温度保持在 70-90 度,在两者混合过程中,不断搅拌,当第二混合体完全加入第三混合体后,继续搅拌 1-2h,之后保温保压 2-4h,保持温度为 80-85 度,压力为 0.5-0.8Mpa;

[0063] (5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤(4)得到的混合体中,保持温度为 60-70 度,并持续搅拌使混合均匀,当第一混合体添加完并混合均匀后,保温保压 2-4h,温度为 65-70 度,压力为 0.6-0.8Mpa;

[0064] (6) 将铝、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤(5)得到的混合体中,在保持温度为 80-90 度下,搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品;

[0065] 人造钻石粉为粉粒状,粒径在 0.2-1mm。

[0066] 作为本发明的优选,所述三乙醇胺的制备方法为:

[0067] (1) 将环氧乙烷、氨水送入反应器中,在反应温度 35-38℃,反应压力 100-300kPa 下,进行缩合反应生成一、二、三乙醇胺混合液;

[0068] (2) 在 100-110℃下经脱水浓缩后,送入三个减压精馏塔进行减压蒸馏,按不同沸点截取馏分,从而得到三乙醇胺半成品;

[0069] (3) 用水蒸气蒸馏去除杂质,并加入氢氧化钠使三乙醇胺成碱金属盐而析出,分离后中和,再进行减压蒸馏得三乙醇胺纯品。

[0070] 作为本发明的优选,所述羟丙基甲基纤维素的制备方法为:

[0071] (1) 将精制棉纤维素用碱液在 50-60℃浸泡半小时后,取出压榨,将纤维素粉碎,并在 40-50℃下进行适当老化;

[0072] (2) 将碱纤维投入醚化釜,依次加入环氧丙烷和氯甲烷,在 55-70℃下醚化 6-7h,保持压力为 1.5-2MPa;

[0073] (3) 然后在 70-80℃的热水中加入适量盐酸及草酸洗涤物料,使体积膨大,并用离心机脱水,洗涤至中性,当物料中含水量低于 60%时,以 130℃以上的热空气流干燥至含水率 5%以下制得。

[0074] 作为本发明的优选,所述人造钻石的制备方法,包括如下步骤:

[0075] (1) 原料的准备:按重量份数计为:40-50 份的氧化铅,30-35 份的二氧化

硅, 20-25 份的碳酸钠, 30-40 份的碳酸钙, 20-30 份的头发;

[0076] (2) 将原料破碎呈粉状并混合, 进行炼化, 温度为 2200-2500 度, 20-25h 后冷却, 形成半成品;

[0077] (3) 将半成品进行高温高压处理 10-25h 成型, 温度为 2000-2200 度, 压力为 2500-3000 个标准大气压;

[0078] (4) 破碎, 抛光, 得成品。

[0079] 综上所述, 本发明具有以下有益效果: 本发明制成的水性树脂指甲油, 挥发性有机化合物含量低于 15 克/升, 不含甲苯、甲醛、乙酸乙酯、DBP 等物质, 无毒、无味, 对人体无伤害, 对环境无污染, 干燥时间短, 同时在各原料的融合作用下, 具有良好的附着力和耐水性, 漆膜光亮度高, 色泽鲜艳, 保色性强; 且本发明的工艺独特, 在第二混合体的制备、第二混合体与第三混合体的结合及第一混合体与第二、三混合体的结合中, 采用分段或持续性添加原料并在保持一定温度下搅拌的方式, 有助于两者之间的充分混合并交联, 而之后的保温保压过程, 利于提高分子活性, 更有利于相互之间更好的交融, 消除结合而产生的应力; 月桂醇聚醚-21 与甘油作为保湿剂在不同时段混合的方式, 也有利于提高指甲油保湿效果, 使指甲油更为晶莹水亮; 添加功能性单体的添加, 有利于改善指甲油的耐水性及附着力。

[0080] 更重要的是, 本发明的组合物在加入天然提取的式 I 化合物之后, 可以有效防止真菌对指甲的浸染。

实施例

[0081] 下面通过实施例对本发明作进一步说明。应该理解的是, 本发明实施例所述方法仅仅是用于说明本发明, 而不是对本发明的限制, 在本发明的构思前提下对本发明制备方法的简单改进都属于本发明要求保护的范畴。实施例中用到的所有原料、溶剂和菌种均购自 Sigma Biochemical and Organic Compounds for Research and Diagnostic Clinical Reagents 公司。

