

(19)日本国特許庁(JP)

## (12)公開特許公報(A)

(11)公開番号  
特開2022-103113  
(P2022-103113A)

(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 13/352 (2006.01)  
D 0 6 M 13/152 (2006.01)

F I

D 0 6 M 13/352  
D 0 6 M 13/152

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 22 O L (全46頁)

(21)出願番号	特願2021-207576(P2021-207576)	(71)出願人	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
(22)出願日	令和3年12月21日(2021.12.21)	(74)代理人	110000084 特許業務法人アルガ特許事務所
(31)優先権主張番号	特願2020-217992(P2020-217992)	(72)発明者	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
(32)優先日	令和2年12月25日(2020.12.25)	F ターム(参考)	4L033 AA03 AB01 AC05 AC15 BA13 BA56 CA64
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		
(31)優先権主張番号	特願2021-61911(P2021-61911)		
(32)優先日	令和3年3月31日(2021.3.31)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

(54)【発明の名称】 繊維処理剤

## (57)【要約】

【課題】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の提供。

【解決手段】1剤式又は多剤式の繊維処理剤であって、その全組成中に、成分(A)～(C)を含有する繊維処理剤(ただし、1剤式の場合、成分(A)及び(B)の一部又は全部が、両者から生成する縮合物の状態となっていてもよい)。

(A)：分子内の2つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物

(B)：メタ位の少なくとも1ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも一か所が水素原子であるフェノール化合物(ただし、メタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共に水酸基が置換してもよいベンゼン環を形成してもよい)

(C)：水

【選択図】なし

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

単一の組成物から構成される 1 剤式纖維処理剤又は複数の組成物から構成される多剤式纖維処理剤であって、その全組成中に以下の成分(A)～(C)を含有する纖維処理剤（ただし、1 剤式の場合、成分(A)及び(B)の一部又は全部が、両者から生成する縮合物の状態となっていてもよい）。

(A)：分子内の 2 つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物

(B)：メタ位の少なくとも 1ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも 1か所が水素原子であるフェノール化合物（ただし、メタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共に水酸基が置換してもよいベンゼン環を形成してもよい）

10

(C)：水

**【請求項 2】**

纖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、纖維処理剤の全組成を基準として、0.1質量%以上80質量%以下である請求項1記載の纖維処理剤。

**【請求項 3】**

纖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、纖維処理剤の全組成を基準として、0.1質量%以上80質量%以下である請求項1又は2に記載の纖維処理剤。

**【請求項 4】**

纖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、纖維処理剤の全組成を基準として、0.1質量%以上80質量%以下である請求項1～3のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

20

**【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、0.1以上20未満である請求項1～4のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

**【請求項 6】**

成分(B)及び(C)を含有する第一剤と成分(A)及び(C)を含有する第二剤とを含む多剤式である請求項1～5のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

30

**【請求項 7】**

纖維処理剤が1剤式であって、更に以下の成分(D)を含有する請求項1～5のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

(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 8】**

さらに、以下の成分(E)を含有する請求項1～7のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

(E)：硫黄含有還元剤

**【請求項 9】**

下記工程(i)を含む纖維処理方法。

(i) 請求項1～8のいずれか1項に記載の纖維処理剤に、纖維を浸漬する工程

**【請求項 10】**

纖維処理剤が1剤式であって、工程(i)が、処理剤の濁度が1000NTU以下である状態を維持したまま行われる、請求項9に記載の纖維処理方法。

40

**【請求項 11】**

纖維処理剤が1剤式であって、工程(i)の前に下記工程(0)を行う、請求項9又は10に記載の纖維処理方法。

(0) 纖維処理剤を加熱する工程

**【請求項 12】**

工程(0)における加熱時間が、成分を混合し調製した直後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、0.2T以上0.8T以下である、請求項11に記載の纖維処理方法。

**【請求項 13】**

50

纖維処理剤が1剤式であって、工程(i)の後に下記工程(ii-a)を行い、工程(i)と工程(ii-a)を2回以上繰り返す、請求項9～12のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

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

**【請求項14】**

纖維処理剤が多剤式であって、工程(i)が、請求項6に記載の第一剤と第二剤の一方に纖維を浸漬した後、他方に浸漬する工程である、請求項9に記載の纖維処理方法。

**【請求項15】**

工程(i)の後に下記工程(ii-b)を行う、請求項14に記載の纖維処理方法。

(ii-b) 纖維を処理剤から取り出す工程

**【請求項16】**

工程(ii-a)又は工程(ii-b)の後に下記工程(iii)を行う、請求項13又は15に記載の纖維処理方法。

(iii) 取り出した纖維をすぐ工程

**【請求項17】**

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16に記載の纖維処理方法。

(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18】**

工程(i)～(iii)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纖維を浸漬する工程を行う、請求項9～17のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

(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、イソブロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシリルアミン、ドデシリルアミン、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-ペントデカフルオロ-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、ジヘキシリルアミン、ジシクロヘキシリルアミン、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

**【請求項19】**

請求項9～18のいずれか1項に記載の纖維処理方法によって、纖維を処理する工程を含む、頭飾製品用纖維の製造方法。

**【請求項20】**

請求項9～18のいずれか1項に記載の纖維処理方法によって、纖維を処理する工程を含む、頭飾製品の製造方法。

**【請求項21】**

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纖維。

(A) : 分子内の2つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物

(B) : メタ位の少なくとも1ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも1ヶ所が水素原子であるフェノール化合物(ただし、メタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共に水酸基が置換してもよいベンゼン環を形成してもよい)

**【請求項22】**

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

10

20

30

40

50

- (A) : 分子内の 2 つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物  
 (B) : メタ位の少なくとも 1ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも一か所が水素原子であるフェノール化合物（ただし、メタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共に水酸基が置換してもよいベンゼン環を形成してもよい）

**【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纖維に対し、耐水性、耐熱性及び熱形状記憶能を付与するための纖維処理剤に関する。

**【背景技術】**

**【0002】**

天然由来纖維は、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、合成纖維とは異なって、天然素材から来る自然な風合いや外観を有する。天然由来纖維のうち、再生蛋白質纖維、例えば再生コラーゲン纖維は、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纖維化することで得られる。

**【0003】**

しかし、再生コラーゲン纖維は、一般的に、合成纖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、再生コラーゲン纖維には、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纖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、再生コラーゲン纖維は、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纖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纖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、再生コラーゲン纖維を改質し、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纖維の分野においても、本来熱形状記憶能を有しない人毛纖維に対し、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纖維を強く伸長する場合もあり、特許文献

10

20

30

40

50

1～3に記載の技術では処理後の纖維の伸縮性（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、処理後の纖維の伸縮性を高める要求があった。

#### 【0009】

したがって本発明は、再生コラーゲン纖維に代表される天然由来纖維の耐水性、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纖維を製造するための纖維処理剤に関する。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0010】

本発明者は、天然由来纖維を、特定のメチロール化合物と特定のフェノール化合物を含有する組成物を用いて処理することによって、天然由来纖維における耐水性、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、天然由来纖維の伸縮性（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、前記特定のメチロール化合物を用いることによって、天然由来纖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。

#### 【0011】

本発明は、単一の組成物から構成される1剤式纖維処理剤又は複数の組成物から構成される多剤式纖維処理剤であって、その全組成中に以下の成分(A)～(C)を含有する纖維処理剤（ただし、1剤式の場合、成分(A)及び(B)の一部又は全部が、両者から生成する縮合物の状態となっていてもよい）を提供するものである。

(A)：分子内の2つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物  
(B)：メタ位の少なくとも1ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも一か所が水素原子であるフェノール化合物（ただし、メタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共に水酸基が置換してもよいベンゼン環を形成してもよい）  
(C)：水

#### 【0012】

更に本発明は、下記工程(i)を含む纖維処理方法を提供するものである。

(i) 前記の纖維処理剤に、纖維を浸漬する工程

#### 【0013】

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

#### 【0014】

更に本発明は、前記纖維処理方法によって、纖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。

#### 【0015】

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纖維を提供するものである。

#### 【0016】

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纖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】

#### 【0017】

本発明によれば、天然由来纖維の耐水性、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纖維を製造するための纖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】

#### 【0018】

[1剤式と多剤式]

10

20

30

40

50

本発明の纖維処理剤には、単一の組成物から構成される1剤式纖維処理剤、2剤式等の複数の組成物から構成され、これら複数の組成物に纖維を順次浸漬する多剤式纖維処理剤のいずれの形態も包含される。

本発明において、「纖維処理剤の全組成」とは、1剤式纖維処理剤の場合は1剤式纖維処理剤を構成する単一の組成物の組成をいい、纖維を順次浸漬する多剤式纖維処理剤の場合は多剤式纖維処理剤を構成する全ての組成物を仮想的に混合した場合の混合物の組成をいうものとする。例えば、2剤式の場合において、同量(すなわち質量比1:1)の第1剤及び第2剤で順次処理するときは、纖維処理剤の全組成を基準とした各成分の濃度は、それぞれの剤中における各成分の濃度の半分となる。

## 【0019】

10

## 〔本発明において処理対象となる纖維〕

本発明の纖維処理剤の処理対象となる纖維は、合成纖維、天然由来纖維のいずれでもよいが、天然由来纖維が好ましい。天然由来纖維とは、天然の動植物から採取した纖維、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纖維であって頭飾製品の製造に用いる纖維をいう。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纖維が好ましく、コラーゲンを原料とする再生コラーゲン纖維、絹フィブロインを原料とする再生絹纖維等の再生蛋白質纖維がより好ましく、再生コラーゲン纖維が更に好ましい。

## 【0020】

20

再生コラーゲン纖維は、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、再生コラーゲン纖維を後加工したものであってもよい。再生コラーゲン纖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、再生コラーゲン纖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。

## 【0021】

30

## 〔成分(A)及び(B)から生成する縮合物〕

本発明の纖維処理剤が1剤式である場合、纖維処理剤には、成分(A)のメチロール化合物と成分(B)のフェノール化合物は、これらの化合物自体として含有していてもよいが、成分(A)及び(B)の一部又は全部が、両者から生成する縮合物の状態となって含有していてもよい。この縮合物には、分子量の小さな水溶性の縮合物のほか、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が含まれていてもよい。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。

