

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)公開番号
特開2022-103111
(P2022-103111A)

(43)公開日 令和4年7月7日(2022.7.7)

(51)国際特許分類
D 0 6 M 15/423(2006.01)

F I
D 0 6 M 15/423

テーマコード(参考)
4 L 0 3 3

審査請求 未請求 請求項の数 19 O L (全40頁)

(21)出願番号 (22)出願日 (31)優先権主張番号 (32)優先日 (33)優先権主張国・地域又は機関 日本国(JP)	特願2021-207574(P2021-207574) 令和3年12月21日(2021.12.21) 特願2020-217991(P2020-217991) 令和2年12月25日(2020.12.25)
(71)出願人 (74)代理人 (72)発明者 Fターム(参考)	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号 110000084 特許業務法人アルガ特許事務所 古川 淳一 東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社研究所内 4L033 AB01 AC05 AC15 BA09 BA20 BA45 BA96 CA36 CA48 CA59

(54)【発明の名称】 繊維処理剤

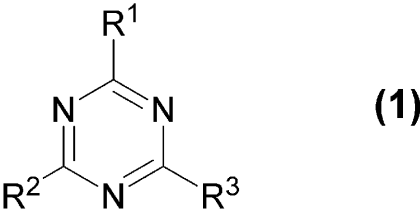
(57)【要約】

【課題】繊維の耐水性、耐熱性が向上し、熱形状記憶能が付与されると共に、伸縮性（粘り強さ）が向上した頭飾製品用繊維を製造するための繊維処理剤を製造するための繊維処理剤の提供。

【解決手段】成分(A)及び(B)から生成する縮合物、並びに成分(C)を含有し、成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が1質量%超であり、濁度が1000NTU以下である、繊維処理剤。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体



[R¹ ~ R³は、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、C₁₋₆のアルキル基若しくはアルケニル基、又はC₁₋₆のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す]

(C)：水

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

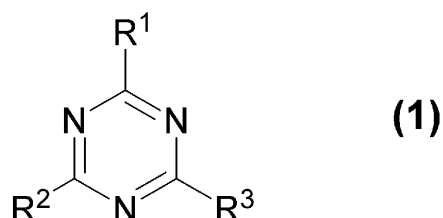
【請求項 1】

以下の成分(A)及び(B)から生成する縮合物、並びに成分(C)を含有し、成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が1質量%超であり、濁度が1000NTU以下である、繊維処理剤。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【化 1】



10

〔式中、 $R^1 \sim R^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。〕

(C)：水

20

【請求項 2】

繊維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量が0.1質量%以上60質量%以下である請求項1記載の繊維処理剤。

【請求項 3】

繊維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素の含有量が0.1質量%以上60質量%以下である請求項1又は2に記載の繊維処理剤。

【請求項 4】

繊維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が1質量%を超え80質量%以下である請求項1～3のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

30

【請求項 5】

成分(B)に由来する構成要素に対する成分(A)に由来する構成要素のモル比(A)/(B)が、5未満である請求項1～4のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

【請求項 6】

更に以下の成分(D)を含有する請求項1～5のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

(D)：ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）

【請求項 7】

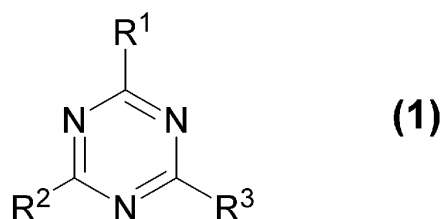
以下の成分(A)～(C)を含有し、成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の合計が1質量%超である組成物を、濁度が1000NTU以下となるまで加熱する、繊維処理剤の製造方法。

40

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体との縮合物

【化 2】



〔式中、 $R^1 \sim R^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。〕

(C)：水

【請求項 8】

下記工程(i)を含む繊維処理方法。

(i) 請求項 1 ～ 6 のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤に繊維を浸漬し、前記処理剤の濁度が 1000 NTU 以下である状態を維持したまま処理する工程

【請求項 9】

工程(i)の前に下記工程(0)を行う、請求項 8 に記載の繊維処理方法。

(0) 繊維処理剤を加熱する工程

【請求項 10】

工程(0)における加熱時間が、調製直後の濁度 1000 NTU 以下の処理剤を加熱して処理剤が再び濁度 1000 NTU を超えるまでの加熱時間を T と定義した場合、 $0.2T$ 以上 $0.8T$ 以下である、請求項 9 に記載の繊維処理方法。

【請求項 11】

工程(i)の後に下記工程(ii)を行い、工程(i)と工程(ii)を 2 回以上繰り返す、請求項 8 ～ 10 のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法。

(ii) 処理剤の濁度が 1000 NTU を超える前に繊維を処理剤から取り出す工程

【請求項 12】

工程(ii)の後に下記工程(iii)を行う、請求項 11 に記載の繊維処理方法。

(iii) 取り出した繊維をすすぐ工程

【請求項 13】

工程(iii)のすすぎが成分(D)を含有する組成物を用いて行われる、請求項 12 に記載の繊維処理方法。

(D)：ハンセンの溶解度パラメータの SP 値が $16 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量 150 以下の化合物を除く）

【請求項 14】

工程(i)～(iii)の後、更に下記工程(iv)を行う、請求項 8 ～ 13 のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法。

(iv) 成分(E)及び(C)を含有する後架橋剤に繊維を浸漬する工程

(E)：ホルムアルデヒド、ホルムアルデヒドの水和物、グリオキシル酸、グリオキシル酸の水和物、グリオキシル酸塩、グリオキサール、グリオキサールの水和物、グルタルアルデヒド、及びグルタルアルデヒドの水和物から選ばれる少なくとも 1 種のホルムアルデヒド誘導体

(C)：水

【請求項 15】

工程(i)～(iii)又は工程(iv)の後で、更に、以下の成分(F)及び(C)を含有する表面仕上げ剤に繊維を浸漬する工程を行う、請求項 8 ～ 14 のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法。

(F) 以下の化合物(a)～(d)の反応産物であるエポキシアミノシランコポリマー

(a) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリシロキサン

(b) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリエーテル

(c) アミノプロピルトリアルコキシシラン

(d) 以下の第一級及び第二級アミンからなる群より選択される化合物

・第一級アミン：メチルアミン、エチルアミン、プロピレンアミン、エタノールアミン、イソプロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシルアミン、ドデシルアミン、オレイルアミン、アニリン、アミノプロピルトリメチルシラン、アミノプロピルトリエチルシラン、アミノモルホリン、アミノプロピルジエチルアミン、ベンジルアミン、ナフチルアミン、3-アミノ-9-エチルカルバゾール、1-アミノヘプタフロロヘキサン、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペンタデカフルオロ-1-オクタンアミン

・第二級アミン：メチルエチルアミン、メチルオクタデシルアミン、ジエタノールアミン、ジベンジルアミン、ジヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ピペリジン、ピロリジンフタルイミド、ポリマーアミン

10

(C) 水

【請求項 16】

請求項 8～15のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法によって、繊維を処理する工程を含む、頭飾製品用繊維の製造方法。

【請求項 17】

請求項 8～15のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法によって、繊維を処理する工程を含む、頭飾製品の製造方法。

【請求項 18】

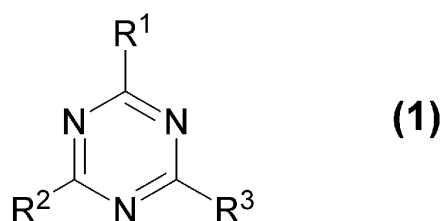
20

成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する頭飾製品用繊維。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【化 3】



30

〔式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。〕

【請求項 19】

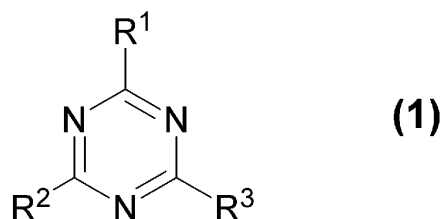
成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する繊維を構成要素とする頭飾製品。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【化 4】

40



〔式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖

50

のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、かつら、エクステンション等の頭飾製品に用いられる天然由来繊維に対し、耐水性、耐熱性及び熱形状記憶能を付与するための繊維処理剤に関する。

【背景技術】

【0002】

天然由来繊維は、その用途例の1つとして、かつら、エクステンション等の頭飾製品があり、合成繊維とは異なって、天然素材から来る自然な風合いや外観を有する。天然由来繊維のうち、再生蛋白質繊維、例えば再生コラーゲン繊維は、酸可溶性コラーゲンあるいは不溶性コラーゲンをアルカリや酵素で可溶化して紡糸原液とし、紡糸ノズルを通して凝固浴に吐出して繊維化することで得られる。

【0003】

しかし、再生コラーゲン繊維は、一般的に、合成繊維に比べて親水性が高いため吸水率が高く、多くの水を含んだ状態においては機械的強度が極めて低い。このため、シャンプー時には高い吸水率のために機械強度が著しく低下し、その後のヘアドライヤーによる乾燥時に破断するなど、頭飾製品としての適性低下につながっている。

【0004】

また、再生コラーゲン繊維には、耐熱性の低さという問題もあり、ヘアアイロンを使用したセットにおいては、人毛と同じような高い温度でセットした場合には収縮や縮れを発生し見栄えを損なってしまう。

【0005】

さらに、プラスチック製の合成繊維ではヘアアイロン等による熱セット時における形状がその後の洗髪を経ても記憶され続ける（熱形状記憶能がある）が、再生コラーゲン繊維は、ヘアアイロン等による熱セット時における形状がその後の洗髪で失われてしまう（熱形状記憶能がない）ため、従来のプラスチック製の合成繊維に比べてスタイリング自由度の観点で劣る部分があった。

【0006】

上で述べた3つの点が、頭飾製品用途としての再生コラーゲン繊維の普及を妨げる要因となっていた。特に耐水性、すなわち濡れ時の機械強度の低下が与える影響が顕著であった。このため、再生コラーゲン繊維を改質し、耐水性、耐熱性を付与するために、コラーゲン分子が有しているアミノ基に反応性物質を作用させる試みが行われており、その例としてメチロール基を有する化合物を作用させる方法が知られている（特許文献1、2）。また、同じく頭飾製品に用いられる人毛繊維の分野においても、本来熱形状記憶能を有しない人毛繊維に対し、新たに熱形状記憶能を付与するためにメチロール基を有する化合物を作用させる方法が知られている（特許文献3）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特公昭40-9062号公報

【特許文献2】特公昭41-15258号公報

【特許文献3】特開2019-143282号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかしながら、頭飾製品の製造場面においては繊維を強く伸長する場合もあり、特許文献1～3に記載の技術では処理後の繊維の伸縮性（粘り強さ）が十分とはならないこともあった。このため、伸長時の破断を防ぐため、処理後の繊維の伸縮性を高める要求があった。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 9 】

したがって本発明は、再生コラーゲン繊維に代表される天然由来繊維の耐水性、耐熱性が改善され、熱形状記憶能が付与されると共に、伸縮性（粘り強さ）にも優れる頭飾製品用繊維を製造するための繊維処理剤に関する。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 0 】

本発明者は、特許文献 1 ～ 3 に記載の繊維処理剤を同文献の繊維処理方法に基づいて扱った場合に、繊維が浸漬されている組成物が三段階のフェーズを経て変化していくことを見出した。すなわち、フェーズ 1 において、組成物はホルムアルデヒドとメラミン誘導体とが互いにフリーの反応で存在しており、濁度が高い状態にある。フェーズ 2 においては、ホルムアルデヒドとメラミン誘導体とが反応し水溶性の縮合物をつくることで組成物が透明化する。フェーズ 3 においては、水溶性縮合物同士が更に連結することで水不溶性の縮合物となり、再び組成物の濁度が上昇する。

10

【 0 0 1 1 】

本発明者は、フェーズ 1 の組成物に天然由来繊維を接触させた場合、フリーのホルムアルデヒドが直接繊維に作用して組織を架橋してしまい、その伸縮性（粘り強さ）を維持しづらくなることを見出した。その一方、フェーズ 3 の組成物に繊維を接触させた場合でも、繊維の表面に硬い樹脂の層が形成されることで、繊維の屈曲や延伸といった運動が制限され、やはり繊維の伸縮性（粘り強さ）を維持しづらくなること、さらには、繊維表面の感触も悪化することを見出した。

20

【 0 0 1 2 】

そして本発明者らは、前記知見を元に更に研究を進めた結果、天然由来繊維を、ホルムアルデヒドと特定のトリアジン誘導体との縮合物を含有する濁度 1000 以下の組成物を用いて、処理剤の濁度が 1000 NTU 以下である状態を維持しながら処理することによって、天然由来繊維における耐水性、耐熱性が向上し、熱形状記憶能を付与できるのみならず、意外にも、繊維の伸縮性（粘り強さ）が処理前より向上し、人毛に近い水準まで高めることができること、さらには繊維表面の感触も向上できることを見出し、発明を完成した。通常、引用文献 1 ～ 3 で使用するようなメチロール基を有する化合物は組織を架橋するため、処理後の組織は脆くなってしまうのが常識であるが、前記条件の下で天然由来繊維を処理対象とした場合には、伸縮性（粘り強さ）が処理前より向上するという結果が得られたことは、驚くべきことである。

30

【 0 0 1 3 】

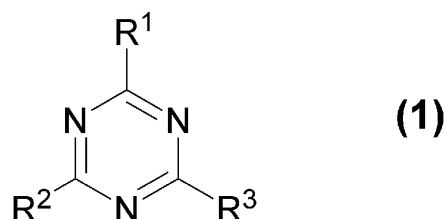
本発明は、以下の成分(A)及び(B)から生成する縮合物、並びに成分(C)を含有し、成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が 1 質量%を超え、濁度が 1000 NTU 以下である、繊維処理剤を提供するものである。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【 0 0 1 4 】

【化 1】



40

【 0 0 1 5 】

〔式中、 $R^1 \sim R^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分

50

岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

(C)：水

【0016】

更に本発明は、前記成分(A)～(C)を含有し、成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が 1 質量% 以上である組成物を、濁度が 1000 NTU 以下となるまで加熱する、繊維処理剤の製造方法を提供するものである。

【0017】

更に本発明は、下記工程(i)を含む繊維処理方法を提供するものである。

(i) 前記繊維処理剤に繊維を浸漬し、前記処理剤の濁度が 1000 NTU 以下である状態を維持したまま処理する工程 10

【0018】

更に本発明は、上記の繊維処理方法によって、繊維を処理する工程を含む、頭飾製品用繊維の製造方法を提供するものである。

【0019】

更に本発明は、前記繊維処理方法によって、繊維を処理する工程を含む、頭飾製品の製造方法を提供するものである。

【0020】

更に本発明は、前記成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する頭飾製品用繊維を提供するものである。 20

【0021】

更に本発明は、前記成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する繊維を構成要素とする頭飾製品を提供するものである。

【発明の効果】

【0022】

本発明によれば、天然由来繊維の耐水性、耐熱性が向上し、熱形状記憶能が付与されると共に、伸縮性(粘り強さ)が向上した頭飾製品用繊維を製造するための繊維処理剤を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【0023】