[0082] 式 I 化合物的制备实施例:

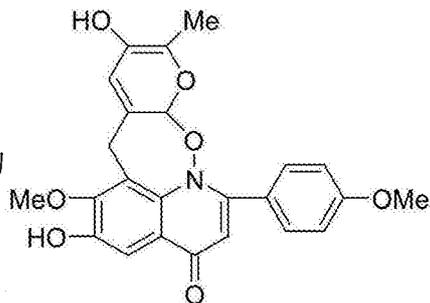
[0083] 以银杏叶片为原料, 将其粉碎并用乙醇浸泡并提取 2~4 次, 每次 12h~72h, 将提取液合并、过滤并浓缩后得到所述银杏叶提取物浸膏; 其中乙醇: 银杏叶 = 3~4:1, 重量比。

[0084] 将上述银杏叶提取物浸膏用丙酮溶解后与为所述浸膏的 2~5 重量倍的 60~120 目硅胶混合后干法装柱, 然后用体积比依次为 9:1、8:2、7:3、6:4、5:5 的梯度氯仿-甲醇溶液进行梯度洗脱, 收集其中用体积比为 9:1 的氯仿-甲醇溶液洗脱时得到的洗脱液, 称为第一洗脱液; 将上述第一洗脱液用硅胶层析柱继续分离, 用体积比依次为 15:1、10:1、5:1、2:1 的氯仿-丙酮溶液进行梯度洗脱, 将其中体积为 10:1 的氯仿-丙酮溶液洗脱时得到的洗脱液称为第二洗脱液。将上述第二洗脱液用硅胶柱层析继续分离, 用体积比依次为 9:1、8:2、7:3、6:4、5:5 的石油醚-乙酸乙酯溶液进行梯度洗脱, 将其中体积比为 7:3 的石油醚-乙酸乙酯洗脱时得到的洗脱液称为第三洗脱液。

[0085] 将上述第三洗脱液通入高压液相色谱 (压力在 5-15Mpa 的反相制备色谱) 进行分离纯化, 该高压液相色谱采用 21.2mm×250mm, 5 μm 的 C₁₈ 色谱柱, 流动相为 60wt% 的甲醇水溶液, 流动相流速为 12mL/min, 紫外检测器检测波长为 374nm, 第三洗脱液每次晋阳 60~

150 μ L, 收集每次进样后色谱峰保留时间为 31min 时所对应的洗脱液, 脱除溶剂之后即得

所述式 I 化合物



[0086] 得到上述式 I 化合物之后, 可再次溶于甲醇溶液, 并以甲醇溶液为流动相, 通过凝胶柱进行层析分离, 可以进一步提纯所述式 I 化合物。

[0087] 本发明式 I 化合物为黄色粉末; 下述列出了式 I 化合物的紫外光谱、红外光谱和氢核磁的主要结构特征峰。

[0088] 紫外光谱 (溶剂为甲醇): $\lambda_{\max}(\log \epsilon)$ 210(4.36), 266(3.82), 374(3.68) nm;

[0089] 红外光谱 (溴化钾压片): ν_{\max} 3452, 2924, 2615, 1668, 1612, 1516, 1437, 1316, 1247, 1182, 1083, 1022, 868, 722 cm^{-1} ;

[0090] ^1H NMR (500MHz, CDCl_3 , ppm) δ : 10.7 (s-OH), 9.48 (s-OH) 6.28-7.52 (d, -CH 5H), 6.57 (s, 1H), 6.18 (s 1H), 3.27 (d, - CH_2), 1.99-3.81 (d, - CH_3 9H).