## 【0022】

## 〔成分(A)：特定のメチロール化合物〕

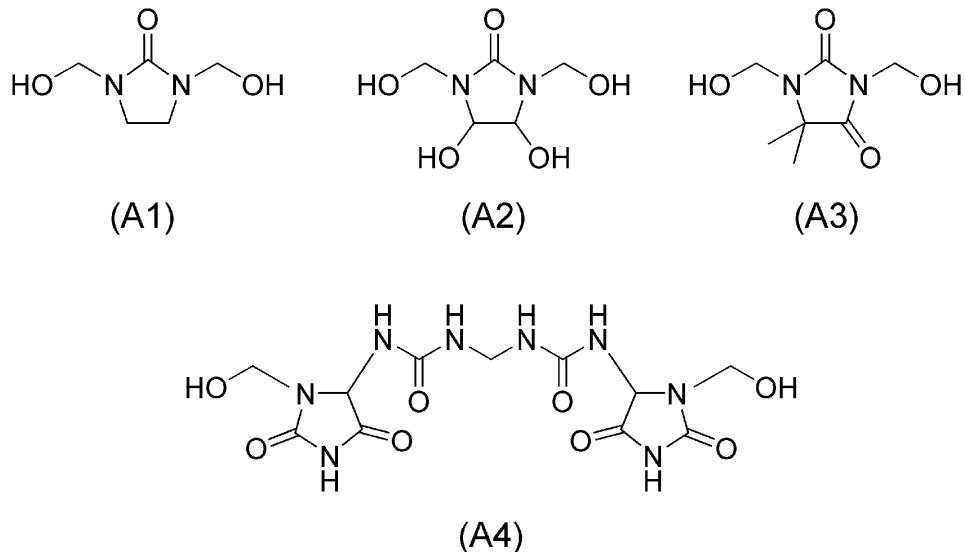
成分(A)は、分子内の2つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物である。このような化合物としては、例えば、以下に示す化合物(A1)～(A4)が挙げられ、なかでも化合物(A3)及び(A4)が好ましく、化合物(A3)がより好ましい。

## 【0023】

40

50

## 【化1】



10

20

30

40

## 【0024】

本発明の纖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、処理後の天然由來纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、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、更により好ましくは10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。

すなわち、本発明の纖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、処理後の天然由來纖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、纖維処理剤の全組成を基準として、好ましくは0.1～80質量%、より好ましくは1～70質量%、更に好ましくは2.5～60質量%、更により好ましくは5～50質量%、更により好ましくは10～40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、1剤式の場合、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)をいい、多剤式の場合、成分(A)自体をいうものとする。

## 【0025】

## 〔成分(B)：特定のフェノール化合物〕

成分(B)は、メタ位の少なくとも1ヶ所、好ましくは2ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも一か所が水素原子であるフェノール化合物である。なお、該フェノール化合物のメタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共にベンゼン環を形成してもよく、該ベンゼン環は更に水酸基が置換していてもよい。成分(B)の分子量は110以上が好ましく、天然由來纖維内への良好な浸透性の観点から1000以下が好ましく、700以下がより好ましく、500以下が更に好ましい。成分(B)のフェノール化合物としては、例えば、次の成分(B1)、(B2)及び(B3)が挙げられる。

## 【0026】

(B1)一般式(1)で表されるレゾルシン誘導体

(B2)一般式(2)又は(3)で表されるナフトール誘導体

(B3)一般式(4)で表されるフラバン-3-オール(Flavan-3-ol)誘導体

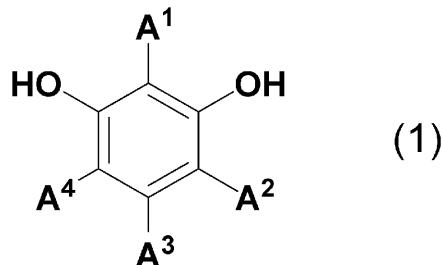
## 【0027】

成分(B1)は、次の一般式(1)で表される化合物である。

## 【0028】

50

【化2】



10

【0029】

〔式中、

$A^1 \sim A^4$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、水酸基、ハロゲン原子、カルボキシル基若しくはその塩、スルホン酸基若しくはその塩、炭素数1～6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1～6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。〕

【0030】

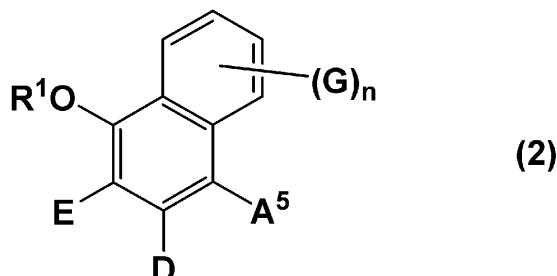
成分(B1)としては、例えば、レゾルシン、2-メチルレゾルシン、4-クロロレゾルシン、ピロガロール等が挙げられる。

【0031】

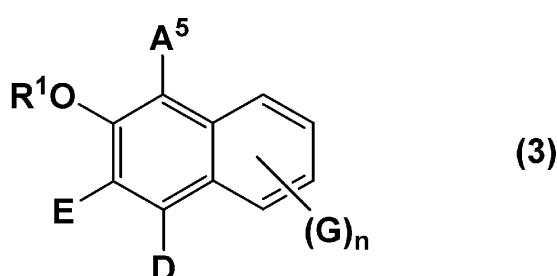
成分(B2)は、次の一般式(2)又は(3)で表される化合物である。

【0032】

【化3】



20



30

【0033】

〔式中、

$R^1$ は、水素原子又はメチル基を示し、

$A^5$ は、水素原子、炭素数1～12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、置換基を有してもよい炭素数7～12のアラルキル基若しくはアリールアルケニル基、炭素数1～6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、ハロゲン原子又は $-CO-R^2$ ( $R^2$ は炭素数1～12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、置換基を有してもよい炭素数7～12のアラルキル基若しくはアリールアルケニル基又は置換基を有してもよい炭素数6～12の芳香族炭化水素基)を示し、 $D$ は、水素原子、水酸基、メチル基又は炭素数1～12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し、

40

50

Eは、水素原子、水酸基、炭素数1～6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1～6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し、

Gは、水酸基、炭素数1～6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1～6のアルコキシ基を示し、nは0から2の整数を示す。】

【0034】

一般式(2)又は(3)で示されるナフトール誘導体としては、一般式(2)又は(3)中、R<sup>1</sup>が水素原子又は炭素数1～4のアルキル基若しくはアルケニルであるものが好ましく、水素原子であるものがより好ましい。

また、A<sup>5</sup>が水素原子、水酸基、炭素数1～4の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又は炭素数1～4のアルコキシ基であるものが好ましく、水素原子又は水酸基であるものがより好ましい。

また、Dが水素原子、水酸基、炭素数1～4の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又は炭素数1～4のアルコキシ基であるものが好ましい。

また、Eが水素原子、水酸基又は炭素数1～4のアルキル基若しくは炭素数1～4のアルコキシ基であるものが好ましい。

【0035】

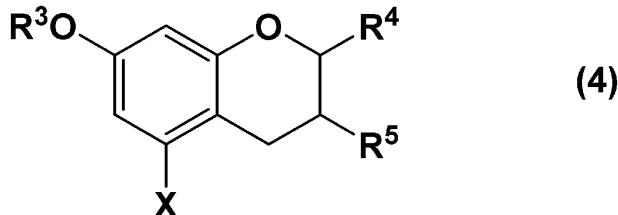
このような化合物としては、1-ナフトール、2-ナフトール、3-メチルナフタレン-1-オール、ナフタレン-1,5-ジオール、ナフタレン-1,8-ジオール等が挙げられる。

【0036】

化合物(B3)は、次の一般式(4)で表されるフラバン-3-オール誘導体である。

【0037】

【化4】



10

20

30

【0038】

〔式中、

R<sup>3</sup>は、水素原子又はメチル基を示し、

Xは、水素原子、水酸基又はメトキシ基を示し、

R<sup>4</sup>は、水酸基又はメトキシ基が3個まで置換してもよく1,3-ジオキソランとの縮合環を形成してもよい芳香族炭化水素基を示し、

R<sup>5</sup>は、水酸基、メトキシ基、若しくは水酸基若しくはメトキシ基が3個まで置換してもよく1,3-ジオキソランとの縮合環を形成してもよい芳香族炭化水素基、又は水酸基若しくはメトキシ基が3個まで置換してもよいアリールカルボニルオキシ基若しくはアラルキルカルボニルオキシ基を示す。】

【0039】

一般式(4)で表される化合物の分子量は、分子量150以上が好ましい。また、纖維内部への良好な浸透性の観点から、分子量1000以下、更には700以下、更には500以下が好ましい。

【0040】

成分(B3)としては、カテキン(Catechin)、エピカテキン(Epicatechin)、エピガロカテキン(Epigallocatechin)等の非ガレート体、カテキンガレート(Catechingallate)、エピカテキンガレート(Epicatechin gallate)、エピガロカテキンガレート(Epigallocatechin gallate)等のガレート体が挙げられ、本明細書において「カ

40

50

テキン類」とはこれらの総称である。これらのうち、カテキン、エピガロカテキン、エピガロカテキンガレートから選ばれる1種以上が好ましい。また、茶抽出物等、上記の化合物を含む混合物を利用することもできる。

混合物中のカテキン類の分析は、通常知られている非重合体カテキン類の分析法のうち測定試料の状況に適した分析法により測定することができる。例えば、液体クロマトグラフィー(HPLC)法で分析することが可能である。測定の際には装置の検出域に適合させるため、試料を凍結乾燥したり、装置の分離能に適合させるため試料中の夾雑物を除去したりする等、必要に応じて適宜処理を施してもよい。