〔本発明において処理対象となる繊維〕 30

本発明の繊維処理剤の処理対象となる繊維は、合成繊維、天然由来繊維のいずれでもよいが、天然由来繊維が好ましい。天然由来繊維とは、天然の動植物から採取した繊維、もしくはケラチン、コラーゲン、カゼイン、大豆、落花生、トウモロコシ、絹屑、絹フィブロイン等を原料として人工的に製造された繊維であって頭飾製品の製造に用いる繊維をいう。これらのうち、ケラチン、コラーゲン、カゼイン、大豆、落花生、トウモロコシ、絹屑、絹フィブロイン等を原料として人工的に製造された繊維が好ましく、コラーゲンを原料とする再生コラーゲン繊維、絹フィブロインを原料とする再生絹繊維等の再生蛋白質繊維がより好ましく、再生コラーゲン繊維が更に好ましい。

【0024】

再生コラーゲン繊維は、公知の技術で製造することができ、また、組成もコラーゲン 100% である必要はなく、品質改良のための天然あるいは合成ポリマーや添加剤が含まれていてもよい。更には、再生コラーゲン繊維を後加工したものであってもよい。再生コラーゲン繊維の形態としてはフィラメントが好ましい。フィラメントは一般にボビン巻きしたもののや箱詰めした状態から取り出される。また、再生コラーゲン繊維の製造工程で乾燥工程から出てきたフィラメントを直接利用することもできる。 40

【0025】

〔成分(A)及び(B)から生成する縮合物〕

本発明の繊維処理剤には、成分(A)のホルムアルデヒド又はその水和物と成分(B)の一般式(1)で表されるトリアジン誘導体との縮合物を含有する。この縮合物には、前述した水 50

溶性の縮合物のほか、繊維処理剤の濁度が1000NTU以下である限りにおいて、水溶性縮合物同士が更に連結して生成する水不溶性の縮合物も含まれてもよく、本明細書において、単に「縮合物」というときは、水溶性、水不溶性のいずれのものも含む。また、本発明の繊維処理剤中には、濁度が1000NTU以下である限りにおいて、これらの縮合物のほか、未反応の成分(A)、成分(B)が残存していてもよい。

【0026】

(成分(A):ホルムアルデヒド又はその水和物)

ホルムアルデヒドの水和物としてはホルムアルデヒド-水和物(メタンジオール)が挙げられる。処理後の天然由来繊維により高い形状持続性と耐久性を付与する観点から、これらのうちホルムアルデヒドが好ましい。

10

【0027】

本発明の繊維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量は、処理後の天然由来繊維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは1質量%以上、更に好ましくは1.5質量%以上、更により好ましくは3質量%以上、更により好ましくは5質量%以上であり、また、上述の観点に加え、処方適合性の観点から、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、更により好ましくは35質量%以下、更により好ましくは30質量%以下である。

すなわち、本発明の繊維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量は、処理後の天然由来繊維により高い形状持続性と強度を付与する観点及び処方適合性の観点から、好ましくは0.1~60質量%、より好ましくは1~50質量%、更に好ましくは1.5~40質量%、更により好ましくは3~35質量%、更により好ましくは5~30質量%である。なお、本明細書において、「成分(A)に由来する構成要素」とは、前記縮合物のうち成分(A)に由来する構成部分と残存する成分(A)の合計含有量をいうものとする。

20

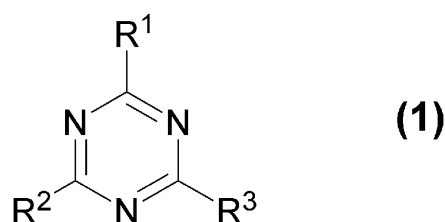
【0028】

(成分(B):一般式(1)で表されるトリアジン誘導体)

本発明で用いられるトリアジン誘導体は次の一般式(1)で表される

【0029】

【化2】



30

【0030】

[式中、 $R^1 \sim R^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

40

【0031】

一般式(1)で表されるトリアジン誘導体としては、メラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン、トリメチロールメラミン、ベンゾグアナミン、アセトグアナミン、2,4-ジアミノ-1,3,5-トリアジン、アンメリン、2-クロロ-4,6-ジアミノ-1,3,5-トリアジン等が挙げられ、処理後の天然由来繊維により高い形状持続性と耐久性を付与する観点から、メラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン及びトリメチロールメラミンから選ばれる少なくとも1種が好ましく、メラミンがより好ましい。成分(B)は単独で又は2種類以上を組み合わせる用いることができる。

50

【0032】

本発明の繊維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素の含有量は、処理後の天然由来繊維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは1質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上であり、また、上記の観点に加え、繊維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、更により好ましくは35質量%以下、更により好ましくは30質量%以下である。

すなわち、本発明の繊維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素の含有量は、処理後の繊維により高い形状持続性と強度を付与する観点及び繊維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは0.1～60質量%、より好ましくは1～50質量%、更に好ましくは2.5～40質量%、更により好ましくは5～35質量%、更により好ましくは5～30質量%である。

10

なお、本明細書において、「成分(B)に由来する構成要素」とは、前記縮合物のうち成分(B)に由来する構成部分と残存する成分(B)の合計含有量をいうものとする。

【0033】

本発明の繊維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計は、処理後の天然由来繊維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、1質量%超であって、好ましくは2.5質量%以上、より好ましくは5質量%以上、更に好ましくは10質量%以上であり、また、繊維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは80質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは60質量%以下、更により好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下である。

20

【0034】

本発明の繊維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素に対する成分(A)に由来する構成要素のモル比(A)/(B)は、天然由来繊維内で水溶性縮合物同士が縮合して形成する、より分子量の大きな縮合物により、処理後の天然由来繊維の形状持続性と強度をより一層優れたものとする観点から、好ましくは0.005以上、より好ましくは0.01以上、更に好ましくは0.05以上、更により好ましくは0.1以上であり、また、良好な感触の観点から、好ましくは5未満、より好ましくは4以下、更に好ましくは3以下、更により好ましくは2以下である。

すなわち、成分(B)に由来する構成要素に対する成分(A)に由来する構成要素のモル比(A)/(B)は、天然由来繊維内で水溶性縮合物同士が縮合して形成する縮合物により、処理後の天然由来繊維の形状持続性と強度をより一層優れたものとする観点及び良好な感触の観点から、好ましくは0.005以上5未満、より好ましくは0.01～4、更に好ましくは0.05～3、更により好ましくは0.1～2である。

30

【0035】

成分(A)と成分(B)との縮合物は、成分(A)～(C)を含有する組成物を加熱することによって、組成物中に生成させることができる。成分(A)～(C)を含有する組成物は、調製した当初は成分(A)と成分(B)とが互いにフリーの反応で存在しているが、この組成物を加熱することによって、両者が反応し水溶性の縮合物を生成する。

【0036】

本発明の繊維処理剤中における成分(A)及び(B)から生成する縮合物の含有量は、処理後の天然由来繊維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、好ましくは1質量%超、より好ましくは1.5質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上、更により好ましくは10質量%以上であり、また、上記の観点に加え、天然由来繊維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは80質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは60質量%以下、更により好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下である。

40

【0037】

〔成分(C)：水〕

本発明の繊維処理剤は、水を媒体とする。本発明の繊維処理剤中における成分(C)の含有

50

量は、好ましくは10質量%以上、より好ましくは20質量%以上、更に好ましくは30質量%以上、更により好ましくは40質量%以上であり、また好ましくは99質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下、更により好ましくは90質量%以下である。

すなわち、本発明の繊維処理剤中における成分(C)の含有量は、好ましくは10～99質量%、より好ましくは20～97質量%、更に好ましくは30～95質量%、更により好ましくは40～90質量%である。

【0038】

〔成分(D)：ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16 \sim 40 \text{ MPa}^{1/2}$ である有機化合物〕成分(A)及び(B)の反応により、本発明の繊維処理剤中に分子量の大きな不溶性の縮合物が生成すると、天然由来繊維の表面に硬い樹脂の層が形成されることで、天然由来繊維の屈曲や延伸といった運動が制限され、繊維の伸縮性（粘り強さ）を妨げてしまうのみならず、繊維表面の感触も悪化してしまう場合もある。このため、天然由来繊維の処理は、反応の過程で生成し濁度上昇の原因となる成分(A)及び(B)からなる縮合体オリゴマーの凝集を防ぎ溶解させやすくする観点から、ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）を含有することが好ましい。電荷を有する有機塩は、系中に共存すると濁度が急上昇してしまい、またグルタルアルデヒドのようなアルデヒド基を有する化合物は、トリアジン誘導体同士を多点で架橋して濁度を急上昇させるため、成分(D)からは除外される。

10

20

【0039】

本発明において、ハンセンの溶解度パラメータのSP値とは、Hansen Solubility Parameters: A User's Handbook, CRC Press, Boca Raton FL, 2007を元にしたソフトウェアパッケージHSPiP 4th Edition 4.1.07を用いて、DIYプログラムにおいて25 で計算される $\delta_{\text{Tot}} (\text{MPa}^{1/2})$ をいう。

【0040】

成分(D)のハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物としては、一価アルコール、二価アルコール、二価アルコール誘導体、三価以上の多価アルコール、ラクタム、イミダゾリジノン、ピリミジノン、ラクトン、アルキレンカーボネート、その他汎用有機溶剤であって、SP値が前記範囲内であるものが挙げられる。

30

【0041】

以下に、ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である化合物の具体例を挙げる。各例示中のかっこ内の数値は、前述の方法で計算されるSP値である。

- ・一価アルコールの例： エタノール（25.4）、1-プロパノール（22.9）、イソプロピルアルコール（22.3）、1-ブタノール（22.9）
- ・二価アルコールの例： エチレングリコール（31.6）、ジエチレングリコール（29.2）、トリエチレングリコール（26.1）、テトラエチレングリコール（24.3）、ペンタエチレングリコール（23.1）、ヘキサエチレングリコール（22.2）、プロピレングリコール（31.7）、1-ジプロピレングリコール（26.0）、トリプロピレングリコール（23.4）
- ・二価アルコール誘導体の例： ジプロピレングリコールモノメチルエーテル（21.1）、ジプロピレングリコールジメチルエーテル（17.8）、ジプロピレングリコールジアセテート（19.0）、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート（18.5）
- ・三価以上の多価アルコールの例： グリセリン（35.7）、ソルビトール（35.8）
- ・ラクタムの例： 2-ピロリドン（24.8）、N-メチルピロリドン（22.0）
- ・イミダゾリジノンの例： エチレン尿素（28.5）、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン（22.3）、ジヒドロキシメチルエチレン尿素（31.3）、N,N'-ジヒドロキシメチル-4,5-ジヒドロキシエチレン尿素（34.7）、DMDMヒダントイン（28.1）

40

50

- ・ピリミジノンの例： N,N'-ジメチルプロピレン尿素（21.3）
- ・ラクTONの例： γ -ブチロラクTON（24.6）
- ・アルキレンカーボネートの例： エチレンカーボネート（29.2）、プロピレンカーボネート（27.1）
- ・汎用有機溶剤の例： DMF（N,N-ジメチルホルムアミド）（24.2）、DMAc（N,N-ジメチルアセトアミド）（23.0）、DMSO（ジメチルスルホキシド）（23.6）、THF（テトラヒドロフラン）（18.2）、1,4-ジオキサン（20.5）、アセトニトリル（23.9）

【0042】

これらのうち、反応の過程で生成し濁度上昇の原因となる成分(A)及び(B)からなる縮合体オリゴマーの凝集を防ぎ溶解させやすくする観点から、ハンセンの溶解度パラメータのSP値が35.8MPa^{1/2}以下であるものが好ましく、34.7MPa^{1/2}以下であるものがより好ましく、29.2MPa^{1/2}以下であるものが更に好ましい。同様の観点から、17.8MPa^{1/2}以上であるものが好ましく、21.1MPa^{1/2}以上であるものがより好ましく、22.0MPa^{1/2}以上であるものが更に好ましい。

10

【0043】

なかでも、二価アルコール、ラクタム及びイミダゾリジノンが好ましく、ジエチレングリコール（29.2）、トリエチレングリコール（26.1）、N-メチルピロリドン（22.0）、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン（22.3）及びDMDMヒダントイン（28.1）から選ばれる少なくとも1種がより好ましい。

20

【0044】

成分(D)は、いずれかを単独で又は2種以上を組み合わせ使用することができる。本発明の繊維処理剤中における成分(D)の含有量は、繊維処理剤の濁度が1000NTU以下である状態をより長く維持する観点から、好ましくは10質量%以上、より好ましくは15質量%以上、更に好ましくは25質量%以上であり、また、効率よく縮合反応を進め、天然由来繊維内で水溶性縮合物同士が結合して形成する、より分子量の大きな縮合物により、処理後の天然由来繊維の形状持続性と強度をより一層優れたものとする観点から、好ましくは80質量%以下、より好ましくは60質量%以下、更に好ましくは45質量%以下である。

【0045】

〔カチオン性界面活性剤〕

30

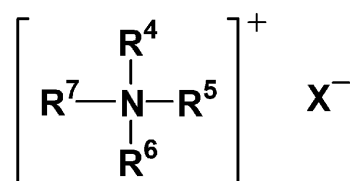
本発明の繊維処理剤は、本発明の効果を損なわない範囲で、カチオン性界面活性剤を含有することができる。カチオン性界面活性剤は1個の炭素数8～24のアルキル基及び3個の炭素数1～4のアルキル基を有するモノ長鎖アルキル四級アンモニウム塩が好ましい。

【0046】

好ましくは、少なくとも1種のモノ長鎖アルキル四級アンモニウム界面活性剤は、下記一般式で表される化合物から選択される。

【0047】

〔化3〕



40

【0048】

〔式中、R⁴は炭素数8～22の飽和若しくは不飽和の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、R⁸-CO-NH-(CH₂)_m-又はR⁸-CO-O-(CH₂)_m-(R⁸は炭素数7～21の飽和又は不飽和の直鎖又は分岐鎖のアルキル鎖を示し、mは1～4の整数を示す)を示し、R⁵、R⁶及びR⁷は独立して、炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のヒドロキシルアルキル基を示し、X⁻は塩化物イオン、臭化物イオン、メトサルフェートイオ

50

ン又はエトサルフェートイオンを示す。]

【0049】

好適なカチオン性界面活性剤としては、例えば、セチルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘントリモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムブロミド、ステアラミドプロピルトリモニウムクロリド等の長鎖四級アンモニウム化合物が挙げられ、これらは単独で使用することもでき、これらの混合物として使用することもできる。

【0050】

本発明の繊維処理剤中におけるカチオン性界面活性剤の含有量は、処理後の天然由来繊維の感触を改善し、本願発明の効果を一層向上させる観点から、好ましくは0.05質量%以上、より好ましくは0.10質量%以上であり、また、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5質量%以下である。

【0051】

〔シリコーン〕

また、本発明の繊維処理剤は、処理後の天然由来繊維の感触を改善し、まとまりを良くする観点からシリコーンを含むことができる。シリコーンとしてはジメチルポリシロキサン、アミノ変性シリコーンから選ばれる1種以上が好ましい。