[0091] 实施例 1:

[0092] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩, 其原料按重量份数计, 包括: 49.81 份的去离子水, 24.01 份的聚氨酯-35, 16.81 份的丙烯酸/VP 交联聚合物, 4.32 份的羟丙基甲基纤维素, 1.02 份的三乙醇胺, 0.78 份的月桂醇聚醚-21, 0.01 份的式 I 化合物, 2.6 份的聚对苯二甲酸乙二醇酯, 0.14 份的铝, 0.1 份的甘油, 0.42 份的着色剂, 其中 0.11 份的白色, 0.31 份的红色, 2 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0093] 按如下方法进行制备:

[0094] (1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀, 形成第一混合体, 备用;

[0095] (2) 取 30-35 份去离子水, 实施例为 33 份, 在保持 60-80 $^{\circ}\text{C}$ 下, 优选 75 度, 将聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物、0.01 份的式 I 化合物加入去离子水中, 添加方式为, 按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸/VP 交联聚合物及式 I 化合物, 每次添加间隔 3-5 分钟, 并在 15-20 分钟内添加完毕, 在添加过程中不断搅拌, 使两者在去离子水中均匀混合, 混合完后, 提高温度至 90-95 度并保持, 优选 95 度, 再加入聚对苯二甲酸乙二醇酯, 搅拌混合均匀后, 自然冷却至 30-40 $^{\circ}\text{C}$, 优选 35 度, 并在该温度下加压静置 1-2h, 优选 1.5h, 压力为 1-2Mpa, 优选 1.8Mpa, 从而形成第二混合体;

[0096] (3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50 $^{\circ}\text{C}$ 下混合, 优选 35 度, 形成第三混合体;

[0097] (4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中, 并始终使温度保持在 70-90 度, 优选 85 度, 在两者混合过程中, 不断搅拌, 当第二混合体完全加入第三混合体后, 继续搅拌 1-2h, 之后保温保压 2-4h, 保持温度为 80-85 度, 优选 85 度, 压力为 0.5-0.8Mpa, 优选 0.7Mpa;

[0098] (5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合体中, 保持温度为

60-70 度, 优选 65 度, 并持续搅拌使混合均匀, 当第一混合体添加完并混合均匀后, 保温保压 2-4h, 温度为 65-70 度, 优选 70 度, 压力为 0.6-0.8Mpa 优选 0.7Mpa;

[0099] (6) 将铝、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤 (5) 得到的混合体中, 在保持温度为 80-90 度下, 优选 85 度, 搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品。

[0100] 人造钻石粉为粉粒状, 粒径在 0.2-1mm。

[0101] 本实施例呈亮片粉色状, 性能上检测得到, 本实施例具有良好的耐水性及附着力, 吸水率低于 3.5%; 对于常规性能的检测, 如下: 以普通的涂覆方式, 尽可能地涂覆均匀; 在温度为 32℃, 湿度为 50%, 海水浸泡为三亚亚龙湾度假区海水; 所有水洗均为一般水洗方式, 分别模拟洗澡、去手污、做家务、游泳等, 采用的肥皂水为一般碱性肥皂水, 洗衣粉为普通洗衣粉, 本实验采用雕牌。

[0102] 在干燥 30 分钟后, 在常温水洗状态下, 60 分钟后涂膜仍无变色, 无脱落; 在 40 度温水水洗状态下, 60 分钟后涂膜仍无变色, 无脱落; 在肥皂水水洗状态下, 20 分钟后涂膜仍无变色, 无脱落; 在洗衣粉水洗状态下, 60 分钟后涂膜仍无变化, 无脱落; 在海水浸泡状态下, 80 分钟后涂膜仍无变色, 无脱落; 在偶然的碰撞冲击下, 涂膜有脱落。

[0103] 实施例 2:

[0104] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩, 其原料按重量份数计, 包括: 52 份的去离子水, 25 份的聚氨酯-35, 17 份的丙烯酸/VP 交联聚合物, 4.5 份的羟丙基甲基纤维素, 1.5 份的三乙醇胺, 0.8 份的月桂醇聚醚-21, 0.02 份的式 I 化合物, 2.8 份的聚对苯二甲酸乙二醇酯, 0.15 份的铝, 0.15 份的甘油, 0.5 份的着色剂, 具体颜色可随需求而定, 3 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0105] 其制备方法类似于实施例 1, 除颜色外, 其性能参数接近于实施例 1。

[0106] 实施例 3:

[0107] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩, 其原料按重量份数计, 包括: 49 份的去离子水, 23 份的聚氨酯-35, 16 份的丙烯酸/VP 交联聚合物, 4 份的羟丙基甲基纤维素, 0.9 份的三乙醇胺, 0.7 份的月桂醇聚醚-21, 0.03 份的式 I 化合物, 1.2 份的聚对苯二甲酸乙二醇酯, 0.05 份的铝, 0.09 份的甘油, 0.4 份的着色剂, 具体颜色可随需求而定, 1 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0108] 其制备方法类似于实施例 1, 除颜色外, 其性能参数接近于实施例 1。

[0109] 实施例 4:

[0110] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩, 其原料按重量份数计, 包括: 49.81 份的去离子水, 24.01 份的聚氨酯-35, 16.81 份的丙烯酸/VP 交联聚合物, 4.32 份的羟丙基甲基纤维素, 1.02 份的三乙醇胺, 0.78 份的月桂醇聚醚-21, 0.04 份的式 I 化合物, 2.6 份的聚对苯二甲酸乙二醇酯, 0.14 份的铝, 0.1 份的甘油, 0.42 份的着色剂, 其中 0.11 份的白色, 0.31 份的红色, 2 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物, 7 份的功能性单体, 功能性单体可以是丙烯酰胺。

[0111] 其制备方法, 包括如下步骤:

[0112] (1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀, 形成第一混合体, 备用;

[0113] (2) 取 30-35 份去离子水, 优选 33 份, 在保持 60-80℃ 下, 优选 70 度, 将聚氨酯-35、

丙烯酸 /VP 交联聚合物、0.04 份的式 I 化合物加入去离子水中,添加方式为,按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸 /VP 交联聚合物及式 I 化合物,每次添加间隔 3-5 分钟,并在 15-20 分钟内添加完毕,在添加过程中不断搅拌,使两者在去离子水中均匀混合,混合完后,提高温度至 90-95 度并保持,优选 95 度,再加入聚对苯二甲酸乙二醇酯,搅拌混合均匀后,降温至 70-80 度并保持,优选 75 度,再加入功能性单体,继续搅拌 10-20 分钟,自然冷却至 30-40℃,优选 35 度,并在该温度下加压静置 1-2h,压力为 1-2Mpa,优选 1.8Mpa,从而形成第二混合体;

[0114] (3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃ 下混合,优选 45 度,形成第三混合体;

[0115] (4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中,并始终使温度保持在 70-90 度,优选 85 度,在两者混合过程中,不断搅拌,当第二混合体完全加入第三混合体后,继续搅拌 1-2h,之后保温保压 2-4h,保持温度为 80-85 度,优选 85 度,压力为 0.5-0.8Mpa,优选 0.7Mpa;

[0116] (5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合体中,保持温度为 60-70 度,优选 65 度,并持续搅拌使混合均匀,当第一混合体添加完并混合均匀后,保温保压 2-4h,温度为 65-70 度,优选 70 度,压力为 0.6-0.8Mpa,优选 0.7Mpa;

[0117] (6) 将铝、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤 (5) 得到的混合体中,在保持温度为 80-90 度下,优选 85 度,搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品。

[0118] 人造钻石粉为粉粒状,粒径在 0.2-1mm。

[0119] 本实施例呈亮片粉色状,性能上检测得到,本实施例具有良好的耐水性及附着力,吸水率低于 2.3%,且通过对功能性单体添加量的增加和减少,发现当添加量在 5-8 份,耐水性较好,在 7 份时最为优秀;对于常规性能的检测,如下:以普通的涂覆方式,尽可能地涂覆均匀;在温度为 32℃,湿度为 50%,海水浸泡为三亚亚龙湾度假区海水;所有水洗均为一般水洗方式,分别模拟洗澡、去手污、做家务、游泳等,采用的肥皂水为一般碱性肥皂水,洗衣粉为普通洗衣粉,本实验采用雕牌。

[0120] 在干燥 30 分钟后,在常温水洗状态下,60 分钟后涂膜仍无变色,无脱落;在 40 度温水水洗状态下,60 分钟后涂膜仍无变色,无脱落;在肥皂水水洗状态下,20 分钟后涂膜仍无变色,无脱落;在洗衣粉水洗状态下,60 分钟后涂膜仍无变化,无脱落;在海水浸泡状态下,80 分钟后涂膜仍无变色,无脱落;在偶然的碰撞冲击下,涂膜有脱落。