#### 【0041】

成分(B)の中でも、天然由来纖維内で形成する成分(A)と成分(B)との縮合物により本発明の纖維処理剤による処理後の天然由来纖維の形状の変化をより顕著にし、天然由来纖維の形状持続性と耐久性をより一層優れたものとし、自然な見た目及び感触の良さも一層優れたものとする観点から、レゾルシン、1-ナフトール、2-ナフトール、3-メチルナフタレン-1-オール、ナフタレン-1,5-ジオール、ナフタレン-1,8-ジオール、カテキン(Catechin)、エピカテキン(Epicatechin)、エピガロカテキン(Epigallocatechin)、カテキンガレート(Catechin gallate)、エピカテキンガレート(Epicatechin gallate)、エピガロカテキンガレート(Epigallocatechin gallate)、茶抽出物から選ばれる1種又は2種以上が好ましく、レゾルシン、カテキン(Catechin)、エピカテキン(Epicatechin)、エピガロカテキン(Epigallocatechin)、カテキンガレート(Catechin gallate)、エピカテキンガレート(Epicatechin gallate)、エピガロカテキンガレート(Epigallocatechin gallate)、茶抽出物から選ばれる1種又は2種以上がより好ましい。

10

20

30

40

#### 【0042】

成分(B)は単独で又は2種類以上を組み合わせて用いることができ、(B1)～(B3)の2タイプ以上を併用することもできる。天然由来纖維により高い形状持続性と耐久性を付与できる観点、及び感触性を高める観点からは(B1)及び(B3)から選ばれる1種以上が好ましく、処理後纖維からの成分(A)の溶出を抑えることができ、纖維洗浄工程を省き工場での生産性を向上できる観点と纖維への着色が軽微で頭飾製品用途により適合する観点から(B3)がより好ましい。

#### 【0043】

本発明の纖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、処理後の天然由来纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、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、上記の観点に加え、纖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60質量%以下、更に好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下、更により好ましくは30質量%以下、更により好ましくは25質量%以下、更により好ましくは20質量%以下である。

すなわち、本発明の纖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、処理後の纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点及び纖維表面の感触を向上させる観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、好ましくは0.1～80質量%、より好ましくは1～60質量%、更に好ましくは1.5～50質量%、更により好ましくは3～40質量%、更により好ましくは5～30質量%、更により好ましくは5～25質量%、更により好ましくは5～20質量%である。

なお、本明細書において、「成分(B)に由来する構成要素」とは、1剤式の場合、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)をいい、多剤式の場合、成分(B)自体をいうものとする。また、茶抽出物等のカテキン類を含む混合物等、成分(B)を含む混合物を用いる場合は、該混合物中に含まれる成分(B)をいうものとする。

#### 【0044】

本発明の纖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

50

素の含有量の合計は、処理後の纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、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5質量%以上、更に好ましくは10質量%以上、更に好ましくは15質量%以上、更に好ましくは20質量%以上であり、また、纖維表面の感触を向上させる観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、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、更に好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下である。

#### 【 0 0 4 5 】

本発明の纖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、天然由来纖維内で形成する両者の縮合物により、処理後の天然由来纖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0.1以上、より好ましくは0.3以上、更に好ましくは0.5以上であり、また、良好な感触の観点から、好ましくは20未満、より好ましくは15以下、更に好ましくは10以下、更により好ましくは7.5以下である。

10

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、天然由来纖維内で形成する両者の縮合物により、処理後の天然由来纖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0.1以上20未満、より好ましくは0.3 ~ 15、更に好ましくは0.5 ~ 10、更により好ましくは0.5 ~ 7.5である。

20

#### 【 0 0 4 6 】

##### [ 成分(C) : 水 ]

本発明の纖維処理剤は、(C)水を媒体とする。本発明の纖維処理剤中における成分(C)の含有量は、纖維処理剤の全組成を基準として、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、本発明の纖維処理剤中における成分(C)の含有量は、纖維処理剤の全組成を基準として、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。

30

#### 【 0 0 4 7 】

本発明の纖維処理剤は、1剤式のほか、2剤式等の複数の組成物からなり、纖維を順次浸漬させるための多剤式の形態とすることもできる。多剤式の纖維処理剤としては、いずれの剤も(C)水を媒体とし、成分(A)と成分(B)を別々の剤に含有するもの、例えば、成分(B)及び(C)を含有する第一剤と、成分(A)及び(C)を含有する第二剤を含むものが挙げられる。

#### 【 0 0 4 8 】

##### [ 成分(D) : ハンセンの溶解度パラメータのSP値が16 ~ 40 MPa<sup>1/2</sup>である有機化合物 ]

本発明の纖維処理剤が1剤式である場合、成分(A)及び(B)との反応により、纖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、天然由来纖維の表面に硬い樹脂の層が形成されることで、天然由来纖維の屈曲や延伸といった運動が制限され、纖維の伸縮性(粘り強さ)を妨げてしまうのみならず、纖維表面の感触も悪化してしまう場合もある。このため、1剤式の纖維処理剤は、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 MPa<sup>1/2</sup>以上40 MPa<sup>1/2</sup>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)を含有することがほしい。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、成分(B)のフェノール化合物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。

40

#### 【 0 0 4 9 】

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 Para

50

meters: 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 Tot ( MPa<sup>1/2</sup> ) をいう。

#### 【 0 0 5 0 】

成分(D)のハンセンの溶解度パラメータのSP値が16.0 MPa<sup>1/2</sup>以上40.0 MPa<sup>1/2</sup>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。

#### 【 0 0 5 1 】

以下に、ハンセンの溶解度パラメータのSP値が16.0 MPa<sup>1/2</sup>以上40.0 MPa<sup>1/2</sup>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）

・ピリミジノンの例：N,N'-ジメチルプロピレン尿素（21.3）

・ラクトンの例：-ブチロラクトン（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 )

#### 【 0 0 5 2 】

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)からなる縮合物をよく溶解し、より長時間に渡って濁度を低く保つことができるようとする観点から、ハンセンの溶解度パラメータのSP値が35.8 MPa<sup>1/2</sup>以下であるものが好ましく、34.7 MPa<sup>1/2</sup>以下であるものがより好ましく、29.2 MPa<sup>1/2</sup>以下であるものが更に好ましい。同様の観点から、17.8 MPa<sup>1/2</sup>以上であるものが好ましく、21.1 MPa<sup>1/2</sup>以上であるものがより好ましく、22.0 MPa<sup>1/2</sup>以上であるものが更に好ましい。

#### 【 0 0 5 3 】

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）及び1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン（22.3）から選ばれる少なくとも1種がより好ましい。

#### 【 0 0 5 4 】

成分(D)は、いずれかを単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。本発明の纖維処理剤中における成分(D)の含有量は、纖維処理剤の濁度が低い状態をより長く

10

20

30

40

50

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、天然由来纖維内で形成する成分(A)と成分(B)の縮合物により、処理後の天然由来纖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。

## 【0055】

## 〔成分(E)：硫黄含有還元剤〕

本発明の纖維処理剤には、処理後の天然由来纖維の耐熱温度の向上及び着色の抑制、並びに加熱処理中における纖維処理剤の濁度上昇の抑制の観点から、硫黄含有還元剤を含有させることが好ましい。

10

## 【0056】

成分(E)としては、亜硫酸塩、チオール化合物が挙げられる。亜硫酸塩としては、亜硫酸ナトリウム、ピロ亜硫酸ナトリウムが好ましく、チオール化合物としては、カルボキシ基(例えばチオグリコール酸)やアミノ基(例えばシステアミン)をもつ化合物は、黄色系の着色を引き起こし頭飾製品としての適合性を低下させることから、チオグリセリン、メスナ(2-メルカプトエタンスルホン酸ナトリウム)が好ましい。なかでも、亜硫酸ナトリウムが好ましい。

## 【0057】

成分(E)は、いずれかを単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。本発明の纖維処理剤中における成分(E)の含有量は、耐熱温度の向上、着色の抑制、加熱処理中における濁度上昇の抑制の観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、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2.0質量%以上であり、また、還元作用による纖維強度の低下を抑制する観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、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5.0質量%以下である。纖維処理剤が多剤式である場合、成分(E)は第一剤に含有してもよく、第二剤に含有してもよく、第一剤と第二剤の両方に含有していてもよい。

20

## 【0058】

また、成分(A)に対する成分(E)のモル比(E)/(A)は、成分(E)による処理後の纖維の耐熱性向上効果及び着色の抑制効果、並びに纖維処理剤の濁度上昇の抑制効果を十分に発現させる観点から、好ましくは0.1以上、より好ましくは0.3以上、更に好ましくは0.5以上であり、また、還元作用による纖維強度の低下を抑制する観点から、好ましくは3.0以下、より好ましくは1.5以下、更に好ましくは1.0以下である。

30

## 【0059】

## 〔カチオン性界面活性剤〕

本発明の纖維処理剤は、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。

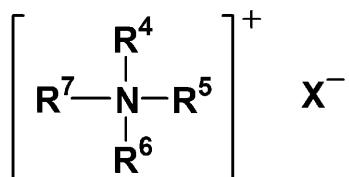
## 【0060】

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。

40

## 【0061】

## 【化5】



## 【0062】

[式中、R<sup>4</sup>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

50

、 $R^8-CO-NH-(CH_2)_m$ - 又は  $R^8-CO-O-(CH_2)_m$ - ( $R^8$  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ン又はエトサルフェートイオンを示す。】

## 【0063】

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プロミド、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。

10

## 【0064】

本発明の纖維処理剤中におけるカチオン性界面活性剤の含有量は、処理後の天然由来纖維の感触を改善し、本発明の効果を一層向上させる観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、好ましくは 0.05 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 5 質量 % 以下である。纖維処理剤が多剤式である場合、カチオン性界面活性剤は第一剤に含有してもよく、第二剤に含有してもよく、第一剤と第二剤の両方に含有していてもよい。

20

## 【0065】

## [シリコーン]

また、本発明の纖維処理剤は、処理後の天然由来纖維の感触を改善し、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。

## 【0066】

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ができ、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。