【0052】

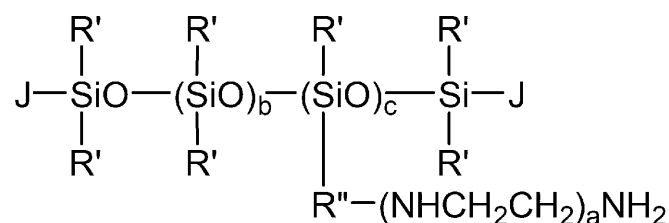
ジメチルポリシロキサンとしては、いずれの環状又は非環状のジメチルポリシロキサンポリマーを用いることもでき、その例としてSH200シリーズ、BY22-019、BY22-020、BY11-026、B22-029、BY22-034、BY22-050A、BY22-055、BY22-060、BY22-083、FZ-4188（いずれも東レ・ダウコーニング株式会社）、KF-9088、KM-900シリーズ、MK-15H、MK-88（いずれも信越化学工業株式会社）が挙げられる。

【0053】

アミノ変性シリコーンとしては、アミノ基又はアンモニウム基を有するあらゆるシリコーンを用いることができ、その例として、全部又は一部の末端ヒドロキシル基がメチル基等で末端封止されたアミノ変性シリコーンオイル及び末端封止されていないアモジメチコンが挙げられる。処理後の天然由来繊維の感触を改善し、まとまりを良くする観点から、好ましいアミノ変性シリコーンとして、例えば次式で示される化合物が挙げられる。

【0054】

〔化4〕



【0055】

〔式中、R'は水素原子、水酸基又はR^Xを示し、R^Xは置換又は非置換の炭素数1～20の一価炭化水素基を示し、JはR^X、R''-(NHCH₂CH₂)_aNH₂、OR^X又は水酸基を示し、R''は炭素数1～8の二価炭化水素基を示し、aは0～3の数値を示し、b及びcはその和が数平均で、10以上20000未満、好ましくは20以上3000未満、より好ましくは30以上1000未満、更に好ましくは40以上800未満となる数値を示す。〕

【0056】

好適なアミノ変性シリコーンの市販品の具体例としては、SF8452C、SS3551（いずれも東レ・ダウコーニング株式会社）、KF-8004、KF-867S、KF-8015（いずれも信越化学工業株式会社）等のアミノ変性シリコーンオイル、SM8704C、SM8904、BY22-079、FZ-4671、FZ4672（いずれも東レ・ダウコーニング株式会社）等のアモジメチコンエマルジョンが挙げられる。

【 0 0 5 7 】

本発明の繊維処理剤中におけるシリコンの含有量は、処理後の天然由来繊維の感触を改善し、本発明の効果を一層向上させる観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.2質量%以上、更に好ましくは0.5質量%以上であり、また、好ましくは20質量%以下、より好ましくは10質量%以下、更に好ましくは5質量%以下である。

【 0 0 5 8 】

〔カチオン性ポリマー〕

また、本発明の繊維処理剤は、処理後の天然由来繊維の感触を改善する観点からカチオン性ポリマーを含有することができる。

【 0 0 5 9 】

カチオン性ポリマーは、カチオン基又はカチオン基にイオン化され得る基を有するポリマーをいい、全体としてカチオン性となる両性ポリマーも含まれる。すなわち、ポリマー鎖の側鎖にアミノ基若しくはアンモニウム基を含むか、又はジアリル4級アンモニウム塩を構成単位として含む水溶液のもの、例えばカチオン化セルロース誘導体、カチオン性澱粉、カチオン化グアーガム誘導体、ジアリル4級アンモニウム塩の重合体又は共重合体、4級化ポリビニルピロリドン誘導体等が挙げられる。これらのうち、すすぎ時やシャンプー時の感触の柔らかさ、滑らかさ及び指の通り易さ、乾燥時のまとまり易さ及び保湿性という効果及び剤の安定性を向上させる観点から、ジアリル4級アンモニウム塩を構成単位として含むポリマー、4級化ポリビニルピロリドン誘導体、カチオン化セルロース誘導体から選ばれる1種又は2種以上が好ましく、ジアリル4級アンモニウム塩の重合体又は共重合体、カチオン化セルロース誘導体から選ばれる1種又は2種以上がより好ましい。

【 0 0 6 0 】

好適なジアリル4級アンモニウム塩の重合体又は共重合体の具体例としては、塩化ジメチルジアリルアンモニウム重合体（ポリクオタニウム-6、例えばマーコート100；ルーブリゾール・アドバンスト・マテリアルズ社）、塩化ジメチルジアリルアンモニウム／アクリル酸共重合体（ポリクオタニウム-22、例えばマーコート280、同295；ルーブリゾール・アドバンスト・マテリアルズ社）、塩化ジメチルジアリルアンモニウム／アクリルアミド共重合体（ポリクオタニウム-7、例えばマーコート550；ルーブリゾール・アドバンスト・マテリアルズ社）等が挙げられる。

【 0 0 6 1 】

好適な4級化ポリビニルピロリドン誘導体の具体例としては、ビニルピロリドンコポリマーとジメチルアミノエチルメタクリレートとを重合して得られるポリマー（ポリクオタニウム11、例えばガフカット734、ガフカット755、ガフカット755N（以上、アシュランド社））が挙げられる。

【 0 0 6 2 】

好適なカチオン化セルロースの具体例としては、ヒドロキシセルロースにグリシジルトリメチルアンモニウムクロライドを負荷したポリマー（ポリクオタニウム10、例えばレオガードG、同GP（以上、ライオン社）、ポリマーJR-125、同JR-400、同JR-30M、同LR-400、同LR-30M（以上、アマーコール社））や、ヒドロキシエチルセルロースジメチルジアリルアンモニウムクロリド（ポリクオタニウム-4、例えばセルコートH-100、同L-200（以上、アクゾノーベル社））等が挙げられる。

【 0 0 6 3 】

本発明の繊維処理剤中におけるカチオン性ポリマーの含有量は、処理後の天然由来繊維の感触を改善する観点から、好ましくは0.001質量%以上、より好ましくは0.01質量%以上、更に好ましくは0.05質量%以上であり、また、好ましくは20質量%以下、より好ましくは10質量%以下である。

【 0 0 6 4 】

更に、本発明の繊維処理剤には、アスコルビン酸等の酸化防止剤；水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸、塩酸、酒石酸等のpH調整剤を含有することができる。

【 0 0 6 5 】

〔濁度〕

本発明の繊維処理剤は、天然由来繊維の伸縮性（粘り強さ）を向上させる観点及び繊維表面の感触を向上する観点から、濁度ができるだけ低いことが望ましく、繊維処理剤の濁度は、1000NTU以下であって、好ましくは500NTU以下、より好ましくは100NTU以下、更に好ましくは20NTU以下である。なお、上記の繊維処理剤の濁度とは、成分(B)、及び水溶性縮合物同士が結合して形成する水不溶性縮合物に由来する濁りによるものを指し、これら以外に濁りの原因となる成分を含有する場合には、成分(B)、及び水不溶性縮合物に起因する濁りのみを考慮するものとする。この際、水不溶性縮合物の定量は、例えば、孔径0.1 μmのメンブレンフィルターでろ過後、誘導体化熱分解GC/MS法により行うことができる。

10

【0066】

ここで、NTU（Nephelometric Turbidity Unit）はホルマジンを濁度標準液とする比濁法における濁度単位である。繊維処理剤の濁度は、室温（25℃）において、繊維処理剤をそのままデジタル濁度計（アズワン社製／型番：TB700）の測定セルに入れて測定することができる。

【0067】

〔pH〕

本発明の繊維処理剤のpHは、天然由来繊維のダメージ抑制の観点から、好ましくは3.0以上、より好ましくは3.5以上、更に好ましくは4.0以上、更に好ましくは4.5以上であり、また、好ましくは12.0以下、より好ましくは11.0以下、更に好ましくは10.0以下、更に好ましくは9.0以下である。なお、本発明におけるpHは25℃のときの値である。すなわち、本発明の繊維処理剤のpHは、天然由来繊維のダメージを抑制する観点から、好ましくは3.0～12.0、より好ましくは3.5～11.0、更に好ましくは4.0～10.0、更に好ましくは4.5～9.0である。

20

【0068】

〔繊維処理剤の製造方法〕

本発明の繊維処理剤は、成分(A)～(C)を含有し、成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の合計が1質量％超である組成物を、濁度が1000NTU以下となるまで加熱することによって製造することができる。成分(A)～(C)を含有する組成物は、調製した当初は成分(A)と成分(B)とが互いにフリーの反応で存在しており、濁度が高い状態にあるが、この組成物を加熱することによって、両者が反応し水溶性の縮合物をつくることで組成物の濁度が下がる。本発明の繊維処理剤は、この状態の組成物のうち、濁度が1000NTU以下となったものである。

30

【0069】

成分(A)～(C)を含有する組成物の濁度を1000NTU以下とするための加熱温度は、繊維処理剤中の成分(A)と成分(B)が反応して水溶性の縮合物を生成する反応を効率よく進める観点から、好ましくは85℃以上、より好ましくは88℃以上、更に好ましくは90℃以上であり、また、反応が速くなりすぎて制御ができなくなるのを防ぐ観点から、好ましくは120℃以下、より好ましくは115℃以下、更に好ましくは110℃以下である。

【0070】

また、加熱時間は、好ましくは1分以上、より好ましくは5分以上、また、好ましくは20分以下、より好ましくは15分以下である。上記温度までの昇温は短時間で行い、加熱攪拌による透明化を確認した後は、短時間で冷却し、後述の繊維適用温度又は繊維処理剤の保存温度まで下げることが望ましい。スケールアップにより急激な昇温が難しい場合は、成分(B)以外の組成物を混合した状態で昇温し、上記温度になった状態で成分(B)を添加すると有利である。

40

【0071】

成分(A)～(C)を含有する組成物の加熱時におけるpHは、反応が速くなり過ぎフェーズ3となってしまうのを防止する観点から、好ましくは7.0以上、より好ましくは8.0以上、更に好ましくは9.0以上であり、また、繊維への適用時のpH調整を容易にする作業性の

50

観点から、好ましくは13.0以下、より好ましくは12.0以下、更に好ましくは11.0以下である。組成物の濁度が1000NTU以下となった後は、必要に応じ前述の繊維処理剤の好適なpH範囲に調整することができる。

【0072】

〔繊維処理剤の保管方法〕

以上のようにして製造された濁度1000NTU以下の処理剤を、繊維に適用するまでに輸送・保管する場合には、輸送中の意図せぬ反応進行を防ぐ目的で、保管温度を冷温とすることもできる。保管温度は、凍結や再結晶が生ずるのを防ぐ観点から、好ましくは1℃以上、より好ましくは2℃以上、更に好ましくは5℃以上であり、また、意図せぬ反応進行を防止する観点から、好ましくは25℃以下、より好ましくは20℃以下、更に好ましくは15℃以下である。また、保管時の繊維処理剤のpHは、縮合速度が遅い9～11の範囲に調整することが好ましい。

10

【0073】

〔繊維処理方法〕

（基本的処理）

本発明の繊維処理剤を用いて、下記工程(i)を含む方法で天然由来繊維を処理することにより、天然由来繊維の伸縮性（粘り強さ）を高度に維持したまま、天然由来繊維に形状持続性と高い耐久性を付与することができる。

(i) 本発明の繊維処理剤に天然由来繊維を浸漬し、前記処理剤の濁度が1000NTU以下である状態を維持したまま処理する工程

20

【0074】

また、前述のようにして製造された本発明の濁度1000NTU以下の繊維処理剤は、このまま繊維に適用してもよいが、処理剤がフェーズ3となることによる濁度の上昇を招かない程度に、一定時間加熱してから繊維に適用することで、繊維の伸縮性をより高めることができる。このため、工程(i)の前に、下記工程(0)を含むことが好ましい。

(0) 繊維処理剤を加熱する工程

【0075】

工程(0)における加熱温度は生産性向上の観点から、好ましくは40℃以上、より好ましくは60℃以上、更に好ましくは70℃以上であり、また、適切なポイントで加熱を止められるようにする観点から、好ましくは120℃以下、より好ましくは105℃以下、更に好ましくは99℃以下である。

30

【0076】

工程(0)における加熱時間は、調製した直後の濁度1000NTU以下の処理剤を加熱して、処理剤がフェーズ3となることによって再び濁度1000NTUを超えるまでの加熱時間をTと定義した場合、繊維の伸縮性効果を発現させる観点から、好ましくは0.2T以上、より好ましくは0.3T以上、更に好ましくは0.4T以上であり、また、フェーズ3となることで濁度が1000NTUを超えるまでの時間、すなわち繊維を処理できる時間を確保する観点から、好ましくは0.8T以下、より好ましくは0.7T以下、更に好ましくは0.6T以下である。

【0077】

工程(i)において、繊維処理剤に浸漬する天然由来繊維は、乾燥していても濡れていてもよい。天然由来繊維を浸漬する繊維処理剤の量は、天然由来繊維の質量に対する浴比で（繊維処理剤の質量 / 天然由来繊維の質量）で、好ましくは2以上、より好ましくは3以上、更に好ましくは5以上、更により好ましくは10以上、更により好ましくは20以上であり、また好ましくは500以下、より好ましくは250以下、更に好ましくは100以下である。

40

すなわち、上記浴比は、好ましくは2～500、より好ましくは3～250、更に好ましくは5～100、更により好ましくは10～100、更により好ましくは20～100である。

【0078】

また、工程(i)では、あらかじめ天然由来繊維をカーラー等で固定し、次いで、加熱下で

50

、本発明の繊維処理剤に浸漬してもよい。このようにすることで、天然由来繊維に対し、形状持続性と高い耐久性に加え、所望の形状を同時に付与することができる。

【0079】

工程(i)における繊維処理剤への天然由来繊維の浸漬は、加熱下において行われ、この加熱は繊維処理剤を加温することで行われる。なお、この加熱は、加熱状態の繊維処理剤に天然由来繊維を浸漬することで行ってもよいが、低温の繊維処理剤に天然由来繊維を浸漬した後加熱することで行ってもよい。繊維処理剤の温度は、成分(A)と成分(B)から形成される水溶性縮合物と天然由来繊維内の繊維構成分子、例えばタンパク質分子との相互作用を大きくし、また天然由来繊維内において成分(A)と成分(B)からなる縮合体同士の縮合・成長反応を促進することで本発明の効果をj得るため、好ましくは20 以上、より好ましくは35 以上、更に好ましくは45 以上であり、また、天然由来繊維が熱により変性を起こし劣化するのを防ぐため、好ましくは100 未満、より好ましくは80 以下、更に好ましくは70 以下、更に好ましくは60 以下である。

10

【0080】

工程(i)における浸漬時間は、調製した直後の濁度1000NTU以下の処理剤を加熱して、処理剤が濁度1000NTUを超えるまでの加熱時間をTと定義した場合、天然由来繊維に対する伸縮性向上効果を発現させる観点から、好ましくは0.3T以上、より好ましくは0.4T以上、更に好ましくは0.5T以上であり、また、天然由来繊維のダメージ抑制のため、好ましくは0.95T以下、より好ましくは0.90T以下、更に好ましくは0.85T以下である。