[0121] 实施例 5:

[0122] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其原料按重量份数计,包括:51.25 份的去离子水,23.87 份的聚氨酯-35,16.66 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物,4.28 份的羟丙基甲基纤维素,1.01 份的三乙醇胺,0.77 份的月桂醇聚醚-21,0.05 份的式 I 化合物,1.51 份的聚对苯二甲酸乙二醇酯,0.08 份的铝,0.12 份的甘油,0.46 份的着色剂,其中 0.12 份的红色,0.34 份的黑色,2 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0123] 其制备方法类似于实施例 1,其颜色呈紫色,其性能参数接近于实施例 1。

[0124] 实施例 6:

[0125] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其原料按重量份数计,包括:

49.78 份的去离子水, 23.79 份的聚氨酯-35, 16.61 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物, 4.26 份的羟丙基甲基纤维素, 1.01 份的三乙醇胺, 0.77 份的月桂醇聚醚-21, 0.02 份的式 I 化合物, 2.81 份云母, 0.19 份甘油, 0.78 份的着色剂, 其中 0.01 份红色, 0.77 份黑色, 2 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0126] 本实施例的制备方法, 包括如下步骤:

[0127] (1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀, 形成第一混合体, 备用;

[0128] (2) 取 30-35 份去离子水, 优选 33 份, 在保持 60-80℃ 下, 优选 70 度, 将聚氨酯-35、丙烯酸 /VP 交联聚合物、0.02 份的式 I 化合物加入去离子水中, 添加方式为, 按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸 /VP 交联聚合物及式 I 化合物, 每次添加间隔 3-5 分钟, 并在 15-20 分钟内添加完毕, 在添加过程中不断搅拌, 使两者在去离子水中均匀混合, 混合完后, 在 30-40℃ 下, 优选 35 度, 加压静置 1-2h, 压力为 1-2Mpa, 优选 1.8Mpa, 从而形成第二混合体;

[0129] (3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃ 下混合, 优选 45 度, 形成第三混合体;

[0130] (4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中, 并始终使温度保持在 70-90 度, 优选 85 度, 在两者混合过程中, 不断搅拌, 当第二混合体完全加入第三混合体后, 继续搅拌 1-2h, 之后保温保压 2-4h, 保持温度为 80-85 度, 优选 85 度, 压力为 0.5-0.8Mpa, 优选 0.7Mpa;

[0131] (5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合体中, 保持温度为 60-70 度, 优选 65 度, 并持续搅拌使混合均匀, 当第一混合体添加完并混合均匀后, 保温保压 2-4h, 温度为 65-70 度, 优选 70 度, 压力为 0.6-0.8Mpa, 优选 0.7Mpa;

[0132] (6) 将甘油、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤 (5) 得到的混合体中, 在保持温度为 80-90 度下, 优选 85 度, 搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品。

[0133] 人造钻石粉为粉粒状, 粒径在 0.2-1mm。

[0134] 本实施例呈珠光蓝色, 性能上检测得到, 本实施例具有良好的耐水性及附着力, 吸水率低于 3.7%; 对于常规性能的检测, 如下: 以普通的涂覆方式, 尽可能地涂覆均匀; 在温度为 32℃, 湿度为 50%, 海水浸泡为三亚亚龙湾度假区海水; 所有水洗均为一般水洗方式, 分别模拟洗澡、去手污、做家务、游泳等, 采用的肥皂水为一般碱性肥皂水, 洗衣粉为普通洗衣粉, 本实验采用雕牌。

[0135] 在干燥 30 分钟后, 在常温水洗状态下, 60 分钟后涂膜仍无变色, 无脱落; 在 40 度温水水洗状态下, 60 分钟后涂膜仍无变色, 无脱落; 在肥皂水水洗状态下, 20 分钟后涂膜仍无变色, 无脱落; 在洗衣粉水洗状态下, 60 分钟后涂膜仍无变化, 无脱落; 在海水浸泡状态下, 80 分钟后涂膜仍无变色, 无脱落; 在偶然的碰撞冲击下, 涂膜有脱落。