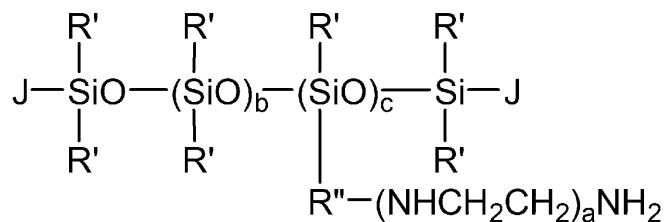
30

## 【0067】

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。処理後の天然由来纖維の感触を改善し、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。

## 【0068】

## 【化 6】



40

## 【0069】

[式中、 $R'$  は水素原子、水酸基又は  $RX$  を示し、 $RX$  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  $RX$ 、 $R''-(NHCH_2CH_2)_aNH_2$ 、 $ORX$  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

50

くは30以上1000未満、更に好ましくは40以上800未満となる数を示す。】

#### 【0070】

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ションが挙げられる。

#### 【0071】

本発明の纖維処理剤中におけるシリコーンの含有量は、処理後の天然由来纖維の感触を改善し、本発明の効果を一層向上させる観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、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。纖維処理剤が多剤式である場合、シリコーンは第一剤に含有してもよく、第二剤に含有してもよく、第一剤と第二剤の両方に含有していてもよい。

#### 【0072】

##### [カチオン性ポリマー]

また、本発明の纖維処理剤は、処理後の天然由来纖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。

#### 【0073】

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。

#### 【0074】

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；ループリゾール・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；ループリゾール・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／アクリリアミド共重合体（ポリクオタニウム-7、例えばマーコート550；ループリゾール・アドバンスト・マテリアルズ社）等が挙げられる。

#### 【0075】

好適な4級化ポリビニルピロドン誘導体の具体例としては、ビニルピロ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。

#### 【0076】

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。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 7 7 】

本発明の纖維処理剤中におけるカチオン性ポリマーの含有量は、処理後の天然由来纖維の感触を改善する観点から、纖維処理剤の全組成を基準として、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。纖維処理剤が多剤式である場合、カチオン性ポリマーは第一剤に含有してもよく、第二剤に含有してもよく、第一剤と第二剤の両方に含有していてもよい。

## 【 0 0 7 8 】

更に、本発明の纖維処理剤には、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、塩酸等のpH調整剤を含有することができる。

10

## 【 0 0 7 9 】

## 〔 pH 〕

本発明の纖維処理剤のpHは、天然由来纖維のダメージ抑制の観点から、1剤式の場合、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以上であり、また、好ましくは11.0以下、より好ましくは9.0以下、更に好ましくは7.0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、本発明の纖維処理剤のpHは、天然由来纖維のダメージを抑制する観点から、1剤式の場合、好ましくは3.0～11.0、より好ましくは3.5～9.0、更に好ましくは4.0～7.0である。

20

多剤式の場合は、成分(A)を含有する剤、すなわち第二剤、及び成分(B)を含有する剤、すなわち第一剤共に、上記範囲とすることが好ましい。なお、本発明において、毛髪処理剤のpHとは、毛髪処理剤を希釈等することなく、室温(25 )において、pHメーター(HORIBA製 / 型番：F-52)でそのまま測定して得られた値を指す。

## 【 0 0 8 0 】

## 〔 繊維処理剤の保管方法 〕

以上のようにして製造された纖維処理剤を、纖維に適用するまでに輸送・保管する場合には、成分(B)の酸化着色や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、酸化着色や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。

30

## 【 0 0 8 1 】

## 〔 繊維処理方法 〕

## ( 基本的処理 )

本発明の纖維処理剤を用いて、下記工程(i)を含む方法で天然由来纖維を処理することにより、天然由来纖維の伸縮性(粘り強さ)を高度に維持したまま、天然由来纖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) 本発明の纖維処理剤に天然由来纖維を浸漬する工程

40

## 【 0 0 8 2 】

なお、纖維処理剤が多剤式である場合、例えば成分(B)及び(C)を含有する第一剤と成分(A)及び(C)を含有する第二剤とを含む場合、工程(i)は、第一剤と第二剤の一方に纖維を浸漬した後、他方に浸漬する工程となるが、最初に第一剤に浸漬し、次いで第二剤に浸漬することが好ましい。

## 【 0 0 8 3 】

本発明の纖維処理剤が1剤式である場合、そのまま纖維に適用してもよいが、処理剤の濁度上昇を招かない程度に、一定時間加熱してから纖維に適用することで、纖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)を含んでもよい。

(0) 繊維処理剤を加熱する工程

## 【 0 0 8 4 】

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

50

しくは45以上、更に好ましくは50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とする観点から、好ましくは100以下、より好ましくは80以下、更に好ましくは70以下である。

#### 【0085】

工程(0)における加熱時間は、成分を混合し調製した直後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、天然由来纖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0.2T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、天然由来纖維に対する処理能力を長時間発揮させる観点から、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。

10

#### 【0086】

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。纖維処理剤の濁度は、室温(25)において、纖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。

#### 【0087】

工程(i)において、纖維処理剤に浸漬する天然由来纖維は、乾燥していても濡れてもよい。天然由来纖維を浸漬する纖維処理剤の量は、天然由来纖維の質量に対する浴比で(纖維処理剤の質量 / 天然由来纖維の質量)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。

20

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。なお、纖維処理剤が多剤式である場合、上記の浴比は、それぞれの剤ごとに適用される。

#### 【0088】

また、工程(i)では、あらかじめ天然由来纖維をカーラー等で固定し、次いで、加熱下で、本発明の纖維処理剤に浸漬してもよい。このようにすることで、天然由来纖維に対し、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。

30

#### 【0089】

工程(i)における纖維処理剤への天然由来纖維の浸漬は、加熱下において行うことが好ましく、この加熱は纖維処理剤を加温することで行われる。なお、この加熱は、加熱状態の纖維処理剤に天然由来纖維を浸漬することで行ってもよいが、低温の纖維処理剤に天然由来纖維を浸漬した後加熱することで行ってもよい。纖維処理剤の温度は、成分(A)、成分(B)と天然由来纖維内の纖維構成分子、例えばタンパク質分子との相互作用を大きくし、また天然由来纖維内において成分(A)と成分(B)との縮合反応を促進することで本発明の効果を得るために、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、天然由来纖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。なお、纖維処理剤が多剤式である場合、上記の温度は、それぞれの剤ごとに適用される。

40

#### 【0090】

纖維処理剤中の成分(A)と成分(B)は、纖維内に浸透した後に縮合物となり、纖維との相互作用により本発明の効果を発揮するほか、1剤式の纖維処理剤中においても縮合して水溶性の縮合物となり、同様に纖維内に浸透した後に、より分子量の大きな縮合物となって本発明の効果を発揮する。一方、纖維処理が進むにつれ、1剤式纖維処理剤中の水溶性縮合物同士が結合して水不溶性縮合物が徐々に生成し、纖維処理剤の濁りを上昇させる原因となる。この水不溶性縮合物が纖維に接触すると、纖維の表面に硬い樹脂の層が形成され、纖維の屈曲や延伸といった運動を制限することで、纖維の伸縮性(粘り強さ)を維持にくくなる。このため、工程(i)は、天然由来纖維の伸縮性(粘り強さ)をより高める觀

50

点及び纖維表面の感触を向上する観点から、1剤式纖維処理剤の濁度ができるだけ低い状態で行なうことが望ましく、処理中の纖維処理剤の濁度は、好ましくは1000NTU以下、より好ましくは500NTU以下、更に好ましくは100NTU以下、更により好ましくは20NTU以下である。なお、上記の纖維処理剤の濁度とは、成分(A)と(B)からなる縮合物に由来する濁りによるものを指し、これ以外に濁りの原因となる成分を含有する場合には、成分(A)と(B)からなる縮合物に起因する濁りのみを考慮するものとする。また、縮合物の定量は、たとえば、穴径0.1μmのメンブレンフィルターでろ過後、誘導体化熱分解GC/MS法により定量することができる。

#### 【0091】

纖維処理剤が1剤式である場合の工程(i)における浸漬時間は、成分を混合し調製した直後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、天然由来纖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、天然由来纖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。10

#### 【0092】

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、天然由来纖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、天然由来纖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。なお、纖維処理剤が多剤式である場合、上記の浸漬時間は、それぞれの剤ごとに適用される。20

#### 【0093】

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、天然由来纖維が浸漬されている纖維処理剤の容器を、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。

#### 【0094】

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

#### 【0095】

これらの処理によって、天然由来纖維内に成分(A)及び(B)が浸透し、天然由来纖維内の纖維構成分子、例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、天然由来纖維内において成分(A)と成分(B)との縮合物が生成する。このため、本発明の方法により処理された天然由来纖維の形状は、洗浄しても崩れない。30

#### 【0096】

纖維処理剤が1剤式である場合、工程(i)の処理中に処理剤の濁度が上がると、天然由来纖維の表面に硬い樹脂の層が形成され、天然由来纖維の伸縮性(粘り強さ)を高度に維持しづらくなり、また纖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纖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纖維は、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、纖維処理剤が1剤式である場合、工程(i)の後に、下記工程(ii-a)を含み、工程(i)と工程(ii-a)を2回以上繰り返すことが好ましい。40

(ii-a) 1剤式処理剤の濁度が1000NTUを超える前に天然由来纖維を処理剤から取り出す工程

#### 【0097】

一方、纖維処理剤が多剤式である場合は、工程(i)の後は、下記工程(ii-b)により、単に天然由来纖維を処理剤から取り出せばよい。

(ii-b) 天然由来纖維を処理剤から取り出す工程

#### 【0098】

10

20

30

40

50

上記工程(ii-a)又は工程(ii-b)で天然由来纖維を処理剤から取り出した後は、天然由来纖維の表面をすすぎ、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纖維をすすぐ工程

【0099】

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

【0100】

[更に追加してもよい処理]

本発明の纖維処理方法は、前述の工程(i)～(iii)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、纖維伸縮性（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。

【0101】

この際、脱色、及び染色の各処理は、前述の工程(i)～(iii)の前に行っても、後に行ってもよく、また、工程(i)～(iii)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て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。