20

【0081】

具体的な浸漬時間は、使用する加熱温度によって適宜調整されるが、例えば、天然由来繊維に対する伸縮性向上効果を発現させる観点から、好ましくは15分以上、より好ましくは30分以上、更に好ましくは1時間以上であり、また、天然由来繊維のダメージ抑制のため、好ましくは48時間以下、より好ましくは24時間以下、更に好ましくは12時間以下である。

【0082】

工程(i)は、水分の蒸発が抑制される環境下で行われることが好ましい。水分の蒸発を抑制する具体的手段としては、天然由来繊維が浸漬されている繊維処理剤の容器を、水蒸気を透過しない素材でできたフィルム状物質、キャップ、フタ等で覆う方法が挙げられる。

30

【0083】

工程(i)の後、天然由来繊維をすすいでもよく、またすすがなくてもよいが、余剰の重合物による天然由来繊維の感触低下を防ぐ観点から、すすぐ方が好ましい。

【0084】

これらの処理によって、天然由来繊維内に成分(A)及び(B)から生成した水溶性の縮合物が浸透し、天然由来繊維内繊維構成分子、たとえばタンパク質分子との相互作用を生じるものと思われる。また、天然由来繊維内において上記水溶性縮合物同士が縮合してより分子量の大きな縮合物が生成する。これらの縮合物は、天然由来繊維を洗浄した後においても天然由来繊維内に残留するため、本発明の方法により処理された天然由来繊維の形状は、洗浄しても崩れない。

40

【0085】

工程(i)の処理中に処理剤の濁度が上がると、天然由来繊維の表面に硬い樹脂の層が形成され、天然由来繊維の伸縮性(粘り強さ)を高度に維持しづらくなり、また繊維表面の良好な感触を確保しづらくなるため、処理剤の濁度が1000NTUを超える前に天然由来繊維を処理剤から取り出すことが好ましい。処理剤の濁度は、適宜処理剤からサンプルを採取して前述の濁度測定法によって確認することができる。取り出した処理中の天然由来繊維は、処理が不十分な場合には改めて工程(i)を施せばよい。すなわち、工程(i)の後に、下記工程(ii)を含み、工程(i)と工程(ii)を2回以上繰り返すことが好ましい。

(ii) 処理剤の濁度が1000NTUを超える前に天然由来繊維を処理剤から取り出す工程

【0086】

50

上記工程(ii)で天然由来繊維を処理剤から取り出した後は、天然由来繊維の表面をすすぎ、不溶性の縮合物を洗い流すことが好ましい。すなわち、工程(ii)の後に、下記工程(iii)を行うことが好ましい。

(iii) 取り出した天然由来繊維をすすぐ工程

【0087】

工程(iii)のすすぎは、前述の成分(D)を含有する組成物を用いて行うことが望ましい。このすすぎ用組成物としては、成分(D)のみからなるものでもよいが、成分(D)以外に水を含有してもよい。水を含む場合のすすぎ用組成物中における成分(D)の含有量は、好ましくは60質量%以上、より好ましくは80質量%以上、更により好ましくは95%質量%以上である。

10

【0088】

(後架橋処理)

工程(i)～(iii)の後で、更に下記工程(iv)を行ってもよく、これにより天然由来繊維の形状持続性をより向上させることができる。

(iv) 成分(E)及び(C)を含有する後架橋剤に天然由来繊維を浸漬する工程

(E)：ホルムアルデヒド、ホルムアルデヒドの水和物、グリオキシル酸、グリオキシル酸の水和物、グリオキシル酸塩、グリオキサール、グリオキサールの水和物、グルタルアルデヒド、及びグルタルアルデヒドの水和物から選ばれる少なくとも1種のホルムアルデヒド誘導体

(C)：水

20

【0089】

後架橋剤中における成分(E)の含有量は、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上、更に好ましくは1質量%以上であり、また好ましくは60質量%以下、より好ましくは40質量%、更に好ましくは20質量%以下である。

すなわち、後架橋剤中における成分(E)の含有量は、好ましくは0.01～60質量%、より好ましくは0.1～40質量%、更に好ましくは1～20質量%である。

【0090】

更に、後架橋剤には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸、塩酸、有機酸等のpH調整剤を含有することができる。一方で、天然由来繊維の表面感触を向上させる観点から、後架橋剤には、成分(B)のトリアジン誘導体を含まないことが好ましい。

30

【0091】

後架橋剤のpHは、天然由来繊維のダメージを抑制する観点から、好ましくは11.0以下、より好ましくは10.0以下、更に好ましくは9.0以下であり、また、好ましくは2.0以上、より好ましくは3.0以上、更に好ましくは4.0以上である。

すなわち、後架橋剤のpHは、天然由来繊維のダメージを抑制する観点から、好ましくは2.0～11.0、より好ましくは3.0～10.0、更に好ましくは4.0～9.0である。

【0092】

工程(iv)において用いる後架橋剤の温度は、天然由来繊維内に生成した成分(A)と成分(B)の縮合物と天然由来繊維内の繊維構成分子、たとえばタンパク質分子との相互作用を大きくし、本発明の効果(形状持続性・強度)を高める観点から、好ましくは20℃以上、より好ましくは35℃以上、更に好ましくは45℃以上であり、また、天然由来繊維が熱により変性を起こし劣化するのを防ぐ観点から、好ましくは100℃未満、より好ましくは80℃以下、更に好ましくは70℃以下、更に好ましくは60℃以下である。

40

【0093】

工程(iv)において、後架橋剤に浸漬する天然由来繊維は、乾燥していても濡れていてもよい。天然由来繊維を浸漬する後架橋剤の量は、天然由来繊維の質量に対する浴比で(後架橋剤の質量/工程(i)～(iii)で処理された繊維の質量)で、好ましくは2以上、より好ましくは3以上、更に好ましくは5以上、更により好ましくは10以上、更により好ましくは20以上であり、また好ましくは500以下、より好ましくは250以下、更に好ましくは100以下である。

50

すなわち、上記浴比は、好ましくは 2 ~ 500、より好ましくは 3 ~ 250、更に好ましくは 5 ~ 100、更により好ましくは 10 ~ 100、更により好ましくは 20 ~ 100 である。

【 0 0 9 4 】

工程(iv)において後架橋剤への天然由来繊維の浸漬時間は、後架橋剤を天然由来繊維内に浸透・拡散させるため、好ましくは 1 分以上、より好ましくは 3 分以上、更に好ましくは 5 分以上であり、また、好ましくは 5 時間以下、より好ましくは 3 時間以下、更に好ましくは 1 時間以下である。

【 0 0 9 5 】

〔更に追加してもよい処理〕

本発明の繊維処理方法は、前述の工程(i)~(iv)に加え、さらに、脱色、染色、及び疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げ、繊維伸縮性(粘り強さ)のさらなる向上のための加熱処理から選ばれる 1 以上の各処理を追加して行ってもよい。

10

【 0 0 9 6 】

この際、脱色、及び染色の各処理は、前述の工程(i)~(iv)の前に行っても、後に行ってもよく、また、工程(i)~(iv)の各工程の間に行ってもよい。また、複数の処理を組み合わせる追加することもでき、脱色と染色の両方を追加する場合には、染色の前に脱色を行う必要があることを除けば、どの処理を先に行ってもよく、脱色と染色の間に別の処理を行うこともできる。

【 0 0 9 7 】

一方、疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げ、繊維伸縮性(粘り強さ)のさらなる向上のための加熱処理は、前述の工程(i)~(iii)の後に、又は工程(iv)の後架橋剤による処理も併せて行う場合には工程(iv)の後に、行う必要があり、なかでも、工程(iv)の後に更に追加して行うことによって、より良好な結果を得ることができる。また、疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げ、繊維伸縮性(粘り強さ)のさらなる向上のための加熱処理は、上記のとおり工程(i)~(iii)又は工程(iv)の後の段階で行うのであれば、脱色、染色との処理順序は、特に限定されない。

20

【 0 0 9 8 】

(脱色)

脱色は、アルカリ剤、酸化剤及び水を含有する脱色剤組成物に天然由来繊維を浸漬することによって行われる。脱色剤組成物は通常 2 剤型であり、第 1 剤はアルカリ剤及び水を含有し、第 2 剤は酸化剤及び水を含有する。この 2 剤は、通常、別々に保管され、天然由来繊維を浸漬する前に混合される。

30

【 0 0 9 9 】

好適なアルカリ剤としては、例えば、アンモニア及びその塩；アルカノールアミン(モノエタノールアミン、イソプロパノールアミン、2-アミノ-2-メチルプロパノール、2-アミノブタノール等)及びこれらの塩；アルカンジアミン(1,3-プロパンジアミン等)及びその塩；並びに炭酸塩(炭酸グアニジン、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等)；並びにこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

【 0 1 0 0 】

脱色剤組成物(2 剤型の場合、第 1 剤と第 2 剤の混合物)中におけるアルカリ剤の含有量は、好ましくは 0.1 質量%以上、より好ましくは 0.5 質量%以上、更に好ましくは 1 質量%以上であり、また、好ましくは 15 質量%以下、より好ましくは 10 質量%以下、更に好ましくは 7.5 質量%以下である。

40

【 0 1 0 1 】

好適な酸化剤としては、例えば、過酸化水素、過酸化尿素、過酸化メラミン及び臭素酸ナトリウムが挙げられるが、これらに限定されない。これらの酸化剤の中でも過酸化水素が好ましい。

【 0 1 0 2 】

脱色剤組成物中における酸化剤の含有量は、好ましくは 1 質量%以上、より好ましくは 2

50

質量%以上であり、また、好ましくは15質量%以下、より好ましくは12質量%以下、更に好ましくは9質量%以下である。

【0103】

第1剤と第2剤を別々に保管する場合、第2剤の25におけるpHは、好ましくは2以上、より好ましくは2.5以上であり、また、好ましくは6以下、より好ましくは4以下である。このpHは好適な緩衝剤で調整することができる。脱色剤組成物の25におけるpHは、好ましくは6以上、より好ましくは6.5以上、更に好ましくは6.8以上であり、また、好ましくは11以下、より好ましくは10.5以下、更に好ましくは10以下である。

【0104】

(染色)

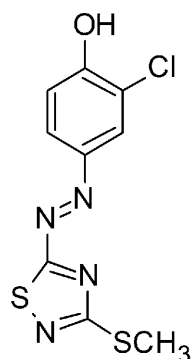
染色は、染色剤組成物に天然由来繊維を浸漬することによって行われる。染色剤組成物は、染料を含有し、任意にアルカリ剤又は酸、酸化剤等を含有することができる。染料としては、直接染料、酸化染料及びこれらの組合せが挙げられる。

【0105】

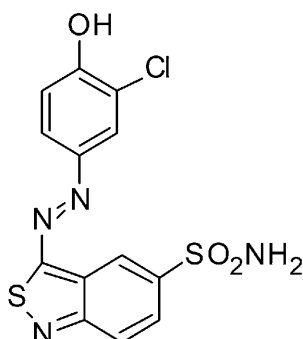
直接染料の種類は特に限定されず、染色に適した任意の直接染料を使用することができる。直接染料の例としては、アニオン染料、ニトロ染料、分散染料、カチオン染料、並びに下記のHCレッド18、HCブルー18及びHCイエロー16からなる群より選択されるアゾフェノール構造を有する染料、並びにこれらの塩、並びにこれらの混合物が挙げられる。

【0106】

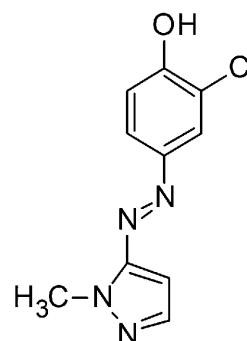
【化5】



HC レッド18



HC ブルー18



HC イエロー16

【0107】

カチオン染料としては、例えば、ベーシックブルー6、ベーシックブルー7、ベーシックブルー9、ベーシックブルー26、ベーシックブルー41、ベーシックブルー99、ベーシックブラウン4、ベーシックブラウン16、ベーシックブラウン17、ナチュラルブラウン7、ベーシックグリーン1、ベーシックオレンジ31、ベーシックレッド2、ベーシックレッド12、ベーシックレッド22、ベーシックレッド51、ベーシックレッド76、ベーシックバイオレット1、ベーシックバイオレット2、ベーシックバイオレット3、ベーシックバイオレット10、ベーシックバイオレット14、ベーシックイエロー57及びベーシックイエロー87並びにこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。ベーシックレッド51、ベーシックオレンジ31、ベーシックイエロー87及びこれらの混合物が特に好ましい。

【0108】

アニオン染料としては、例えば、アシッドブラック1、アシッドブルー1、アシッドブルー3、フードブルー5、アシッドブルー7、アシッドブルー9、アシッドブルー74、アシッドオレンジ3、アシッドオレンジ4、アシッドオレンジ6、アシッドオレンジ7、アシッドオレンジ10、アシッドレッド1、アシッドレッド14、アシッドレッド18、アシッドレッド27、アシッドレッド33、アシッドレッド50、アシッドレッド52、アシッド

レッド73、アシッドレッド87、アシッドレッド88、アシッドレッド92、アシッドレッド155、アシッドレッド180、アシッドバイオレット2、アシッドバイオレット9、アシッドバイオレット43、アシッドバイオレット49、アシッドイエロー1、アシッドイエロー10、アシッドイエロー23、アシッドイエロー3、フードイエローNo.8、D&CブラウンNo.1、D&CグリーンNo.5、D&CグリーンNo.8、D&CオレンジNo.4、D&CオレンジNo.10、D&CオレンジNo.11、D&CレッドNo.21、D&CレッドNo.27、D&CレッドNo.33、D&Cバイオレット2、D&CイエローNo.7、D&CイエローNo.8、D&CイエローNo.10、FD&Cレッド2、FD&Cレッド40、FD&CレッドNo.4、FD&CイエローNo.6、FD&Cブルー1、フードブラック1、フードブラック2、並びにこれらのアルカリ金属塩（ナトリウム塩、カリウム塩等）及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。 10

【0109】

これらの中でも好ましいアニオン染料は、アシッドブラック1、アシッドレッド52、アシッドバイオレット2、アシッドバイオレット43、アシッドレッド33、アシッドオレンジ4、アシッドオレンジ7、アシッドレッド27、アシッドイエロー3及びアシッドイエロー10並びにこれらの塩である。より好ましいアニオン染料は、アシッドレッド52、アシッドバイオレット2、アシッドレッド33、アシッドオレンジ4及びアシッドイエロー10並びにこれらの塩及び混合物である。