[0136] 实施例 7:

[0137] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩, 其原料按重量份数计, 包括: 52 份的去离子水, 25 份的聚氨酯-35, 17 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物, 5 份的羟丙基甲基纤维素, 1.5 份的三乙醇胺, 0.8 份的月桂醇聚醚-21, 0.03 份的式 I 化合物, 3 份云母, 2 份甘油, 0.8 份的着色剂, 具体颜色可随需求而定, 3 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0138] 其制备方法类似于实施例 6, 除颜色外, 其性能参数接近于实施例 6。

[0139] 实施例 8：

[0140] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩，其原料按重量份数计，包括：48 份的去离子水，22 份的聚氨酯-35，16 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物，4 份的羟丙基甲基纤维素，0.9 份的三乙醇胺，0.7 份的月桂醇聚醚-21，0.04 份的式 I 化合物，0.9 份云母，0.08 份甘油，0.3 份的着色剂，具体颜色可随需求而定，1 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0141] 其制备方法类似于实施例 6，除颜色外，其性能参数接近于实施例 6。

[0142] 实施例 9：

[0143] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩，其原料按重量份数计，包括：49.78 份的去离子水，23.79 份的聚氨酯-35，16.61 份的丙烯酸 /VP 交联聚合物，4.26 份的羟丙基甲基纤维素，1.01 份的三乙醇胺，0.77 份的月桂醇聚醚-21，0.05 份的式 I 化合物，2.81 份云母，0.19 份甘油，0.78 份的着色剂，其中 0.01 份红色，0.77 份黑色，2 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物，6 份的功能性单体，功能性单体可以是丙烯酰胺。

[0144] 其制备方法，包括如下步骤：

[0145] (1) 将羟丙基甲基纤维素与三乙醇胺混合搅拌均匀，形成第一混合体，备用；

[0146] (2) 取 30-35 份去离子水，优选 33 份，在保持 60-80℃ 下，优选 70 度，将聚氨酯-35、丙烯酸 /VP 交联聚合物、0.05 份的式 I 化合物加入去离子水中，添加方式为，按时间段添加聚氨酯-35、丙烯酸 /VP 交联聚合物及式 I 化合物，每次添加间隔 3-5 分钟，并在 15-20 分钟内添加完毕，在添加过程中不断搅拌，使两者在去离子水中均匀混合，混合完后，保持温度为 70-80 度，优选 75 度，再加入功能性单体，继续搅拌 10-20 分钟，再冷却至 30-40℃ 下，优选 35 度，加压静置 1-2h，压力为 1-2Mpa，优选 1.8Mpa，从而形成第二混合体；

[0147] (3) 将剩余的去离子水和月桂醇聚醚-21 在 40-50℃ 下混合，优选 45 度，形成第三混合体；

[0148] (4) 将第二混合体在 20-30 分钟内均匀加入至第三混合体中，并始终使温度保持在 70-90 度，优选 85 度，在两者混合过程中，不断搅拌，当第一混合体完全加入第二混合体后，继续搅拌 1-2h，之后保温保压 2-4h，保持温度为 80-85 度，优选 85 度，压力为 0.5-0.8Mpa，优选 0.7Mpa；

[0149] (5) 将第一混合体在 1-2h 内均匀加入至经步骤 (4) 得到的混合体中，保持温度为 60-70 度，优选 65 度，并持续搅拌使混合均匀，当第一混合体添加完并混合均匀后，保温保压 2-4h，温度为 65-70 度，优选 70 度，压力为 0.6-0.8Mpa，优选 0.7Mpa；

[0150] (6) 将甘油、着色剂及闪光片、镭射粉、人造钻石粉混合搅拌均匀后添加至经步骤 (5) 得到的混合体中，在保持温度为 80-90 度下，优选 85 度，搅拌均匀后自然冷却得到指甲油成品。