20

【0102】

一方、疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げ、纖維伸縮性（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)の後に行う必要がある。また、疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げ、纖維伸縮性（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)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。また、疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げ、纖維伸縮性（粘り強さ）のさらなる向上のための加熱処理は、どちらを先に行ってもよい。

【0103】

(脱色)

30

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纖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、天然由来纖維を浸漬する前に混合される。

【0104】

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。

40

【0105】

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。

【0106】

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。

50

## 【0107】

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。

## 【0108】

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。

10

## 【0109】

## (染色)

染色は、染色剤組成物に天然由来纖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。

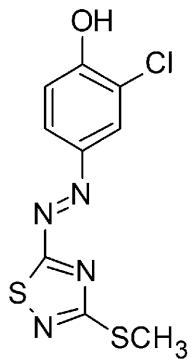
## 【0110】

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。

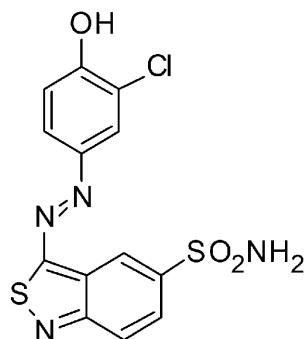
20

## 【0111】

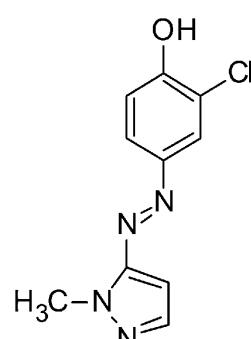
## 【化7】



HC レッド18



HC ブルー18



HC イエロー16

30

## 【0112】

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。

40

## 【0113】

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

50

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

## 【0114】

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。

20

## 【0115】

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。

30

## 【0116】

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。

## 【0117】

これらの直接染料は、単独で又は2種以上を組み合わせて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。

40

## 【0118】

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。

## 【0119】

染色剤組成物が染料として直接染料のみを含む場合は、天然由来纖維を染色するために酸化剤は不要であるが、天然由来纖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。

50

## 【 0 1 2 0 】

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（プレカーサー及びカプラー）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、天然由来纖維を浸漬する前に混合される。

## 【 0 1 2 1 】

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プレカーサー及びカプラーを好適に使用することができる。

## 【 0 1 2 2 】

プ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

## 【 0 1 2 3 】

カプラーとしては、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-ヒドロキシンドール、5-ヒドロキシンドール、6-ヒドロキシンドール、7-ヒドロキシンドール、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-ブロモ-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

## 【 0 1 2 4 】

染色剤組成物中におけるプレカーサー及びカプラーの含有量は、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。

## 【 0 1 2 5 】

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

1020304050

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。

#### 【0126】

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。

#### 【0127】

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、天然由来纖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。

#### 【0128】

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。

#### 【0129】

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。

#### 【0130】

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。

#### 【0131】

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、エマルション、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。

#### 【0132】

染色剤組成物の温度は、染色剤組成物を天然由来纖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。

#### 【0133】

(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)の感触向上のための表面仕上げ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纖維を浸漬することによって行われる。

#### 【0134】

表面仕上げ剤は、以下の成分(F)及び水を含有する。

(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、ヘキシリルアミン、ドデシルアミ

10

20

30

40

50

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-ペントデカフルオロ-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

【0135】

〔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

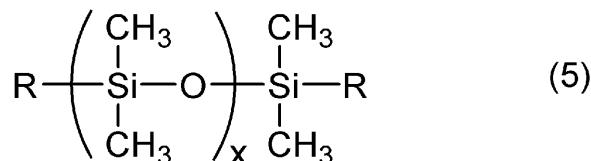
【0136】

<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。

【0137】

【化8】



20

【0138】

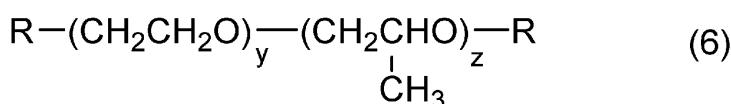
〔式中、Rは末端にオキシラニル基又はオキセタニル基を有する、ヘテロ原子を含んでもよい炭素数1～6の炭化水素基を示し、xは1～1000の数を示す。〕

【0139】

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。

【0140】

【化9】



30

【0141】

〔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。〕

【0142】

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。

【0143】

<化合物(c)>

40

50

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ロキシシラン、アミノプロピルトリtert-ブロ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て使用することができる。

#### 【0144】

##### <化合物(d)>

10

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。

- ・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、ヘキシリルアミン、ドデシリルアミン、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-ペントデカフルオロ-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、ジヘキシリルアミン、ジシクロヘキシリルアミン、ピペリジン、ピロリジンフタルイミド、ポリマーアミン

20

#### 【0145】

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て使用することができる。

#### 【0146】

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セタニル基の化合物(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

#### 【0147】

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。

40

#### 【0148】

表面仕上げ剤中における成分(F)の含有量は、天然由来纖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

#### 【0149】

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。

#### 【0150】

10

天然由来纖維を浸漬する表面仕上げ剤の量は、天然由来纖維の質量に対する浴比（表面仕上げ剤の質量／天然由来纖維の質量）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。

#### 【0151】

20

（後加熱：纖維伸縮性（粘り強さ）の更なる向上のための加熱処理）

更に天然由来纖維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、天然由来纖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、天然由来纖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。

#### 【0152】

加熱時の纖維延伸率は、纖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、纖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。

#### 【0153】

30

加熱温度は、纖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、纖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。

#### 【0154】

加熱時間は、纖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、纖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。

#### 【0155】

加熱後、纖維の伸縮性をより効果的に向上させる観点から、天然由来纖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。

#### 【0156】

40

この際の延伸率は、纖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、纖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。

#### 【0157】

水温は、纖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、纖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。

#### 【0158】

水中での静置時間は、纖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、纖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。

#### 【0159】

この操作により、工程(i)～(iii)の重合条件次第では、纖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。

#### 【0160】

##### (着色の抑制又は除去)

更に、本発明の纖維処理剤による処理を行った天然由来纖維における着色を抑制又は除去する目的で、前述した成分(E)を含有する組成物によって処理することができる。好ましい成分(E)は前述したのと同様である。上記組成物は成分(E)の水溶液であることが好ましい。また、この組成物のpHは、天然由来纖維の強度を低下させない観点から、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以上であり、また、好ましくは9.0以下、より好ましくは7.0以下、更に好ましくは6.0以下である。

10

#### 【0161】

前記組成物中における成分(E)の含有量は、天然由来纖維の着色を抑制又は除去する効果を発現させる観点から、好ましくは0.5質量%以上、より好ましくは1.0質量%以上、更に好ましくは2.0質量%以上であり、還元作用により天然由来纖維の強度を低下させない観点から、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5.0質量%以下である。

20

#### 【0162】

成分(E)を含有する組成物による処理温度は、天然由来纖維の着色を抑制又は除去する効果を発現させる観点から、好ましくは5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、黄色系の着色が新たに生じるのを回避する観点から、好ましくは100以下、より好ましくは60以下、更に好ましくは40以下である。

#### 【0163】

成分(E)を含有する組成物による処理時間は、天然由来纖維の着色を抑制又は除去する効果を発現させる観点から、好ましくは1秒以上、より好ましくは30秒以上、更に好ましくは1分以上であり、また、黄色系の着色が新たに生じるのを回避する観点から、好ましくは60分以下、より好ましくは30分以下、更に好ましくは15分以下である。

30

#### 【0164】

また、成分(E)を含有する組成物による処理と同様に、本発明の纖維処理剤による処理を行った天然由来纖維における着色を抑制又は除去する目的で、以下の成分(G)を含有する組成物によって天然由来纖維を処理することができる。

成分(G)：キレート作用のある化合物

#### 【0165】

##### [成分(G)：キレート作用のある化合物]

成分(G)としては、ヒドロキシ基、カルボキシ基及びリン酸基の合計が2個以上である化合物が挙げられ、具体的には、エチドロン酸、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム、カテコール-3,5-ジスルホン酸二ナトリウム一水和物、フィチン酸が好ましく例示される。

40

#### 【0166】

上記成分(G)を含有する組成物は、水溶液であることが好ましい。またこの組成物のpHは、天然由来纖維の強度を低下させない観点から、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以上であり、また、好ましくは9.0以下、より好ましくは7.0以下、更に好ましくは6.0以下である。

#### 【0167】

成分(G)は、いずれかを単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。成分(G)を含有する組成物中における成分(G)の含有量は、天然由来纖維の着色を抑制又は除去する効果を発現させる観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、更に好ましくは2.0質量%以上であり、また、纖維強度の低下を抑制する観点か

50

ら、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5.0質量%以下である。

#### 【0168】

成分(G)を含有する組成物による処理温度は、天然由来纖維の着色を抑制又は除去する効果を発現させる観点から、好ましくは5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、纖維強度の低下を抑制する観点から、好ましくは100以下、より好ましくは60以下、更に好ましくは40以下である。

#### 【0169】

成分(G)を含有する組成物による処理時間は、天然由来纖維の着色を抑制又は除去する効果を発現させる観点から、好ましくは1秒以上、より好ましくは30秒以上、更に好ましくは1分以上であり、また、纖維強度の低下を抑制する観点から、好ましくは72時間以下、より好ましくは48時間以下、更に好ましくは24時間以下である。

10

#### 【0170】

天然由来纖維の着色の抑制又は除去の目的とする処理としては、成分(E)を含有する組成物による処理と成分(G)を含有する組成物による処理を併用することがより好ましい。本発明の纖維処理剤による処理で生じる纖維着色は、茶褐色系の酸化着色(成分(E)の硫黄含有還元剤による処理で対処可)、及び黄色系のカテキン金属錯体発色(成分(G)のキレート剤による処理で対処可)の両者であると考えられ、それぞれに対応した脱色処理を実施することで、纖維の着色をより良く抑制することができると考えられる。