【0110】

ニトロ染料としては、例えば、HCブルーNo.2、HCブルーNo.4、HCブルーNo.5、HCブルーNo.6、HCブルーNo.7、HCブルーNo.8、HCブルーNo.9、HCブルーNo.10、HCブルーNo.11、HCブルーNo.12、HCブルーNo.13、HCブラウンNo.1、HCブラウンNo.2、HCグリーンNo.1、HCオレンジNo.1、HCオレンジNo.2、HCオレンジNo.3、HCオレンジNo.5、HCレッドBN、HCレッドNo.1、HCレッドNo.3、HCレッドNo.7、HCレッドNo.8、HCレッドNo.9、HCレッドNo.10、HCレッドNo.11、HCレッドNo.13、HCレッドNo.54、HCレッドNo.14、HCバイオレットBS、HCバイオレットNo.1、HCバイオレットNo.2、HCイエローNo.2、HCイエローNo.4、HCイエローNo.5、HCイエローNo.6、HCイエローNo.7、HCイエローNo.8、HCイエローNo.9、HCイエローNo.10、HCイエローNo.11、HCイエローNo.12、HCイエローNo.13、HCイエローNo.14、HCイエローNo.15、2-アミノ-6-クロロ-4-ニトロフェノール、ピクラミン酸、1,2-ジアミノ-4-ニトロベンゾール、1,4-ジアミノ-2-ニトロベンゾール、3-ニトロ-4-アミノフェノール、1-ヒドロキシ-2-アミノ-3-ニトロベンゾール及び2-ヒドロキシエチルピクラミン酸並びにこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。 20 30

【0111】

分散染料としては、例えば、ディスパースブルー1、ディスパースブラック9及びディスパースバイオレット1及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

【0112】

これらの直接染料は、単独で又は2種以上を組み合わせ使用することができ、イオン性が異なる直接染料を併用することもできる。

【0113】

染色剤組成物中における直接染料の含有量は、十分な染色性を得る観点から、好ましくは0.001質量%以上、より好ましくは0.01質量%以上、更に好ましくは0.05質量%以上であり、また、配合性の観点から、好ましくは10質量%以下、より好ましくは7.5質量%以下、更に好ましくは5.0質量%以下、更に好ましくは3.0質量%以下である。 40

【0114】

染色剤組成物が染料として直接染料のみを含む場合は、天然由来繊維を染色するために酸化剤は不要であるが、天然由来繊維の色を明るくしたい場合は、酸化剤を組成物中に含有させることもできる。

【0115】

染色剤組成物が酸化染料を含む場合、通常は2剤型となり、第1剤は、酸化染料中間体（ 50

ブレカーサー及びカブラー) 及びアルカリ剤を含み、第2剤は過酸化水素等の酸化剤を含む。この2剤は、通常、別々に保管され、天然由来繊維を浸漬する前に混合される。

【0116】

酸化染料中間体としては、特に制限はなく、染色製品に通常使用されている公知のいずれかのブレカーサー及びカブラーを好適に使用することができる。

【0117】

ブレカーサーとしては、例えば、パラフェニレンジアミン、トルエン-2,5-ジアミン、2-クロロ-パラフェニレンジアミン、N-メトキシエチル-パラフェニレンジアミン、N-フェニルパラフェニレンジアミン、N,N-ビス(2-ヒドロキシエチル)-パラフェニレンジアミン、2-(2-ヒドロキシエチル)-パラフェニレンジアミン、2,6-ジメチル-パラフェニレンジアミン、4,4'-ジアミノジフェニルアミン、1,3-ビス(N-(2-ヒドロキシエチル)-N-(4-アミノフェニル)アミノ)-2-プロパノール、PEG-3,3,2'-パラフェニレンジアミン、パラアミノフェノール、パラメチルアミノフェノール、3-メチル-4-アミノフェノール、2-アミノメチル-4-アミノフェノール、2-(2-ヒドロキシエチルアミノメチル)-4-アミノフェノール、オルトアミノフェノール、2-アミノ-5-メチルフェノール、2-アミノ-6-メチルフェノール、2-アミノ-5-アセトアミドフェノール、3,4-ジアミノ安息香酸、5-アミノサリチル酸、2,4,5,6-テトラアミノピリミジン、2,5,6-トリアミノ-4-ヒドロキシピリミジン、4,5-ジアミノ-1-(4'-クロロベンジル)ピラゾール、4,5-ジアミノ-1-ヒドロキシエチルピラゾール並びにこれらの物質の塩及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

10

20

【0118】

カブラーとしては、例えば、メタフェニレンジアミン、2,4-ジアミノフェノキシエタノール、2-アミノ-4-(2-ヒドロキシエチルアミノ)アニソール、2,4-ジアミノ-5-メチルフェネトール、2,4-ジアミノ-5-(2-ヒドロキシエトキシ)トルエン、2,4-ジメトキシ-1,3-ジアミノベンゼン、2,6-ビス(2-ヒドロキシエチルアミノ)トルエン、2,4-ジアミノ-5-フルオロトルエン、1,3-ビス(2,4-ジアミノフェノキシ)プロパン、メタアミノフェノール、2-メチル-5-アミノフェノール、2-メチル-5-(2-ヒドロキシエチルアミノ)フェノール、2,4-ジクロロ-3-アミノフェノール、2-クロロ-3-アミノ-6-メチルフェノール、2-メチル-4-クロロ-5-アミノフェノール、N-シクロペンチル-メタアミノフェノール、2-メチル-4-メトキシ-5-(2-ヒドロキシエチルアミノ)フェノール、2-メチル-4-フルオロ-5-アミノフェノール、パラアミノオルトクレゾール、レゾルシン、2-メチルレゾルシン、4-クロレゾルシン、1-ナフトール、1,5-ジヒドロキシナフタレン、1,7-ジヒドロキシナフタレン、2,7-ジヒドロキシナフタレン、2-イソプロピル-5-メチルフェノール、4-ヒドロキシインドール、5-ヒドロキシインドール、6-ヒドロキシインドール、7-ヒドロキシインドール、6-ヒドロキシベンゾモルホリン、3,4-メチレンジオキシフェノール、2-プロモ-4,5-メチレンジオキシフェノール、3,4-メチレンジオキシアニリン、1-(2-ヒドロキシエチル)アミノ-3,4-メチレンジオキシベンゼン、2,6-ジヒドロキシ-3,4-ジメチルピリジン、2,6-ジメトキシ-3,5-ジアミノピリジン、2,3-ジアミノ-6-メトキシピリジン、2-メチルアミノ-3-アミノ-6-メトキシピリジン、2-アミノ-3-ヒドロキシピリジン、2,6-ジアミノピリジン並びにこれらの物質の塩及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

30

40

【0119】

染色剤組成物中におけるブレカーサー及びカブラーの含有量は、それぞれ、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上であり、また、好ましくは10質量%以下、より好ましくは7.5質量%以下、更に好ましくは5質量%以下である。

【0120】

染色剤組成物が酸化染料を含む場合には、更にアルカリ剤を含む。好適なアルカリ剤としては、例えば、アンモニア及びその塩；アルカノールアミン（モノエタノールアミン、イソプロパノールアミン、2-アミノ-2-メチルプロパノール、2-アミノブタノール等）及びこれらの塩；アルカンジアミン（1,3-プロパンジアミン等）及びその塩；並びに炭酸塩

50

(炭酸グアニジン、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等)；並びにこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

【0121】

染色剤組成物中におけるアルカリ剤の含有量は、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、更に好ましくは1質量%以上であり、また、好ましくは15質量%以下、より好ましくは10質量%以下、更に好ましくは7.5質量%以下である。

【0122】

染色剤組成物が酸化染料を含む場合における酸化剤を含む組成物(第2剤)は、酸化染料を含む組成物(第1剤)とは別に保管され、天然由来繊維を浸漬する前に混合される。好適な酸化剤としては、例えば、過酸化水素、過酸化尿素、過酸化メラミン及び臭素酸ナトリウムが挙げられるが、これらに限定されない。これらの酸化剤の中でも過酸化水素が好ましい。

10

【0123】

染色剤組成物中における酸化剤の含有量は、好ましくは1質量%以上、より好ましくは2質量%以上であり、また、好ましくは15質量%以下、より好ましくは12質量%以下、更に好ましくは9質量%以下である。

【0124】

第1剤と第2剤を別々に保管を行う場合、第2剤の25におけるpHは、好ましくは2以上、より好ましくは2.5以上であり、また、好ましくは6以下、より好ましくは4以下である。このpHは好適な緩衝剤で調整することができる。第1剤と第2剤を混合してなる染色剤組成物の25におけるpHは、好ましくは6以上、より好ましくは6.5以上、更に好ましくは6.8以上であり、また、好ましくは11以下、より好ましくは10.5以下、更に好ましくは10以下である。

20

【0125】

染色剤組成物が酸化染料を含む場合、前に例示した直接染料を更に含むこともできる。

【0126】

染色剤組成物は、好適には、更に以下に示す界面活性剤、コンディショニング成分等を含むことができ、好適には、溶液、エマルジョン、クリーム、ペースト及びムースの形態をとることができる。

【0127】

染色剤組成物の温度は、染色剤組成物を天然由来繊維内部に効率よく浸透・拡散させ、染色の効果をより高める観点から、好ましくは0以上、より好ましくは10以上、更に好ましくは20以上であり、また、好ましくは90以下、より好ましくは80以下である。

30

【0128】

(疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げ)

疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げは、前述の工程(i)~(iii)の後の段階で、工程(iv)の後架橋剤による処理を行う場合には工程(iv)の後の段階で、以下に示す表面仕上げ剤に天然由来繊維を浸漬することによって行われる。

【0129】

表面仕上げ剤は、以下の成分(F)及び(C)を含有する。

(F) 以下の化合物(a)~(d)の反応産物であるエポキシアミノシランコポリマー

(a) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリシロキサン

(b) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリエーテル

(c) アミノプロピルトリアルコキシシラン

(d) 以下の第一級及び第二級アミンからなる群より選択される化合物

・第一級アミン：メチルアミン、エチルアミン、プロピレンアミン、エタノールアミン、イソプロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシルアミン、ドデシルアミン、オレイルアミン、アニリン、アミノプロピルトリメチルシラン、アミノプロピルトリエチルシラン、アミノモルホリン、アミノプロピルジエチルアミン、ベンジルアミン、ナ

40

50

フチルアミン、3-アミノ-9-エチルカルバゾール、1-アミノヘプタフロロヘキサン、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペンタデカフルオロ-1-オクタンアミン

・第二級アミン：メチルエチルアミン、メチルオクタデシルアミン、ジエタノールアミン、ジベンジルアミン、ジヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ピペリジン、ピロリジンフタルイミド、ポリマーアミン

(C) 水

【0130】

〔成分(F)：エポキシアミノシランコポリマー〕

成分(F)のエポキシアミノシランコポリマーは、以下に示す化合物(a)～(d)の反応産物である。

10

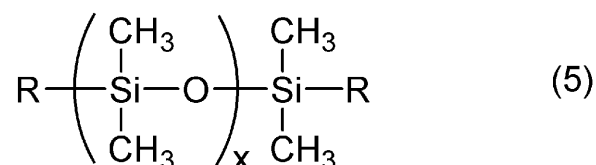
【0131】

<化合物(a)、(b)>

化合物(a)は、少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を含有するポリシロキサンであり、例えば、次の一般式(5)で表されるものが挙げられる。

【0132】

【化6】



20

【0133】

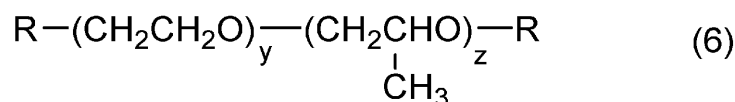
〔式中、Rは末端にオキシラニル基又はオキセタニル基を有する、ヘテロ原子を含んでもよい炭素数1～6の炭化水素基を示し、xは1～1000の数を示す。〕

【0134】

化合物(b)は、少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を含有するポリエーテルであり、例えば、次の一般式(6)で表されるものが挙げられる。

【0135】

【化7】



30

【0136】

〔式中、Rは前記と同じ意味を示し、yは1～100、zは0～100であってy+zが1～200となる数を示す。〕

【0137】

一般式(5)及び(6)において、Rが含んでもよいヘテロ原子としては酸素原子が好ましい。Rとしてはオキシラニルメチル基(グリシジル基)、オキシラニルメトキシ基(グリシジルオキシ基)、オキシラニルメトキシプロピル基(グリシジルオキシプロピル基)、オキセタニルメチル基、オキセタニルメトキシ基、オキセタニルメトキシプロピル基、3-エチルオキセタニルメチル基等が挙げられ、なかでも、オキシラニル基を有する、ヘテロ酸素原子を含んでもよい炭素数1～4の炭化水素基が好ましく、オキシラニルメチル基(グリシジル基)、オキシラニルメトキシ基(グリシジルオキシ基)、オキシラニルメトキシプロピル基(グリシジルオキシプロピル基)から選ばれる少なくとも1種が更に好ましい。

40

【0138】

<化合物(c)>

化合物(c)は、アミノプロピルトリアルコキシシランである。化合物(c)におけるアルコ

50

キシ基としては、炭素数 1 ~ 6 のものが挙げられ、炭素数 2 ~ 4 のもの、更には炭素数 3 のものが好ましく、なかでもイソプロポキシ基が好ましい。化合物(c)としては、アミノプロピルトリメトキシシラン、アミノプロピルトリエトキシシラン、アミノプロピルトリプロポキシシラン、アミノプロピルトリイソプロポキシシラン、アミノプロピルトリブトキシシラン、アミノプロピルトリtert-ブトキシシランが挙げられ、なかでもアミノプロピルトリイソプロポキシシランが好ましい。化合物(c)は、いずれかを単独で又は 2 種以上を組み合わせ使用することができる。

【 0 1 3 9 】

< 化合物(d) >

化合物(d)は、以下の第一級及び第二級アミンからなる群より選択される化合物である。

10

・第一級アミン：メチルアミン、エチルアミン、プロピレンアミン、エタノールアミン、イソプロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシルアミン、ドデシルアミン、オレイルアミン、アニリン、アミノプロピルトリメチルシラン、アミノプロピルトリエチルシラン、アミノモルホリン、アミノエチルジメチルアミン、アミノエチルジエチルアミン、アミノエチルジブチルアミン、アミノプロピルジメチルアミン、アミノプロピルジエチルアミン、アミノプロピルジブチルアミン、ベンジルアミン、ナフチルアミン、3-アミノ-9-エチルカルバゾール、1-アミノヘプタフロロヘキサン、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペンタデカフルオロ-1-オクタンアミン

・第二級アミン：メチルエチルアミン、メチルオクタデシルアミン、ジエタノールアミン、ジベンジルアミン、ジヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ピペリジン、ピロリジンフタルイミド、ポリマーアミン

20

【 0 1 4 0 】

これらのうち、第一級アミンが好ましく、アミノプロピルジエチルアミン、アミノプロピルジメチルアミン、アミノプロピルジブチルアミンから選ばれる 1 種が更に好ましい。化合物(d)は、いずれかを単独で又は 2 種以上を組み合わせ使用することができる。

【 0 1 4 1 】

化合物(a) ~ (d)の反応は、例えば、イソプロパノール等の溶媒中で一定時間還流することによって行われる。ここで、化合物(a)及び(b)のオキシラニル基又はオキシタニル基の化合物(c)のアミノ基に対するモル比は、好ましくは 1 以上、より好ましくは 1.1 以上、更に好ましくは 1.2 以上であり、また、好ましくは 4 以下、より好ましくは 3.9 以下、更に好ましくは 3.8 以下である。