[0151] 人造钻石粉为粉粒状，粒径在 0.2-1mm。

[0152] 本实施例呈珠光蓝色，性能上检测得到，本实施例具有良好的耐水性及附着力，吸水率低于 2.2%，且在研发当中发现，当丙烯酰胺的重量份数位于 5-8 份时，耐水性较好，当处于 6 份时效果达到最优，在本实施例中，当丙烯酰胺小于 5 份或大于 8 份时，吸水率明显逐渐升高；对于常规性能的检测，如下：以普通的涂覆方式，尽可能地涂覆均匀；在温度为 32℃，湿度为 50%，海水浸泡为三亚亚龙湾度假区海水；所有水洗均为一般水洗方式，分别模拟洗澡、去手污、做家务、游泳等，采用的肥皂水为一般碱性肥皂水，洗衣粉为普通洗衣

粉,本实验采用雕牌。

[0153] 在干燥 30 分钟后,在常温水洗状态下,60 分钟后涂膜仍无变色,无脱落;在 40 度温水水洗状态下,60 分钟后涂膜仍无变色,无脱落;在肥皂水水洗状态下,20 分钟后涂膜仍无变色,无脱落;在洗衣粉水洗状态下,60 分钟后涂膜仍无变化,无脱落;在海水浸泡状态下,80 分钟后涂膜仍无变色,无脱落;在偶然的碰撞冲击下,涂膜有脱落。

[0154] 实施例 10:

[0155] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其原料按重量份数计,包括:51.24 份的去离子水,24.99 份的聚氨酯-35,16.43 份的丙烯酸/VP 交联聚合物,4.19 份的羟丙基甲基纤维素,0.99 份的三乙醇胺,0.75 份的月桂醇聚醚-21,0.01 份的式 I 化合物,0.99 份云母,0.09 份甘油,0.33 份的着色剂,着色剂为白色,1.8 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物。

[0156] 其制备方法类似于实施例 6,颜色呈淡金色,其性能参数接近于实施例 6。

[0157] 实施例 11:

[0158] 一种添加有闪光片、镭射粉、人造钻石粉的指彩,其原料按重量份数计,包括:51.04 份的去离子水,24.39 份的聚氨酯-35,16.03 份的丙烯酸/VP 交联聚合物,4.09 份的羟丙基甲基纤维素,0.99 份的三乙醇胺,0.75 份的月桂醇聚醚-21,0.02 份的式 I 化合物,0.99 份云母,0.09 份甘油,0.34 份的着色剂,着色剂为白色,1.8 份的闪光片、镭射粉及人造钻石混合物,0.7 份功能性单体,功能性单体可以是丙烯酰胺。

[0159] 其制备方法类似于实施例 9,颜色呈淡金色,其性能参数接近于实施例 9。

[0160] 实施例 12:实施例 1-11 所涉及的三乙醇胺的制备方法:

[0161] (1) 将环氧乙烷、氨水送入反应器中,在反应温度 35-38℃,优选 37 度,反应压力 100-300kPa 下,优选 280kPa,进行缩合反应生成一、二、三乙醇胺混合液;

[0162] (2) 在 100-110℃下经脱水浓缩后,送入三个减压精馏塔进行减压蒸馏,按不同沸点截取馏分,从而得到三乙醇胺半成品;

[0163] (3) 用水蒸气蒸馏去除杂质,并加入氢氧化钠使三乙醇胺成碱金属盐而析出,分离后中和,再进行减压蒸馏得三乙醇胺纯品。

[0164] 实施例 13:实施例 1-11 所涉及的羟丙基甲基纤维素的制备方法为:

[0165] (1) 将精制棉纤维素用碱液在 50-60℃浸泡半小时后,优选 55 度,取出压榨,将纤维素粉碎,并在 40-50℃下进行适当老化;

[0166] (2) 将碱纤维投入醚化釜,依次加入环氧丙烷和氯甲烷,在 55-70℃下醚化 6-7h,优选 60 度,保持压力为 1.5-2Mpa,优选 1.8Mpa;

[0167] (3) 然后在 70-80℃的热水中加入适量盐酸及草酸洗涤物料,使体积膨大,并用离心机脱水,洗涤至中性,当物料中含水量低于 60%时,以 130℃以上的热空气流干燥至含水率 5%以下制得。

[0168] 实施例 14:实施例 1-11 所涉及人造钻石的制备方法:

[0169] (1) 原料的准备:按重量份数计为:40-50 份的氧化铅,30-35 份的二氧化硅,20-25 份的碳酸钠,30-40 份的碳酸钙,20-30 份的头发;