20

#### 【0171】

成分(E)を含有する組成物による処理と成分(G)を含有する組成物による処理とを併用する場合、両組成物による処理を順次(処理順は問わない)行ってもよいが、成分(E)及び(G)を含有する単一の組成物を用いて、一度に処理を行うこともできる。この場合における上記組成物中における各成分の含有量、処理温度、処理時間は、前述の別個の組成物を用いる場合と同様である。なお、処理時間に関しては、成分(E)を含有する組成物より成分(G)を含有する組成物の方が上限が長時間となっているが、両成分を含有する単一の組成物による処理の場合は、黄色系の着色が新たに生じるのを回避する観点から、成分(E)を含有する組成物についての処理時間の範囲とすればよい。

#### 【0172】

以上の纖維処理方法によって、天然由来纖維を処理することにより、纖維内に成分(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、天然由来纖維の伸縮性(粘り強さ)を高度に改善した頭飾製品用纖維を製造することができ、また、当該纖維を用いて頭飾製品を製造することができる。

30

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、ウィービング、ヘアーエクステンション、ブレードヘア、ヘアーアクセサリー、ドールヘア等が挙げられる。

#### 【0173】

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。

#### 【0174】

<1>

40

単一の組成物から構成される1剤式纖維処理剤又は複数の組成物から構成される多剤式纖維処理剤であって、その全組成中に以下の成分(A)～(C)を含有する纖維処理剤(ただし、成分(A)及び(B)の一部又は全部が、両者から生成する縮合物の状態となっていてもよい)。

(A)：分子内の2つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物

(B)：メタ位の少なくとも1ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも1ヶ所が水素原子であるフェノール化合物(ただし、メタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共に水酸基が置換してもよいベンゼン環を形成してもよい)

(C)：水

#### 【0175】

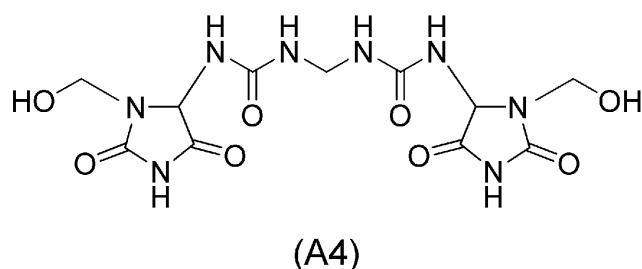
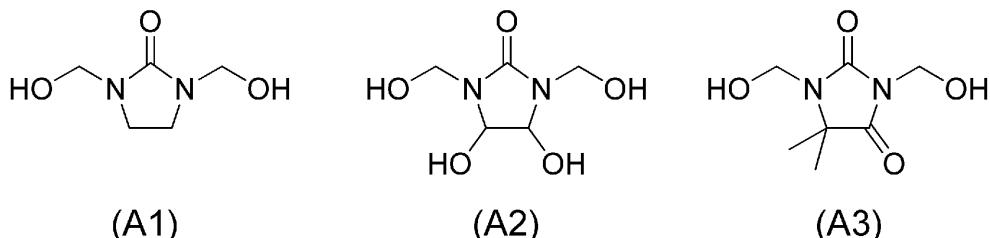
50

&lt; 2 &gt;

成分(A)が、好ましくは以下に示す化合物(A1)～(A4)、より好ましくは化合物(A3)及び(A4)から選ばれる1種以上、更に好ましくは化合物(A3)である、<1>に記載の纖維処理剤。

【0 1 7 6】

【化10】



【0 1 7 7】

&lt;3&gt;

纖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、纖維処理剤の全組成を基準として、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、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>又は<2>に記載の纖維処理剤。

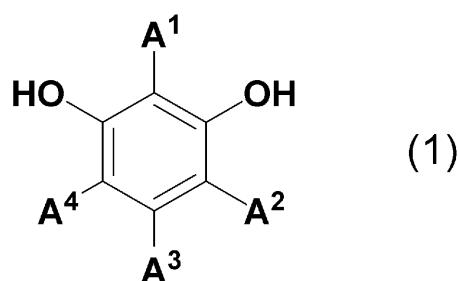
【0 1 7 8】

&lt;4&gt;

好ましくは、成分(B)が、次の成分(B1)、(B2)及び(B3)；  
 (B1)一般式(1)で表されるレゾルシン誘導体

【0 1 7 9】

【化11】



【0 1 8 0】

〔式中、

$\text{A}^1 \sim \text{A}^4$ は、同一でも異なってもよく、水素原子、水酸基、ハロゲン原子、カルボキシル基若しくはその塩、スルホン酸基若しくはその塩、炭素数1～6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1～6の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキ

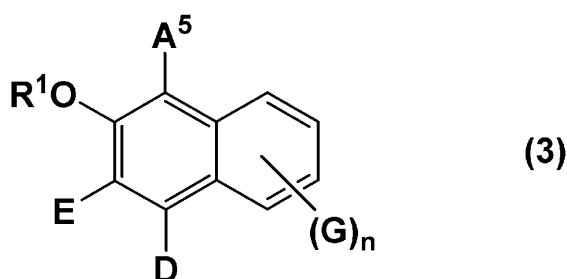
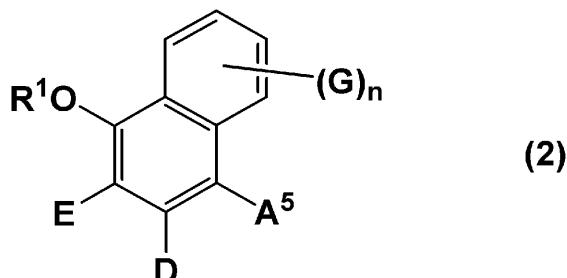
50

シ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。】

(B2)一般式(2)又は(3)で表されるナフトール誘導体

【0 1 8 1】

【化12】



10

20

30

40

【0 1 8 2】

〔式中、

R¹は、水素原子又はメチル基を示し、

A⁵は、水素原子、炭素数1～12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、置換基を有してもよい炭素数7～12のアラルキル基若しくはアリールアルケニル基、炭素数1～6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、ハロゲン原子又は-CO-R²(R²は炭素数1～12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、置換基を有してもよい炭素数7～12のアラルキル基若しくはアリールアルケニル基又は置換基を有してもよい炭素数6～12の芳香族炭化水素基)を示し、Dは、水素原子、水酸基、メチル基又は炭素数1～12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し、

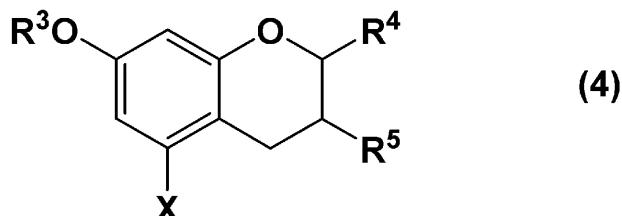
Eは、水素原子、水酸基、炭素数1～6の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1～6の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示し、

Gは、水酸基、炭素数1～6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1～6のアルコキシ基を示し、nは0から2の整数を示す。】

(B3)一般式(4)で表されるフラバン-3-オール(Flavan-3-ol)誘導体

【0 1 8 3】

【化13】



【0 1 8 4】

〔式中、

50

R<sub>3</sub>は、水素原子又はメチル基を示し、

Xは、水素原子、水酸基又はメトキシ基を示し、

R<sub>4</sub>は、水酸基又はメトキシ基が3個まで置換してもよく1,3-ジオキソランとの縮合環を形成してもよい芳香族炭化水素基を示し、

R<sub>5</sub>は、水酸基、メトキシ基、若しくは水酸基若しくはメトキシ基が3個まで置換してもよく1,3-ジオキソランとの縮合環を形成してもよい芳香族炭化水素基、又は水酸基若しくはメトキシ基が3個まで置換してもよいアリールカルボニルオキシ基若しくはアラルキルカルボニルオキシ基を示す。】

から選ばれる1種以上、より好ましくはレゾルシン、1-ナフトール、2-ナフトール、3-メチルナフタレン-1-オール、ナフタレン-1,5-ジオール、ナフタレン-1,8-ジオール、カテキン(Catechin)、エピカテキン(Epicatechin)、エピガロカテキン(Epigallcatechin)、カテキンガレート(Catechin gallate)、エピカテキンガレート(Epicatechin gallate)、エピガロカテキンガレート(Epigallocatechin gallate)、茶抽出物から選ばれる1種以上、更に好ましくはレゾルシン、カテキン(Catechin)、エピカテキン(Epicatechin)、エピガロカテキン(Epigallocatechin)、カテキンガレート(Catechin gallate)、エピカテキンガレート(Epicatechin gallate)、エピガロカテキンガレート(Epigallocatechin gallate)、茶抽出物から選ばれる1種以上である、<1>～<3>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0185】

<5>

纖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、纖維処理剤の全組成を基準として、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80質量%以下、より好ましくは60質量%以下、更に好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下、更により好ましくは30質量%以下、更により好ましくは25質量%以下、更により好ましくは20質量%以下である、<1>～<4>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0186】

<6>

纖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、纖維処理剤の全組成を基準として、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5質量%以上、更に好ましくは10質量%以上、更に好ましくは15質量%以上、更に好ましくは20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、更に好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下である、<1>～<5>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0187】

<7>

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0.1以上、より好ましくは0.3以上、更に好ましくは0.5以上であり、また、好ましくは20未満、より好ましくは15以下、更に好ましくは10以下、更により好ましくは7.5以下である、<1>～<6>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0188】

<8>

纖維処理剤中における成分(C)の含有量が、纖維処理剤の全組成を基準として、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項に記載の纖維処理剤。

【0189】

10

20

30

40

50

&lt; 9 &gt;

成分(B)及び(C)を含有する第一剤と成分(A)及び(C)を含有する第二剤とを含む多剤式である<1>～<8>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0190】

&lt;10&gt;

纖維処理剤が1剤式であって、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項に記載の纖維処理剤。

(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）

【0191】

&lt;11&gt;

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、<10>に記載の纖維処理剤。

【0192】

&lt;12&gt;

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、<10>又は<11>に記載の纖維処理剤。

【0193】

&lt;13&gt;

纖維処理剤中における成分(D)の含有量が、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、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、<10>～<12>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0194】

&lt;14&gt;

好ましくは、更に以下の成分(E)を含有する、<1>～<13>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