30

【 0 1 4 2 】

成分(F)としては、ポリシリコーン-29のINCI名を有するものが挙げられ、その市販品の例としては、モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ社のSilsoft CLX-E (有効分15質量%、ジプロピレングリコール及び水を含む)が挙げられる。

【 0 1 4 3 】

表面仕上げ剤中における成分(F)の含有量は、天然由来繊維に十分な疎水性を与える観点から、好ましくは 0.01 質量%以上、より好ましくは 0.05 質量%以上、更に好ましくは 0.10 質量%以上、更に好ましくは 0.20 質量%以上であり、また、べたついた感触を与えない観点から、好ましくは 15.00 質量%以下、より好ましくは 10.00 質量%以下、更に好ましくは 8.00 質量%以下、更に好ましくは 6.00 質量%以下である。

40

【 0 1 4 4 】

[pH調整剤]

表面仕上げ剤の 25 における pH は、酸性領域又は塩基性領域において成分(F)のトリアルコキシシラン部の反応速度を高める観点から、以下の範囲が好ましい。表面仕上げ剤を酸性領域とする場合は、好ましくは 1.0 以上、より好ましくは 1.5 以上、更に好ましくは 2.0 以上であって、好ましくは 5.0 以下、より好ましくは 4.0 以下、更に好ましくは 3.5 以下である。また、表面仕上げ剤を塩基性領域とする場合は、好ましくは 7.0 以上、より好ましくは 7.5 以上、更に好ましくは 8.0 以上であって、好ましくは 11.0 以下、より好ましくは 10.5 以下、更に好ましくは 10.0 以下である。表面仕上げ剤の pH を上記範囲に調

50

整するために、表面仕上げ剤には、適宜pH調整剤を含有することができる。pH調整剤としては、アルカリ剤として、モノエタノールアミン、イソプロパノールアミン、2-アミノ-2-メチルプロパノール、2-アミノブタノール等のアルカノールアミン又はその塩；1,3-プロパンジアミン等のアルカンジアミン又はその塩；炭酸グアニジン、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等の炭酸塩；水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の水酸化物等を使用することができる。また、酸剤として、塩酸、リン酸等の無機酸、塩酸モノエタノールアミン等の塩酸塩；リン酸二水素一カリウム、リン酸一水素二ナトリウム等のリン酸塩、乳酸、リンゴ酸等の有機酸等を使用することができる。

【0145】

10

天然由来繊維を浸漬する表面仕上げ剤の量は、天然由来繊維の質量に対する浴比（表面仕上げ剤の質量／天然由来繊維の質量）で、好ましくは2以上、より好ましくは5以上、更に好ましくは10以上であり、また好ましくは100以下、より好ましくは50以下、更に好ましくは20以下である。

【0146】

（後加熱：繊維伸縮性（粘り強さ）のさらなる向上のための加熱処理）

更に天然由来繊維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、天然由来繊維にテンションをかけて延伸しながら加熱することができる。この加熱には、天然由来繊維が小規模量であればヘアアイロンを用いることが好ましく、大規模量であれば巻き取り機でテンションをかけながら温風加熱するなどにより、同等の結果を得ることができる。

20

【0147】

加熱時の繊維延伸率は、繊維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、好ましくは0.1%以上、より好ましくは0.2%以上、更に好ましくは0.5%以上であり、また、繊維へのダメージ抑制の観点から、好ましくは10%以下、より好ましくは5%以下、更に好ましくは2%以下である。

【0148】

加熱温度は、繊維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、好ましくは120 以上、より好ましくは140 以上、更に好ましくは160 以上であり、また、繊維へのダメージ抑制の観点から、好ましくは240 以下、より好ましくは220 以下、更に好ましくは200 以下である。

30

【0149】

加熱時間は、繊維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、好ましくは1秒以上、より好ましくは3秒以上、更に好ましくは5秒以上であり、また、繊維へのダメージ抑制の観点から、好ましくは60秒以下、より好ましくは30秒以下、更に好ましくは20秒以下である。

【0150】

加熱後、繊維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、天然由来繊維に対しテンションをかけて延伸しながら、水中に静置することができる。

【0151】

この際の延伸率は、繊維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、好ましくは0.1%以上、より好ましくは0.2%以上、更に好ましくは0.5%以上であり、また、繊維へのダメージ抑制の観点から、好ましくは10%以下、より好ましくは5%以下、更に好ましくは2%以下である。

40

【0152】

水温は、繊維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、好ましくは5 以上、より好ましくは20 以上、更に好ましくは30 以上であり、また、繊維へのダメージ抑制の観点から、好ましくは80 以下、より好ましくは60 以下、更に好ましくは50 以下である。

【0153】

水中での静置時間は、繊維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、好ましくは1分

50

以上、より好ましくは５分以上、更に好ましくは３０分以上であり、また、繊維へのダメージ抑制の観点から、好ましくは４８時間以下、より好ましくは２４時間以下、更に好ましくは３時間以下である。

【０１５４】

この操作により、工程(i)～(iii)の重合条件次第では、繊維乾燥時において人毛に匹敵する伸縮性まで到達させることができる。

【０１５５】

以上の繊維処理方法によって、天然由来繊維を処理することにより、繊維内に成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有することで、形状持続性、引張弾性率に優れ、天然由来繊維の伸縮性（粘り強さ）を高度に改善した頭飾製品用繊維を製造することができ、また、当該繊維を用いてかつらを製造することができる。

なお、本発明において頭飾製品としては、例えば、ヘアーウィッグ、かつら、ウィーピング、ヘアーエクステンション、ブレードヘアー、ヘアーアクセサリー、ドールヘアー等が挙げられる。

【０１５６】

以上述べた実施形態に関し、以下に本発明の好ましい態様を更に開示する。

【０１５７】

< １ >

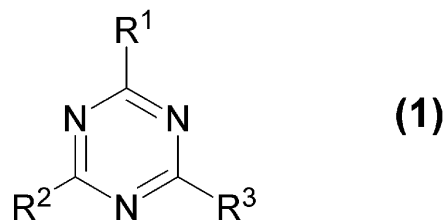
以下の成分(A)及び(B)から生成する縮合物、並びに成分(C)を含有し、成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が１質量％超であり、濁度が１０００NTU以下である、繊維処理剤。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【０１５８】

【化８】



30

【０１５９】

〔式中、 $R^1 \sim R^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数１以上６以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数１以上６以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。〕

(C)：水

【０１６０】

< ２ >

繊維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量が、好ましくは０．１質量％以上、より好ましくは１質量％以上、更に好ましくは１．５質量％以上、更により好ましくは３質量％以上、更により好ましくは５質量％以上であり、また、好ましくは６０質量％以下、より好ましくは５０質量％以下、更に好ましくは４０質量％以下、更により好ましくは３５質量％以下、更により好ましくは３０質量％以下である、< １ >に記載の繊維処理剤。

【０１６１】

< ３ >

成分(B)が、好ましくはメラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン、トリメチロールメラミン、ベンゾグアナミン、アセトグアナミン、２，４-ジアミノ-１，３，５-ト

50

リアジン、アンメリン、及び2-クロロ-4,6-ジアミノ-1,3,5-トリアジンから選ばれる少なくとも1種、より好ましくはメラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン及びトリメチロールメラミンから選ばれる少なくとも1種、更に好ましくはメラミンである、＜1＞又は＜2＞に記載の繊維処理剤。

【0162】

＜4＞

繊維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素の含有量が、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは1質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上であり、また、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、更により好ましくは35質量%以下、更により好ましくは30質量%以下である、＜1＞～＜3＞のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

【0163】

＜5＞

繊維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が、好ましくは2.5質量%以上、より好ましくは5質量%以上、更に好ましくは10質量%以上であり、また、好ましくは80質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは60質量%以下、更により好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下である、＜1＞～＜4＞のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

【0164】

＜6＞

成分(B)に由来する構成要素に対する成分(A)に由来する構成要素のモル比(A)/(B)が、好ましくは0.005以上、より好ましくは0.01以上、更に好ましくは0.05以上、更により好ましくは0.1以上であり、また、好ましくは5未満、より好ましくは4以下、更に好ましくは3以下、更により好ましくは2以下である、＜1＞～＜5＞のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

【0165】

＜7＞

成分(A)及び(B)から生成する縮合物の含有量が、好ましくは1質量%超、より好ましくは1.5質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上、更により好ましくは10質量%以上であり、また、好ましくは80質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは60質量%以下、更により好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下である、＜1＞～＜6＞のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

【0166】

＜8＞

(C)水を媒体とし、成分(C)の含有量が、好ましくは10質量%以上、より好ましくは20質量%以上、更に好ましくは30質量%以上、更により好ましくは40質量%以上であり、また好ましくは99質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下、更により好ましくは90質量%以下である、＜1＞～＜7＞のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

【0167】

＜9＞

好ましくは、更に以下の成分(D)を含有する、＜1＞～＜8＞のいずれか1項に記載の繊維処理剤。

(D)：ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16\text{MPa}^{1/2}$ 以上 $40\text{MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）

【0168】

＜10＞

成分(D)が、好ましくは一価アルコール、二価アルコール、二価アルコール誘導体、三価以上の多価アルコール、ラクタム、イミダゾリジノン、ピリミジノン、ラクトン、アルキ

レンカーボネート及び汎用有機溶剤から選ばれる少なくとも１種、より好ましくは二価アルコール、ラクタム及びイミダゾリジノンから選ばれる少なくとも１種、更に好ましくはジエチレングリコール、トリエチレングリコール、N-メチルピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン及びDMDMヒダントインから選ばれる少なくとも１種である、＜ 9 ＞に記載の繊維処理剤。

【 0 1 6 9 】

< 11 >

成分(D)のハンセンの溶解度パラメータのSP値が、好ましくは $35.8 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下、より好ましくは $34.7 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下、更に好ましくは $29.2 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下であり、また、好ましくは $17.8 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上、より好ましくは $21.1 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上、更に好ましくは $22.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上である、＜ 9 ＞又は＜ 10 ＞に記載の繊維処理剤。

10

【 0 1 7 0 】

< 12 >

好ましくは、更にカチオン性界面活性剤を含有する、＜ 1 ＞～＜ 11 ＞のいずれか１項に記載の繊維処理剤。

【 0 1 7 1 】

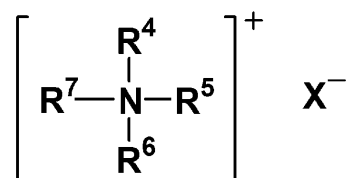
< 13 >

カチオン性界面活性剤が、好ましくは１個の炭素数 8 ～ 24 のアルキル基及び 3 個の炭素数 1 ～ 4 のアルキル基を有するモノ長鎖アルキル四級アンモニウム塩、より好ましくは下記一般式

20

【 0 1 7 2 】

【 化 9 】



【 0 1 7 3 】

〔 式中、 R^4 は炭素数 8 ～ 22 の飽和若しくは不飽和の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、 $\text{R}^8 - \text{CO} - \text{NH} - (\text{CH}_2)_m -$ 又は $\text{R}^8 - \text{CO} - \text{O} - (\text{CH}_2)_m -$ （ R^8 は炭素数 7 ～ 21 の飽和又は不飽和の直鎖又は分岐鎖のアルキル鎖を示し、 m は 1 ～ 4 の整数を示す）を示し、 R^5 、 R^6 及び R^7 は独立して、炭素数 1 ～ 4 のアルキル基、炭素数 1 ～ 4 のヒドロキシアルキル基を示し、 X^- は塩化物イオン、臭化物イオン、メトサルフェートイオン又はエトサルフェートイオンを示す。〕

30

で表される化合物から選ばれる少なくとも１種、更に好ましくはセチルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘントリモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムプロミド及びステアラミドプロピルトリモニウムクロリドから選ばれる少なくとも１種である、＜ 12 ＞に記載の繊維処理剤。

【 0 1 7 4 】

< 14 >

カチオン性界面活性剤の含有量が、好ましくは 0.05 質量％以上、より好ましくは 0.10 質量％以上であり、また、好ましくは 10 質量％以下、より好ましくは 5 質量％以下である、＜ 12 ＞又は＜ 13 ＞に記載の繊維処理剤。

40

【 0 1 7 5 】

< 15 >

好ましくは、更にシリコーン、より好ましくはジメチルポリシロキサン及びアミノ変性シリコーンから選ばれる１種以上を含有する、＜ 1 ＞～＜ 14 ＞のいずれか１項に記載の繊維処理剤。

【 0 1 7 6 】

50

< 16 >

シリコンの含有量が、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.2質量%以上、更に好ましくは0.5質量%以上であり、また、好ましくは20質量%以下、より好ましくは10質量%以下、更に好ましくは5質量%以下である、< 15 >に記載の繊維処理剤。

【 0 1 7 7 】

< 17 >

好ましくは、更にカチオン性ポリマーを含有する、< 1 > ~ < 16 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤。

【 0 1 7 8 】

< 18 >

カチオン性ポリマーの含有量が、好ましくは0.001質量%以上、より好ましくは0.01質量%以上、更に好ましくは0.05質量%以上であり、また、好ましくは20質量%以下、より好ましくは10質量%以下である、< 17 > に記載の繊維処理剤。

【 0 1 7 9 】

< 19 >

濁度が、好ましくは500NTU以下、より好ましくは100NTU以下、更に好ましくは20NTU以下である、< 1 > ~ < 18 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤。

【 0 1 8 0 】

< 20 >

pHが、好ましくは3.0以上、より好ましくは3.5以上、更に好ましくは4.0以上、更に好ましくは4.5以上であり、また、好ましくは12.0以下、より好ましくは11.0以下、更に好ましくは10.0以下、更に好ましくは9.0以下である、< 1 > ~ < 19 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤。

【 0 1 8 1 】

< 21 >

好ましくは天然由来繊維用、より好ましくは天然の動植物から採取した繊維用、又はケラチン、コラーゲン、カゼイン、大豆、落花生、トウモロコシ、絹屑若しくは絹フィブロインを原料として人工的に製造された繊維用、更に好ましくはコラーゲンを原料とする再生コラーゲン繊維及び絹フィブロインを原料とする再生絹繊維から選ばれる再生蛋白質繊維用、更により好ましくは再生コラーゲン繊維用の処理剤である、< 1 > ~ < 20 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤。

【 0 1 8 2 】

< 22 >

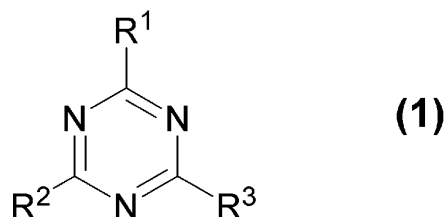
以下の成分(A)~(C)を含有し、成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要素の合計が1質量%超である組成物を、濁度が1000NTU以下となるまで加熱する、繊維処理剤の製造方法。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体との縮合物

【 0 1 8 3 】

【 化 1 0 】



【 0 1 8 4 】

〔式中、 $R^1 \sim R^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分

10

20

30

40

50

岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

(C) : 水

【 0 1 8 5 】

< 23 >

加熱温度が、好ましくは 85 以上、より好ましくは 88 以上、更に好ましくは 90 以上であり、また、好ましくは 120 以下、より好ましくは 115 以下、更に好ましくは 110 以下である、< 22 > に記載の繊維処理剤の製造方法。