[0170] (2) 将原料破碎呈粉状并混合,进行炼化,温度为 2200-2500 度,优选 2300 度,20-25h 后冷却,形成半成品;

[0171] (3) 将半成品进行高温高压处理 10-25h 成型, 温度为 2000-2200 度, 压力为 2500-3000 个标准大气压, 优选 2800 个标准大气压;

[0172] (4) 破碎, 抛光, 得成品。

[0173] 所制得的人造钻石, 棱角较为密集, 发光方向较为规则, 光折射度高, 且光照下更具炫彩、灵动和光亮。

[0174] 活性实验:

[0175] 1、式 I 化合物活性实验

[0176] 将细菌 (红色毛癣菌、石膏样毛癣菌和絮状表皮毛癣菌) 悬浮在 MH 培养基中, 分散浓度大约为 $10^5 \text{cfu} \cdot \text{mL}^{-1}$, 将菌液加到 96 孔板上 (每孔加菌液 $100 \mu\text{L}$), 以培养基为空白对照, 以 DMSO 代替受试物作为阴性对照, 以伊曲康唑 (西安杨森制药有限公司) 为阳性对照。将式 I 化合物溶于 DMSO 中分别配成 800、400、200、100、50、25 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 溶液 (对于 MIC_{50} 小于 $5 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的, 进行一步实验时, 配制的浓度梯度为 50、25、12.5、6.25、3.1、1.5 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$), 以每孔 $11 \mu\text{L}$ 的量加入到 96 孔板上【药液的最终浓度分别为 80、40、20、10、5、2.5 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ (对于后者为 5、2.5、1.25、0.63、0.31 和 0.15 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)】, 每个浓度梯度做四个平行实验。将 96 孔板放入 37°C 的培养箱中培养 24h, 然后每孔加入 $25 \mu\text{L}$ 每 mL 含 4mg MTT 的 PBS, 再在同样条件下培养 4h, 每孔加入 $100 \mu\text{L}$ SDS 裂解液 (95mL 三蒸水 + 10g SDS + 5mL 异丙醇 + 0.1mL 浓盐酸) 后培养 12h。用酶标仪于 570nm 下测定 OD 值, 百分抑制率按下式计算:

[0177]

$$I\% = 100 - \frac{OD_{\text{测试}}}{OD_{\text{对照}}} \times 100$$

[0178] 活性的高低以半抑制率 MIC_{50} 来表示, MIC_{50} 越小, 化合物的活性越高, 结果为: 式 I 化合物对红色毛癣菌、石膏样毛癣菌和絮状表皮毛癣菌半抑制率 MIC_{50} 分别为 0.63、0.60 和 0.82; 伊曲康唑对红色毛癣菌、石膏样毛癣菌和絮状表皮毛癣菌半抑制率 MIC_{50} 分别为 0.63、0.70 和 0.65。

[0179] 2、制剂活性实验:

[0180] 使用实施例 1-6 所述制剂, 进行如下所述的活性实验:

[0181] 从牛角的角部切下约 0.5mm 厚, $1.5 \times 3\text{cm}$ 大小的小片并用实施例 1-6 制剂处理半个侧面, 每天一次, 连续五天。然后将该片固定在一潮湿室内的含水琼脂表面上方约 0.5cm 的金属柱上, 处理过的半侧面朝下。朝上的牛角的整个侧面以点的形式接种须发癣菌的小分生孢子悬浮液。然后, 将菌落形式在 28°C 储存 10 天。

[0182] 在牛角的半个背面采用本发明实施例 1-6 的制剂的预处理 5 次完全阻止了真菌孢子在整个顶面发芽。甚至在 90 天后, 仍然不能在显微镜下在整个顶面观察到接种点。因此, 含有式 I 化合物的实施例 1-6 制剂可有效预防真菌生长。

[0183] 按照上述方法, 进行对照实验, 区别在于实施例 1-6 所述制剂中都不含式 I 化合物, 真菌在处理过的牛角侧面上有少数生长点, 但另半片上观察到了真菌的良好生长。

[0184] 未采用本发明制剂处理的空白片在接种后, 真菌在牛角表面充分生长。