(E)：硫黄含有還元剤

【0195】

&lt;15&gt;

成分(E)が、好ましくは亜硫酸塩及びチオール化合物から選ばれる1種以上、より好ましくは亜硫酸ナトリウム、ピロ亜硫酸ナトリウム、チオグリセリン、及びメスナ(2-メルカプトエタンスルホン酸ナトリウム)から選ばれる1種以上、更に好ましくは亜硫酸ナトリウムである、<14>に記載の纖維処理剤。

【0196】

&lt;16&gt;

纖維処理剤中における成分(E)の含有量が、纖維処理剤の全組成を基準として、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2.0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5.0質量%以下である、<14>又は<15>に記載の纖維処理剤。

【0197】

&lt;17&gt;

成分(A)に対する成分(E)のモル比(E)/(A)が、好ましくは0.1以上、より好ましくは0.3

10

20

30

40

50

以上、更に好ましくは0.5以上であり、また、好ましくは3.0以下、より好ましくは1.5以下、更に好ましくは1.0以下である、<14>～<16>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

## 【0198】

&lt;18&gt;

好ましくは、更にカチオン性界面活性剤を含有する、<1>～<17>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

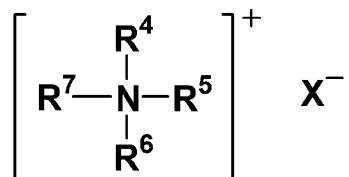
## 【0199】

&lt;19&gt;

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 10

## 【0200】

## 【化14】



20

## 【0201】

[式中、R<sup>4</sup>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、R<sup>8</sup>-CO-NH-(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>-又はR<sup>8</sup>-CO-O-(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>-（R<sup>8</sup>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<sup>5</sup>、R<sup>6</sup>及びR<sup>7</sup>は独立して、炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のヒドロキシリアルキル基を示し、X<sup>-</sup>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。]

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、<18>に記載の纖維処理剤。 30

## 【0202】

&lt;20&gt;

カチオン性界面活性剤の含有量が、纖維処理剤の全組成を基準として、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、<18>又は<19>に記載の纖維処理剤。

## 【0203】

&lt;21&gt;

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>～<20>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。 40

## 【0204】

&lt;22&gt;

シリコーンの含有量が、纖維処理剤の全組成を基準として、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、<21>に記載の纖維処理剤。

## 【0205】

&lt;23&gt;

好ましくは、更にカチオン性ポリマーを含有する、<1>～<22>のいずれか1項に記

40

50

載の纖維処理剤。

【0206】

<24>

カチオン性ポリマーの含有量が、纖維処理剤の全組成を基準として、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、<23>に記載の纖維処理剤。

【0207】

<25>

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以上であり、また、好ましくは11.0以下、より好ましくは9.0以下、更に好ましくは7.0以下である、<1>～<24>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0208】

<26>

好ましくは天然由来纖維用、より好ましくは天然の動植物から採取した纖維用、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纖維用、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纖維及び絹フィブロインを原料とする再生絹纖維から選ばれる再生蛋白質纖維用、更により好ましくは再生コラーゲン纖維用の処理剤である、<1>～<25>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

10

20

【0209】

<27>

下記工程(i)を含む纖維処理方法。

(i) <1>～<26>のいずれか1項に記載の纖維処理剤に、纖維を浸漬する工程

【0210】

<28>

纖維処理剤が1剤式であって、好ましくは、工程(i)が、処理剤の濁度が1000NTU以下である状態を維持したまま行われる、<29>に記載の纖維処理方法。

【0211】

<29>

纖維処理剤が1剤式であって、好ましくは、工程(i)の前に下記工程(0)を行う、<27>又は<28>に記載の纖維処理方法。

30

(0) 纖維処理剤を加熱する工程

【0212】

<30>

工程(0)における加熱時間が、成分を混合し調製した直後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0.2T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、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、<29>に記載の纖維処理方法。

40

【0213】

<31>

工程(i)において纖維を浸漬する纖維処理剤の量が、纖維の質量に対する浴比で(纖維処理剤の質量 / 纖維の質量)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>～<30>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

【0214】

<32>

工程(i)における纖維処理剤の温度が、好ましくは20以上、より好ましくは35以上

50

、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>～<31>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

## 【0215】

&lt;33&gt;

纖維処理剤が1剤式であって、工程(i)における浸漬時間が、成分を混合し調製した直後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>～<32>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。 10

## 【0216】

&lt;34&gt;

纖維処理剤が1剤式であって、好ましくは、工程(i)の後に下記工程(ii-a)を行い、工程(i)と工程(ii-a)を2回以上繰り返す、<27>～<33>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

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

## 【0217】

&lt;35&gt;

纖維処理剤が多剤式であって、工程(i)が、好ましくは<9>に記載の第一剤と第二剤の一方に纖維を浸漬した後、他方に浸漬する工程、より好ましくは最初に<9>に記載の第一剤に浸漬し、次いで<9>に記載の第二剤に浸漬する工程である、<27>、<31>又は<32>に記載の纖維処理方法。 20

## 【0218】

&lt;36&gt;

工程(i)の後に下記工程(ii-b)を行う、<35>に記載の纖維処理方法。

(ii-b) 纖維を処理剤から取り出す工程

## 【0219】

&lt;37&gt;

好ましくは、工程(ii-a)又は工程(ii-b)の後に下記工程(iii)を行う、<34>又は<36>に記載の纖維処理方法。 30

(iii) 取り出した纖維をすぐ工程

## 【0220】

&lt;38&gt;

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、<37>に記載の纖維処理方法。

(D)：ハンセンの溶解度パラメータのSP値が16 MPa<sup>1/2</sup>以上40 MPa<sup>1/2</sup>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）

## 【0221】

&lt;39&gt;

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、<38>に記載の纖維処理方法。 40

## 【0222】

&lt;40&gt;

好ましくは、工程(i)～(iii)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纖維を浸漬する工程を行う、<27>～<39>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

(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

50

(c) アミノプロピルトリアルコキシラン

(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、ヘキシリアルアミン、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-ペントデカフルオロ-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、ジヘキシリアルアミン、ジシクロヘキシリアルアミン、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

【0223】

<41>

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

【0224】

<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>に記載の纖維処理方法。

【0225】

<43>

好ましくは、更に、纖維にテンションをかけて延伸しながら加熱する、<27>～<42>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

【0226】

<44>

加熱時の纖維延伸率が、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、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、<43>に記載の纖維処理方法。

【0227】

<45>

加熱温度が、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、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、<43>又は<44>に記載の纖維処理方法。

【0228】

<46>

加熱時間が、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、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、<43>～<45>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

【0229】

<47>

好ましくは、加熱後、纖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、<43>～<46>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

【0230】

<48>

延伸率が、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、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、<47>に記載の纖維処理方法。

10

20

30

40

50

## 【0231】

&lt;49&gt;

水温が、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、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、<47>又は<48>に記載の纖維処理方法。

## 【0232】

&lt;50&gt;

水中での静置時間が、好ましくは1分以上、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、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、<47>～<49>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

10

## 【0233】

&lt;51&gt;

更に、処理後の纖維を、以下の成分(E)を含有する組成物によって処理する、<27>～<50>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

(E) : 硫黄含有還元剤

## 【0234】

&lt;52&gt;

更に、処理後の纖維を、以下の成分(G)を含有する組成物によって処理する、<27>～<51>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

20

(G) : キレート作用のある化合物

## 【0235】

&lt;53&gt;

更に、処理後の纖維を、以下の成分(E)及び(G)を含有する組成物によって処理する、<27>～<50>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

(E) : 硫黄含有還元剤

(G) : キレート作用のある化合物

## 【0236】

&lt;54&gt;

処理対象の纖維が、好ましくは天然由来纖維、より好ましくは天然の動植物から採取した纖維、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纖維、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纖維及び絹フィブロインを原料とする再生絹纖維から選ばれる再生蛋白質纖維、更により好ましくは再生コラーゲン纖維である、<27>～<53>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

30

## 【0237】

&lt;55&gt;

<27>～<54>のいずれか1項に記載の纖維処理方法によって、纖維を処理する工程を含む、頭飾製品用纖維の製造方法。

## 【0238】

&lt;56&gt;

<27>～<54>のいずれか1項に記載の纖維処理方法によって、纖維を処理する工程を含む、頭飾製品の製造方法。

40

## 【0239】

&lt;57&gt;

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纖維。

(A) : 分子内の2つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物

(B) : メタ位の少なくとも1ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも一か所が水素原子であるフェノール化合物(ただし、メタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共に水酸基が置換してもよいベンゼン環を形成してもよい)

## 【0240】

50

&lt; 58 &gt;

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

(A) : 分子内の 2 つの窒素原子にそれぞれメチロール基が結合した構造を有する化合物

(B) : メタ位の少なくとも 1ヶ所に電子供与基を有し、オルト位とパラ位の少なくとも一か所が水素原子であるフェノール化合物(ただし、メタ位の電子供与基は隣接する炭素原子と共に水酸基が置換してもよいベンゼン環を形成してもよい)

【 0 2 4 1 】

&lt; 59 &gt;

以下の成分(A)～(C)を含有する纖維処理剤。

(A) DMDMヒダントイン又はイミダゾジニル尿素 10～50質量%

(B) レゾルシン又はカテキン類 5～30質量%

(C) 水 残量

【 0 2 4 2 】

&lt; 60 &gt;

纖維処理剤が 1 剤式であって、更に以下の成分(D)を含有する < 59 > に記載の纖維処理剤。

(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、及び 1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノンから選ばれる 1 種以上 15～45質量%

【 0 2 4 3 】

&lt; 61 &gt;

以下の成分(A)～(C)及び(E)を含有する纖維処理剤。

(A) DMDMヒダントイン又はイミダゾジニル尿素 10～50質量%

(B) レゾルシン又はカテキン類 5～30質量%

(C) 水 残量

(E) 亜硫酸ナトリウム、チオグリセリン、及びメスナ(2-メルカプトエタンスルホン酸ナトリウム)から選ばれる 1 種以上 2～10質量%

【 0 2 4 4 】

&lt; 62 &gt;