【 0 1 8 6 】

< 24 >

加熱時間が、好ましくは 1 分以上、より好ましくは 5 分以上、また、好ましくは 20 分以下、より好ましくは 15 分以下である、< 22 > 又は < 23 > に記載の繊維処理剤の製造方法。

【 0 1 8 7 】

< 25 >

加熱時における pH が、好ましくは 7.0 以上、より好ましくは 8.0 以上、更に好ましくは 9.0 以上であり、また、好ましくは 13.0 以下、より好ましくは 12.0 以下、更に好ましくは 11.0 以下である、< 22 > ~ < 24 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤の製造方法。

【 0 1 8 8 】

< 26 >

繊維処理剤が、好ましくは天然由来繊維用、より好ましくは天然の動植物から採取した繊維用、又はケラチン、コラーゲン、カゼイン、大豆、落花生、トウモロコシ、絹屑若しくは絹フィブロインを原料として人工的に製造された繊維用、更に好ましくはコラーゲンを原料とする再生コラーゲン繊維、及び絹フィブロインを原料とする再生絹繊維から選ばれる再生蛋白質繊維用、更により好ましくは再生コラーゲン繊維用の処理剤である、< 22 > ~ < 25 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤の製造方法。

【 0 1 8 9 】

< 27 >

下記工程(i)を含む繊維処理方法。

(i) < 1 > ~ < 21 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤に、繊維を浸漬し、前記処理剤の濁度が 1000 NTU 以下である状態を維持したまま処理する工程

【 0 1 9 0 】

< 28 >

好ましくは工程(i)の前に下記工程(0)を行う、< 27 > に記載の繊維処理方法。

(0) 繊維処理剤を加熱する工程

【 0 1 9 1 】

< 29 >

工程(0)における加熱時間が、調製した直後の濁度 1000 NTU 以下の処理剤を加熱して処理剤が濁度 1000 NTU を超えるまでの加熱時間を T と定義した場合、好ましくは 0.2 T 以上、より好ましくは 0.3 T 以上、更に好ましくは 0.4 T 以上であり、また、好ましくは 0.8 T 以下、より好ましくは 0.7 T 以下、更に好ましくは 0.6 T 以下である、< 28 > に記載の繊維処理方法。

【 0 1 9 2 】

< 30 >

工程(i)において繊維を浸漬する繊維処理剤の量が、繊維の質量に対する浴比で(繊維処理剤の質量 / 繊維の質量)で、好ましくは 2 以上、より好ましくは 3 以上、更に好ましくは 5 以上、更により好ましくは 10 以上、更により好ましくは 20 以上であり、また好ましくは 500 以下、より好ましくは 250 以下、更に好ましくは 100 以下である、< 27 > ~ < 29 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法。

【 0 1 9 3 】

10

20

30

40

50

< 31 >

工程(i)における繊維処理剤の温度が、好ましくは20 以上、より好ましくは35 以上、更に好ましくは45 以上であり、また、好ましくは100 未満、より好ましくは80 以下、更に好ましくは70 以下、更に好ましくは60 以下である、< 27 > ~ < 30 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法。

【 0 1 9 4 】

< 32 >

工程(i)における浸漬時間が、調製した直後の濁度1000NTU以下の処理剤を加熱して処理剤が濁度1000NTUを超えるまでの加熱時間をTと定義した場合、好ましくは0.3T以上、より好ましくは0.4T以上、更に好ましくは0.5T以上であり、また、好ましくは0.95T以下、より好ましくは0.90T以下、更に好ましくは0.85T以下である、< 27 > ~ < 31 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法。

10

【 0 1 9 5 】

< 33 >

好ましくは、工程(i)の後に下記工程(ii)を行い、工程(i)と工程(ii)を2回以上繰り返す、< 27 > ~ < 32 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法。

(ii) 処理剤の濁度が1000NTUを超える前に繊維を処理剤から取り出す工程

【 0 1 9 6 】

< 34 >

好ましくは、工程(ii)の後に下記工程(iii)を行う、< 33 > に記載の繊維処理方法。

20

(iii) 取り出した繊維をすすぐ工程

【 0 1 9 7 】

< 35 >

好ましくは、工程(iii)のすすぎが成分(D)を含有するすすぎ用組成物を用いて行われる、< 34 > に記載の繊維処理方法。

(D)：ハンセンの溶解度パラメータのSP値が16MPa^{1/2}以上40MPa^{1/2}以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）

【 0 1 9 8 】

< 36 >

すすぎ用組成物が、成分(D)以外に水を含有し、すすぎ用組成物中における成分(D)の含有量が、好ましくは60質量%以上、より好ましくは80質量%以上、更により好ましくは95%質量%以上である、< 35 > に記載の繊維処理方法。

30

【 0 1 9 9 】

< 37 >

好ましくは、工程(i)~(iii)の後、更に下記工程(iv)を行う、< 27 > ~ < 36 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理方法。

(iv) 成分(E)及び(C)を含有する後架橋剤に繊維を浸漬する工程

(E)：ホルムアルデヒド、ホルムアルデヒドの水和物、グリオキシル酸、グリオキシル酸の水和物、グリオキシル酸塩、グリオキサール、グリオキサールの水和物、グルタルアルデヒド、及びグルタルアルデヒドの水和物から選ばれる少なくとも1種のホルムアルデヒド誘導体

40

(C)：水

【 0 2 0 0 】

< 38 >

後架橋剤中における成分(E)の含有量が、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上、更に好ましくは1質量%以上であり、また好ましくは60質量%以下、より好ましくは40質量%、更に好ましくは20質量%以下である、< 37 > に記載の繊維処理方法。

【 0 2 0 1 】

< 39 >

50

後架橋剤の温度が、好ましくは20 以上、より好ましくは35 以上、更に好ましくは45 以上であり、また、好ましくは100 未満、より好ましくは80 以下、更に好ましくは70 以下、更に好ましくは60 以下である、＜37＞又は＜38＞に記載の繊維処理方法。

【0202】

＜40＞

好ましくは、工程(i)～(iii)又は工程(iv)の後で、更に、以下の成分(F)及び(C)を含有する表面仕上げ剤に繊維を浸漬する工程を行う、＜27＞～＜39＞のいずれか1項に記載の繊維処理方法。

(F) 以下の化合物(a)～(d)の反応産物であるエポキシアミノシランコポリマー

10

(a) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリシロキサン

(b) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリエーテル

(c) アミノプロピルトリアルコキシシラン

(d) 以下の第一級及び第二級アミンからなる群より選択される化合物

・第一級アミン：メチルアミン、エチルアミン、プロピレンアミン、エタノールアミン、イソプロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシルアミン、ドデシルアミン、オレイルアミン、アニリン、アミノプロピルトリメチルシラン、アミノプロピルトリエチルシラン、アミノモルホリン、アミノプロピルジエチルアミン、ベンジルアミン、ナフチルアミン、3-アミノ-9-エチルカルバゾール、1-アミノヘプタフロロヘキサン、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペンタデカフルオロ-1-オクタンアミン

20

・第二級アミン：メチルエチルアミン、メチルオクタデシルアミン、ジエタノールアミン、ジベンジルアミン、ジヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ピペリジン、ピロリジンフタルイミド、ポリマーアミン

(C) 水

【0203】

＜41＞

好ましくは、成分(F)が、ポリシリコーン-29である、＜40＞に記載の繊維処理方法。

【0204】

＜42＞

表面仕上げ剤中における成分(F)の含有量が、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.05質量%以上、更に好ましくは0.10質量%以上、更に好ましくは0.20質量%以上であり、また、好ましくは15.00質量%以下、より好ましくは10.00質量%以下、更に好ましくは8.00質量%以下、更に好ましくは6.00質量%以下である、＜40＞又は＜41＞に記載の繊維処理方法。

30

【0205】

＜43＞

処理対象の繊維が、好ましくは天然由来繊維、より好ましくは天然の動植物から採取した繊維、又はケラチン、コラーゲン、カゼイン、大豆、落花生、トウモロコシ、絹屑若しくは絹フィブロインを原料として人工的に製造された繊維、更に好ましくはコラーゲンを原料とする再生コラーゲン繊維及び絹フィブロインを原料とする再生絹繊維から選ばれる再生蛋白質繊維、更により好ましくは再生コラーゲン繊維である、＜27＞～＜42＞のいずれか1項に記載の繊維処理方法。

40

【0206】

＜44＞

＜27＞～＜43＞のいずれか1項に記載の繊維処理方法によって、繊維を処理する工程を含む、頭飾製品用繊維の製造方法。

【0207】

＜45＞

＜27＞～＜43＞のいずれか1項に記載の繊維処理方法によって、繊維を処理する工程を含む、頭飾製品の製造方法。

50

【 0 2 0 8 】

< 4 6 >

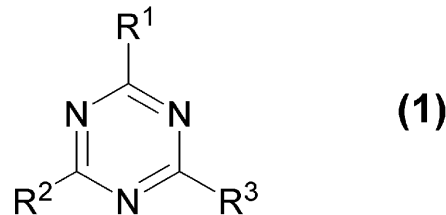
成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する頭飾製品用繊維。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【 0 2 0 9 】

【 化 1 1 】



10

【 0 2 1 0 】

〔式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。〕

【 0 2 1 1 】

20

< 4 7 >

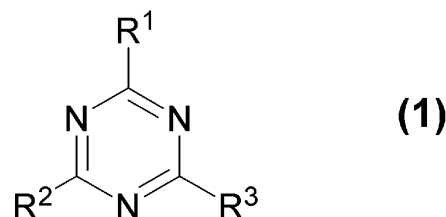
成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する繊維を構成要素とする頭飾製品。

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【 0 2 1 2 】

【 化 1 2 】



30

【 0 2 1 3 】

〔式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。〕

【 0 2 1 4 】

< 4 8 >

40

以下の成分(A)～(C)を含有する繊維処理剤。

(A) ホルムアルデヒド 1.5～30質量%

(B) メラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン及びトリメチロールメラミンから選ばれる1種以上 5～30質量%

(C) 水

【 0 2 1 5 】

< 4 9 >

以下の成分(D)を更に含有する<45>に記載の繊維処理剤。

(D) ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、N-メチルピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン及びDMDMヒダントインから選ばれる1種以上 15～45質量%

50

【 0 2 1 6 】

< 50 >

好ましくは天然由来繊維用、より好ましくは天然の動植物から採取した繊維用、又はケラチン、コラーゲン、カゼイン、大豆、落花生、トウモロコシ、絹屑若しくは絹フィブロインを原料として人工的に製造された繊維用、更に好ましくはコラーゲンを原料とする再生コラーゲン繊維及び絹フィブロインを原料とする再生絹繊維から選ばれる再生蛋白質繊維用、更により好ましくは再生コラーゲン繊維用の処理剤である、< 48 > 又は < 49 > に記載の繊維処理剤。

【 0 2 1 7 】

< 51 >

< 48 > ~ < 50 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤と、成分(E)及び(C)を含有し pH が 1.0 ~ 4.5 である後架橋剤とを含む、繊維処理剤キット。

(E) グリオキシル酸又はホルムアルデヒド 1 ~ 20 質量 %

(C) 水 残量

【 0 2 1 8 】

< 52 >

好ましくは、更に、成分(F)及び(C)を含有する表面仕上げ剤を含む、< 51 > に記載の繊維処理剤キット。

(F) ポリシリコーン-29 0.1 ~ 15 質量 %

(C) 水 残量

【 0 2 1 9 】

< 53 >

< 48 > ~ < 50 > のいずれか 1 項に記載の繊維処理剤と、成分(F)及び(C)を含有する表面仕上げ剤とを含む、繊維処理剤キット。

(F) ポリシリコーン-29 0.1 ~ 15 質量 %

(C) 水 残量

【 実施例 】

【 0 2 2 0 】

実施例 1 ~ 12、比較例 1 ~ 6

表 1 に示す処方の組成物を用い、下記方法に従って再生コラーゲン繊維を処理し、各種評価を行った。なお、各組成物の pH は、調製した組成物を室温 (25) において、そのまま pH メーター (HORIBA 社製、F-52) で測定した。また、組成物の濁度は、室温 (25) において、繊維処理剤をそのままデジタル濁度計 (アズワン社製 / 型番 : TB700 / 測定方法 : ISO7027 比濁法 (90°) 準拠 / 光源 : 赤外線放射ダイオード (850nm) / 検出器 : 結晶シリコン太陽電池モジュール) の測定セル (φ25 x 60mm ホウケイ酸ガラス) に入れて測定した。

【 0 2 2 1 】

< 処理方法 ; 実施例 1 ~ 12、比較例 1 ~ 3 (処理回数が 2 回以上のものは、下記サイクルを所定回数だけ繰り返し実施した) >

1 . 再生コラーゲン繊維 () 0.5g の長さ 22cm の毛束を、繊維処理剤 40g が入った容器に浸漬し、容器の口を密閉し、容器ごと 50 のウォーターバス (製造元 : 株式会社東洋製作所 / 型番 : TBS221FA) に浸漬し所定の時間加熱した。加熱時間は、約 0.8 T (T は前述のとおり) に相当する時間で統一した。

: カネカ社製再生コラーゲン繊維を市販エクステンション製品の形態で購入し、そこから繊維を切り取り毛束に小分けして評価に使用した。今回の評価では、エクステンション製品に繊維種として Ultima100% 使用表記があり、色番手が 3 のブラウン、形状ストレートのものを使用した。

2 . 毛束の入った容器をウォーターバスから取り出し、室温に戻した。

3 . 毛束を容器から取り出し、トリエチレングリコール 50g の中に 30 秒間浸漬した後、水道水の 30 流水にて 30 秒すすぎ、評価用シャンプーで 60 秒泡立て、水道水の 30 流

10

20

30

40

50

水にて30秒すすぎ、タオルで軽く水気を切った後、毛束を温風ドライヤー（テスコム社製、Nobby ホワイトNB3000）でコーミングしながら乾かした。この時点で、毛束は直毛のままであった。

【0222】

< 処理方法；比較例4、5 >

1．再生コラーゲン繊維（ ）0.5gの長さ22cmの毛束に、所定浴比の繊維処理剤（比較例4は1.5g、比較例5は1.0g）を塗布しよくなじませた上で、密閉容器に入れて、容器ごと65℃設定のオーブン（ステンレス窓付強制対流乾燥器；アズワン社製、SOFW-450）に入れ、所定の時間加熱した。

：カネカ社製再生コラーゲン繊維を市販エクステンション製品の形態で購入し、そこから繊維を切り取り毛束に小分けして評価に使用した。今回の評価では、エクステンション製品に繊維種としてUltima100%使用表記があり、色番手が3のブラウン、形状ストレートのものを使用した。

2．毛束の入った容器をオーブンから取り出し、室温に戻した。

3．毛束を容器から取り出したところ、比較例4、5のいずれも、毛束は濁った不透明の白色析出物に覆われていた。引き続き、毛束を水道水の30℃流水にて30秒すすぎ、評価用シャンプーで60秒泡立て、水道水の30℃流水にて30秒すすぎ、タオルで軽く水気を切った後、毛束を温風ドライヤー（テスコム社製、Nobby ホワイトNB3000）でコーミングしながら乾かした。この時点で、毛束は直毛のままであった。