好みしくは天然由来纖維用、より好みしくは天然の動植物から採取した纖維用、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纖維用、更に好みしくはコラーゲンを原料とする再生コラーゲン纖維及び絹フィブロインを原料とする再生絹纖維から選ばれる再生蛋白質纖維用、更により好みしくは再生コラーゲン纖維用の処理剤である、< 59 >～< 61 > のいずれか 1 項に記載の纖維処理剤。

【 0 2 4 5 】

&lt; 63 &gt;

< 59 >～< 62 > のいずれか 1 項に記載の纖維処理剤と、成分(F)及び(C)を含有する表面仕上げ剤を含む、纖維処理剤キット。

(F) ポリシリコーン-29 0.1～15質量%

(C) 水 残量

【 実施例 】

【 0 2 4 6 】

実施例 1～9、比較例 1、2

表 1 に示す处方の組成物を用い、下記方法に従って再生コラーゲン纖維を処理し、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、纖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(850 nm) / 検出器: 結晶シリコン太陽電池モジュール)の測定セル(25 × 60 mm ホウケイ酸ガラス)に入れて測定した。

10

20

30

40

50

## 【0247】

<処理方法(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. 再生コラーゲン纖維( )0.5gの長さ22cmの毛束を、纖維処理剤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、実施例7以外については、約0.6T(Tは前述のとおり)に相当する時間で統一した。実施例7については、工程(0)を0.3Tに相当する時間加熱した上で纖維を浸漬し、更に0.3Tに相当する時間加熱する操作を2回行った。

：カネカ社製再生コラーゲン纖維を市販エクステンション製品の形態で購入し、そこから纖維を取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纖維種としてUltima100%使用表記があり、色番号が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、トリエチレンゴリコール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。

## 【0248】

10

<纖維引張時の平均破断伸度の増加>

纖維引張時の伸縮性(粘り強さ)の指標として、平均破断伸度、すなわち引張で纖維が延伸されていったときに元の纖維長に対して何%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)の纖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て、以下の手順で行った。

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

2. 纖維片をDIA-STRON limited社製「MTT690 纖維自動引張り試験機」にセットして自動測定を開始し、纖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)での纖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「纖維引張時の平均破断伸度の増加率[%]」として記載した。

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

30

## 【0249】

40

<纖維引張時の平均破断荷重の増加>

纖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)の纖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、纖維10本を切り取った。それぞれの纖維の根本と毛先の中間付近から3cmの纖維片を採取し、合計で10個の3cmの毛髪片を得た。

2. 纖維片をDIA-STRON limited社製「MTT690 纖維自動引張り試験機」にセットして自動測定を開始し、纖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)での纖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が、未処理の状態からどの程度(Y(gf))増加したかを、表中に「纖維引張時の平均破断荷重の増加量[gf]」として記載した。

$$Y(gf) = W₁(gf) - W₀(gf)$$

50

## 【0250】

## &lt;高温アイロンセット時の収縮抑制&gt;

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)の纖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、纖維10本を切り取り、各纖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纖維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5cm/secの速度で10回かけた。

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

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。

## 【0251】

## &lt;熱形状記憶能&gt;

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. 再生コラーゲン纖維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。

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。

## 【0252】

## (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。

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

30

## 【0253】

## ・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5cm/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るながら乾かし(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。

## 【0254】

## (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。

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

40

## 【0255】

## ・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 5 6 】

( 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。

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

#### 【 0 2 5 7 】

< 評価用シャンプーの处方 >

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 5 8 】

< 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 5 9 】

30

40

50

【表1】

		実施例							比較例			
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2
処理剤 (質量%)	(A)	(A3) : DMDMヒドロキシン	25.5	12.8	6.4	25.5	25.5	25.5	25.5	-	-	25.5
		(A4) : イミダゾジニル尿素	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(B)	茶抽出物(*1)	7.5	3.8	1.9	7.5	7.5	7.5	-	-	-	-
	(C)	レゾルシン	-	-	-	-	-	-	15.0	15.0	7.5	-
pH調整剤 pH(25°C)	(D)	水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
		トリエチレンジコール	-	-	-	30.7	-	-	-	-	-	-
		1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		塩酸又は水酸化ナトリウム	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2
合計		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
モル比 (A)/(B)		4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
浴比(繊維に対する処理剤の質量比)		6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	-
工程(0)の加熱(繊維浸漬前の、処方単独での事前加熱)		80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80
処理方法	繊維浸漬中の処方濁度が1000NTUを超えないための対応		なし	なし	なし	なし	なし	50°C1.5h	なし	なし	なし	なし
	加熱条件		繊維 取出し	繊維 取出し	繊維 取出し	繊維 取出し	繊維 取出し	剤交換	繊維 取出し	繊維 取出し	繊維 取出し	繊維 取出し
効果	繊維引張時の平均破断伸度の増加率 [%]		3.0	1.6	1.6	2.1	2.1	3.2	7.5	7.5	1.7	0.0(基準)
	繊維引張時の平均破断荷重の増加量 [gf]		26.2	20.1	9.5	18.0	14.7	36.0	21.4	0.3	27.4	0.0(基準) -1.0
耐久性 向上		高温アイロンセット時の収縮抑制	-	-	-	-	-	-4.4	-	-	-7.7	-
熱形状 記憶能	I : 形状付与(カール)	41	33	24	27	27	-	52	-	37	3	4
	II : 再形狀付与(ストレート)	100	98	97	97	-	97	-	100	-	-	-
	III : 両再形狀付与(カール)	44	35	32	29	25	-	54	-	38	-	-
表面感触の良さ		15	14	13	16	15	15	13	11	12	10	10

\*1: 茶抽出物中のカテキン類の総アクトビティ量として(HPLCにより) Mizukami et al. (2007) J. Agric. Food Chem. 55: 4957-4964に従つて分析)

\*2: pH調整量

## 【0260】

## 実施例10(表面仕上げ処理)

実施例1で処理した後の再生コラーゲン繊維に対し、表2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。

## 【0261】

## &lt;処理方法&gt;

- 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。
- 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。

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（スピンドル法）。

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。

【0262】

【表2】

			実施例10
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°C)		4.0
処理方法	表面仕上げ処理の方法		スピンドル
効果	耐久性向上	繊維引張時の平均破断伸度の増加率 [%]	5.6
		繊維引張時の平均破断荷重の増加量 [gf]	20.2
	表面感触の良さ		24

【0263】

実施例11～13

実施例7～8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180℃ 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5cm/secの速度で6回スライドした後、各種評価を行った（実施例11、13）。

更に、上記アイロン処理後の毛束（実施例11）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12）。

これらの結果を表3に示す。

【0264】

10

20

30

40

50

【表3】

		実施例		
		11	12	13
処理対象		実施例7で処理した 再生コラーゲン繊維	実施例8で処理した 再生コラーゲン繊維	
ヘアアイロン処理		180°C6回スライド	180°C6回スライド	
水浸漬処理		-	40°C1hr	-
耐久性向上	繊維引張時の平均破断伸度の増加率 [%]	12.3	18.5	13.9
	繊維引張時の平均破断荷重の増加量 [gf]	30.5	33.8	27.3
効果	高温アイロンセット時の収縮抑制	-	-	-
	I : 形状付与(カール)	-	48	-
	II : 再形状付与(ストレート)	-	92	-
	III : 再形状付与(カール)	-	46	-
熱形状記憶能		17	18	16
表面感触の良さ				

10

20

30

40

## 【0265】

## 実施例14～17

表4に示す处方の第一剤及び第二剤を用い、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。

なお、表中に記載した各成分の濃度は、それぞれ第一剤中、第二剤中における濃度であり、下に示すとおり、第一剤と第二剤は等量(40g)を使用したので、前述した「繊維処理剤の全組成」としての数値は、表中の数値の半分となる。

## 【0266】

50

## &lt;処理方法&gt;

1. 再生コラーゲン繊維( )0.5gの長さ22cmの毛束を、第一剤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)に浸漬し表中に示す時間加熱した。

：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、そこから繊維を取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、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、水道水の30 流水にて30秒すぎ、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。10

4. 毛束を、第二剤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)に浸漬し表中に示す時間加熱した。

5. 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。

6. 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。20

【0267】

【表4】

			実施例			
			14	15	16	17
第一剤 (質量%)	(B)	茶抽出物(*1)	11.3	5.0	5.0	5.0
	(C)	水	残量	残量	残量	残量
	pH調整剤	塩酸又は水酸化ナトリウム	*2	*2	*2	*2
	合計		100	100	100	100
	pH(25°C)		4.0	4.0	4.0	4.0
	浴比(繊維に対する第一剤の質量比)		80	80	80	80
	加熱条件		50°C 18.0h	50°C 4.0h	50°C 4.0h	50°C 4.0h
第二剤 (質量%)	(A)	(A3):DMDMヒダントイン (A4):イミダゾジニル尿素	20.0 -	-	-	-
	(C)	水	残量	残量	残量	残量
	pH調整剤	塩酸又は水酸化ナトリウム	*2	*2	*2	*2
	合計		100	100	100	100
	pH(25°C)		4.0	4.0	4.0	4.0
	浴比(繊維に対する第二剤の質量比)		80	80	80	80
	加熱条件		50°C 18.0h	50°C 4.0h	50°C 4.0h	50°C 4.0h
モル比(A)/(B)			3.5	0.5	1.0	1.9
効果	耐久性 向上	繊維引張時の平均破断伸度の 増加率[%]	1.5	4.6	3.0	2.8
		繊維引張時の平均破断荷重の 増加量 [gf]	57.8	26.0	33.5	29.9
	熱形状 記憶能	I:形状付与(カール)	38	33	35	33
		II:再形状付与(ストレート)	95	98	98	98
		III:再再形状付与(カール)	30	33	35	33
	表面感触の良さ		17	15	16	15

\*1:茶抽出物中のカテキン類の総アクティブ量として(HPLCにより Mizukami et al.

(2007) J. Agric. Food Chem. 55: 4957-4964 に従って分析)

\*2:pH調整量

## 【0268】

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髪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。

10

20

30

40

50