【0223】

< 繊維引張時の平均破断伸度の増加 >

繊維引張時の伸縮性（粘り強さ）の指標として、平均破断伸度、すなわち引張で繊維が延伸されていったときに元の繊維長に対して何%延伸されたところで破断が起こるかについて、複数本（10本）の繊維で評価したときの平均値を用いた。評価は、上記< 処理方法 >で処理された直後の毛束を用い、以下の手順で行った。

1．毛束の根本から、繊維10本を切り取った。それぞれの繊維の根本と毛先の間付近から3cmの繊維片を採取し、合計で10個の3cmの毛髪片を得た。

2．繊維片をDIA-STRON limited社製「MTT690 繊維自動引張り試験機」にセットして自動測定を開始し、繊維が濡れた状態での平均破断伸度を求めた。数値が高いほど、伸縮性が高く粘り強さに優れ、耐久性にも優れることを示す。

次式に従い、市販品から切り取ったそのままの状態（未処理）での繊維引張時の平均破断伸度（A%）を基準とし、処理後の毛束の平均破断伸度（B%）が、未処理の状態からどの程度（C%）増加したかを、表中に「繊維引張時の平均破断伸度の増加率 [%]」として記載した。

$$C(\%) = B(\%) - A(\%)$$

【0224】

< 繊維引張時の平均破断荷重の増加 >

繊維引張時の平均破断荷重の評価は、上記< 処理方法 >で処理された直後の毛束を用いて行った。また、数値としては複数本（10本）の繊維で評価したときの平均値を用いた。評価は、以下の手順で行った。

1．毛束の根本から、繊維10本を切り取った。それぞれの繊維の根本と毛先の間付近から3cmの繊維片を採取し、合計で10個の3cmの毛髪片を得た。

2．繊維片をDIA-STRON limited社製「MTT690 繊維自動引張り試験機」にセットして自動測定を開始し、繊維が濡れた状態で延伸したときの破断荷重を求めた。数値が高いほど、ハリコシがあって外力による延伸に強く、耐久性にも優れることを示す。

次式に従い、市販品から切り取ったそのままの状態（未処理）での繊維引張時の平均破断荷重（W₀（gf））を基準とし、処理後の毛束の平均破断荷重（W₁（gf））が、未処理の状態からどの程度（Y（gf））増加したかを、表中に「繊維引張時の平均破断荷重の増加量 [gf]」として記載した。

$$Y(gf) = W_1(gf) - W_0(gf)$$

【 0 2 2 5 】

< 高温アイロンセット時の収縮抑制 >

高温アイロンセット時の収縮抑制は、上記< 処理方法 >で処理された直後の毛束を用いて行った。また、数値としては複数本（10本）の繊維で評価したときの平均値を用いた。評価は、以下の手順で行った。

1．毛束の根本から、繊維10本を切り取り、各繊維の長さの平均値を記録（長さ L_1 とする）した上で、未処理の再生コラーゲン繊維0.5gの毛束2本と共に束ね、全体に180°設定のフラットアイロン（三木電器産業株式会社製 / 型番：AHI-938）を5 cm/secの速度で10回かけた。

2．アイロン操作の後で、繊維10本を取り出してきて、改めて各繊維の長さの平均値を記録（長さ L_2 とする）した。 10

3．高温アイロンセット時の収縮率 $S = \{ 1 - (L_2 / L_1) \} \times 100 [\%]$ と定義した。Sが0%に近いほど、熱による収縮が起こりづらく、耐熱性に優れることを示す。

【 0 2 2 6 】

< 熱形状記憶能 >

熱形状記憶能の評価は、上記< 処理方法 >で処理された直後の毛束を用いて行った。なお、「I：形状付与（カール）」の結果の値が5%以下であった場合は、効果なしとして、以降の処理、評価は行わなかった。

・ I：形状付与（カール）

1．再生コラーゲン繊維0.5gの長さ22cmの毛束を30℃の水道水で30秒間濡らした後、濡れた毛束を直径14mmのプラスチック製ロッドに巻き付け、クリップで固定した。 20

2．ロッドに巻き付けられた毛束ごと60℃のウォーターバス（製造元：株式会社東洋製作所 / 型番：TBS221FA）に浸漬し1分間加熱した。

3．毛束をウォーターバスから取り出し、25℃の水に1分間浸漬し、室温に戻した。

4．毛束をロッドから外し、クシを3回通した後、吊して真横から写真を撮った。

【 0 2 2 7 】

（評価基準）

未処理の毛束長さを L_0 （22cm）、処理後の毛束長さを L として、次式に従って求められるカールアップ率 = 毛束長さ減少率（I）（%）をカールの巻き強さと定義した。

$$I = [(L_0 - L) / L_0] \times 100 \quad 30$$

【 0 2 2 8 】

・ II：再形状付与（ストレート）

1．Iで評価した毛束に対し、クシを通して絡まりをとった後に、実測温度140℃のフラットアイロン（三木電器産業株式会社製 / 型番：AHI-938）で5 cm/secの速度で6回スライドした。

2．水道水の30℃流水にて30秒すぎ、評価用シャンプーで60秒泡立てた後、水道水の30℃流水にて30秒すぎ、タオルドライした。

3．毛髪の自然な形状が出るよう振動を与えながら乾かし（ドライヤー不使用）、クシを通した後、吊して真横から目視観察した。 40

【 0 2 2 9 】

（評価基準）

未処理の毛束長さを L_0 （22cm）、処理後の毛束長さを L として、次式に従って求められるストレート化率（ST）（%）をストレート化の達成度合いと定義した。ST = 100%のとき、毛束は完全にストレート化されている。

$$ST = [1 - (L_0 - L) / L_0] \times 100$$

【 0 2 3 0 】

< III：再再形状付与（カール） >

1．IIで評価した毛束を30℃の水道水で30秒間濡らした後、濡れた毛束を直径14mmのプラスチック製ロッドに巻き付け、クリップで固定した。

2．ロッドに巻き付けられた毛束ごと60℃のウォーターバス（製造元：株式会社東洋製 50

作所 / 型番 : TBS221FA) に浸漬し 1 分間加熱した。

3 . 毛束をウォーターバスから取り出し、25 ℃ の水に 1 分間浸漬し、室温に戻した。

4 . 毛束をロッドから外し、クシを 3 回通した後、吊して真横から写真を撮った。

【 0 2 3 1 】

(評価基準)

未処理の毛束長さを L_0 (22 cm)、処理後の毛束長さを L として、次式に従って求められるカールアップ率 = 毛束長さ減少率 (I) (%) をカールの巻き強さと定義した。

$$I = [(L_0 - L) / L_0] \times 100$$

【 0 2 3 2 】

< 評価用シャンプーの処方 >

10

成分	(質量 %)
ラウレス硫酸ナトリウム	15.5
ラウラミド DEA	1.5
安息香酸ナトリウム	0.5
EDTA-2Na	0.3
リン酸	pH7 に調整する量
イオン交換水	バランス
合計	100

【 0 2 3 3 】

< 表面感触の良さ >

20

感触の評価は < 形状持続性 > の評価直後の毛束を用い、手で触れた際の感触の滑らかさについて、専門パネラー 5 名が下記基準によって評価し、5 名の合計値を評価結果とした。

(評価基準)

5 : 未処理繊維に比べてきわめて滑らかな手触りである

4 : 未処理繊維に比べて滑らかな手触りである

3 : 未処理繊維に比べてわずかに滑らかな手触りである

2 : 未処理繊維の手触りと変わらない

1 : 未処理繊維よりもざらつき・きしみがあり手触りが劣る

【 0 2 3 4 】

30

40

50

【表 1】

		実施例											比較例								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6		
処理剤 (※1)	(A)	ホルムアルデヒド																			
	(B)	メラミン																			
	(C)	ジメチロールメラミン																			
	(D)	水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	
		トリエチレングリコール	-	-	-	-	30.7	30.7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
		N-メチルピロリドン	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
		1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン	-	-	-	-	-	-	30.7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	pH調整剤	DMDMヒダントイン	-	-	-	-	-	-	-	30.7	30.7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
		塩酸又は水酸化ナトリウム	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	
		酒石酸	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	*2	*2	
合計		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100		
処理方法	pH(25℃)		9.0	9.0	9.0	6.0	6.0	6.5	6.0	6.0	6.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	5.2	6.0		
	モル比 (A)/(B)		3.0	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	3.0	1.1	3.0	3.0	3.0	0	0	0		
	処理剤製造(濁度1000以下)のための加熱(90℃10min)		あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	あり	なし	なし	なし	なし	なし		
	浴比(繊維に対する処理剤の質量比)		80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	3	2		
	加熱条件(1回あたり)		50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 120min	50℃ 120min	50℃ 60min	50℃ 60min	50℃ 210min	50℃ 210min	50℃ 210min	50℃ 150min	50℃ 150min	90℃ 60min	65℃ 12hr	65℃ 12hr	65℃ 12hr		
	処理回数		2回	1回	1回	2回	4回	1回	1回	1回	1回	5回	1回	1回	1回	1回	1回	1回	1回		
	処理剤の状態		*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*4	*4	*4	*4	*4	*4		
	効果	繊維引張時の平均破断伸度の増加率 [%]		1.8	0.6	0.6	0.6	1.2	0.4	0.1	2.2	1.0	0.3	0.2	0.7	-0.6	-0.3	-1.8	-0.2	0基準)	
		耐久性向上		繊維引張時の平均破断荷重の増加量 [gf]	6.6	4.3	2.1	0.8	6.2	4.7	2.5	0.7	6.1	19.2	3.2	11.2	1.0	6.9	22.9	1.4	0基準)
		高温アイロンセット時の収縮抑制		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-7.7
I：形状付与(カール)		-	16	8	-	-	16	17	19	21	-	13	18	-	-	-	-	-	3		
熱形状記憶能		II：再形状付与(ストレート)	-	97	98	-	-	100	98	95	97	-	98	98	-	-	-	-	-		
III：再再形状付与(カール)		-	17	8	-	-	17	14	19	22	-	13	18	-	-	-	-	-	-		
表面感触の良さ		12	15	13	17	18	16	16	16	17	16	19	14	15	7	6	6	8	10		

10

20

30

40

【0235】

実施例13(後架橋処理)

実施例5で処理した後の再生コラーゲン繊維に対し、表2に示す後処理剤を用いて処理を行い、各種評価を行った。

【0236】

<処理方法>

1. 再生コラーゲン繊維0.5gの長さ22cmの毛束を、後架橋剤40gが入った容器に浸漬し、容器の口を密閉し、容器ごと所定温度のウォーターバス(製造元：株式会社東洋製作所/型番：TBS221FA)に浸漬し所定の時間加熱した。

50

2．毛束の入った容器をウォーターバスから取り出し、室温に戻した。

3．毛束を容器から取り出し、水道水の30 流水にて30秒すすぎ、評価用シャンプーで60秒泡立て、水道水の30 流水にて30秒すすぎ、タオルで軽く水気を切った後、毛束を温風ドライヤー（テスコム社製、Nobby ホワイトNB3000）でコーミングしながら乾かした。この時点で、毛束は直毛のままであった。

【0237】

【表2】

			実施例 13
後架橋剤 (質量%)	(E)	ホルムアルデヒド	3.7
	(C)	水	残量
	pH 調整剤	水酸化ナトリウム	pH 調製量
	合計		100
	pH(25℃)		5.0
処理方法	後処理の加熱条件		50℃12h
効果	耐久性向上	繊維引張時の平均破断伸度の増加率 [%]	1.6
		繊維引張時の平均破断荷重の増加量 [gf]	8.7
	熱形状記憶能	I：形状付与(カール)	19
		II：再形状付与(ストレート)	97
		III：再再形状付与(カール)	24
	表面感触の良さ		17

10

20

【0238】

実施例14（表面仕上げ処理）

実施例5で処理した後の再生コラーゲン繊維に対し、表3に示す表面仕上げ剤を用いて処理を行い、各種評価を行った。

【0239】

< 処理方法 >

1．毛束を、表面仕上げ剤40gが入った容器に浸漬し、室温で30分間静置した。

2．毛束を容器から取り出し、家庭用の遠心脱水機（超高速脱水機 パワフルスピンドライAPD-6.0/アルミス社製）で5分間脱水した（スピンコート法）。

3．毛束を脱水機から取り出し、60 設定のオーブン（ステンレス窓付強制対流乾燥器；アズワン社製、SOFW-450）にて3時間加熱した。

4．毛束をオーブンから取り出し、室温に戻した。

5．毛束を30 流水にて30秒すすぎ、タオルで軽く水気を切った後、毛束を温風ドライヤー（テスコム社製、Nobby ホワイトNB3000）でコーミングしながら乾かした。

【0240】

【表3】

			実施例 14
表面仕上げ剤 (質量%)	(F)	ポリシリコーン-29	5.0
	(C)	水	残量
	合計		100
	pH(25℃)		4.0
処理方法	表面仕上げ処理の方法		スピンコート
効果	耐久性向上	繊維引張時の平均破断伸度の増加率 [%]	4.2
		繊維引張時の平均破断荷重の増加量 [gf]	4.4
	表面感触の良さ		24

40

50

【 0 2 4 1 】

実施例 15 ~ 18

実施例 1 及び 10 で処理した後の再生コラーゲン繊維毛束に対し、実測温度 160 のフラットアイロン（三木電器産業株式会社製 / 型番：AHI-938）で 5 cm/sec の速度で 30 回スライドした後、各種評価を行った（実施例 15、17）。

更に、上記アイロン処理後の毛束について、毛束を構成する各繊維が平均 0.1 ~ 0.5 % の範囲で延伸される程度のテンションをかけるため、毛束の両端をそれぞれヘアピンで挟んで引っ張り、その状態でヘアピンをウォーターバスの壁にテープで固定しながら 40 の水中に 1 時間静置した後、ドライヤー乾燥した毛束についても、各種評価を行った（実施例 16、18）。

【 0 2 4 2 】

【表 4】

			実施例			
			15	16	17	18
処理対象			実施例 1 で処理した再生コラーゲン繊維		実施例 10 で処理した再生コラーゲン繊維	
ヘアアイロン処理			160℃30回スライド		160℃30回スライド	
水浸漬処理			—	40℃1hr	—	40℃1hr
効果	耐久性向上	繊維引張時の平均破断伸度の増加率 [%]	7.2	7.5	2.3	2.9
		繊維引張時の平均破断荷重の増加量 [gf]	8.3	9.4	15.2	19.0
		高温アイロンセット時の収縮抑制	—	—	—	—
	熱形状記憶能	I : 形状付与 (カール)	—	19	—	25
		II : 再形状付与 (ストレート)	—	97	—	97
		III : 再再形状付与 (カール)	—	22	—	29
	表面感触の良さ		13	15	20	21

【 0 2 4 3 】

なお、以上の実施例において処理された毛束は、すべてピンなどで頭髮に留めることにより、そのままエクステンションとして用いることができ、人頭上でも十分な性能を発揮することができる。