

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4564053号  
(P4564053)

(45) 発行日 平成22年10月20日 (2010.10.20)

(24) 登録日 平成22年8月6日 (2010.8.6)

(51) Int.Cl. F I  
**DO 6M 15/277 (2006.01)** DO 6M 15/277  
**DO 6M 15/647 (2006.01)** DO 6M 15/647

請求項の数 1 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2007-508340 (P2007-508340)	(73) 特許権者	596012272
(86) (22) 出願日	平成17年3月2日 (2005.3.2)		ダウ・コーニング・コーポレーション
(65) 公表番号	特表2007-532795 (P2007-532795A)		アメリカ合衆国48686ミシガン州ミド
(43) 公表日	平成19年11月15日 (2007.11.15)		ランド、ウェスト・サルツバーグ・ロード
(86) 国際出願番号	PCT/US2005/006756		2200
(87) 国際公開番号	W02005/103362	(74) 代理人	100110423
(87) 国際公開日	平成17年11月3日 (2005.11.3)		弁理士 曾我 道治
審査請求日	平成19年11月27日 (2007.11.27)	(74) 代理人	100084010
(31) 優先権主張番号	60/561, 622		弁理士 古川 秀利
(32) 優先日	平成16年4月12日 (2004.4.12)	(74) 代理人	100094695
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 鈴木 憲七
		(74) 代理人	100111648
			弁理士 梶並 順
		(74) 代理人	100122437
			弁理士 大宅 一宏

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フッ化ポリマー—分岐シリコーンポリエーテルを使用する方法

(57) 【特許請求の範囲】

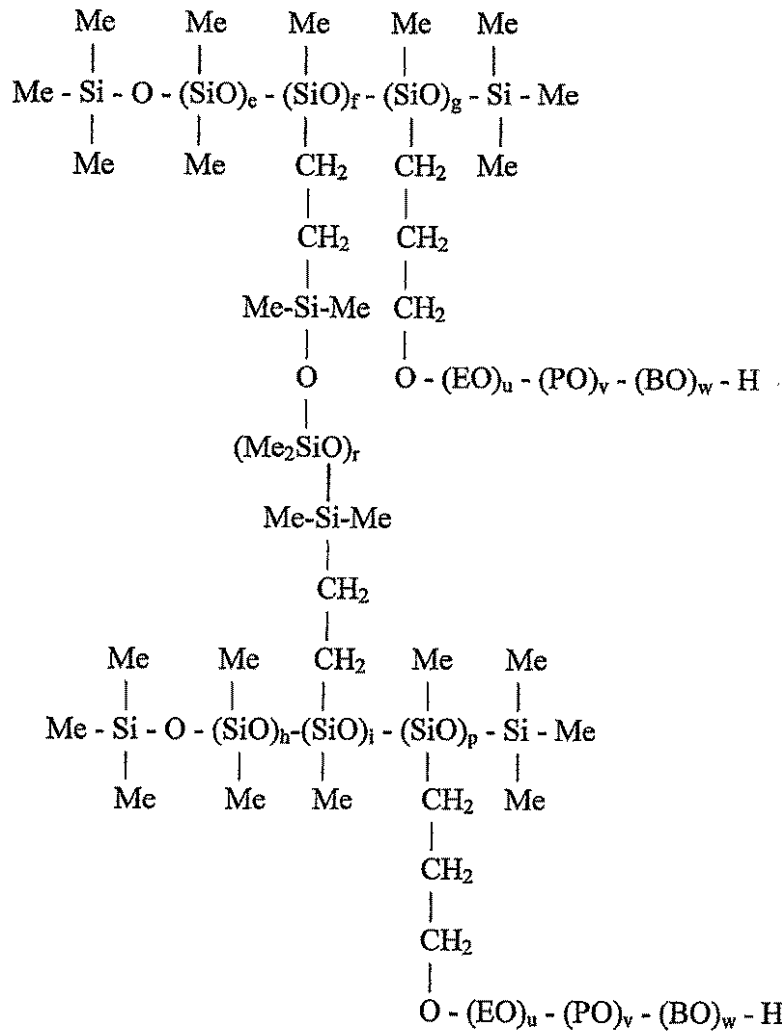
【請求項 1】

繊維もしくはテキスタイルを処理する方法であって：

I ) A ) フッ化アルキルアクリレートコポリマー、フッ素化ポリウレタン、フッ化アルキルアクリレートコポリマーエマルジョン、もしくはフッ素化ポリウレタンエマルジョンから選択されるフッ化ポリマー

B ) 有機ポリシロキサンであって、式；

## 【化 1】



10

20

を有し、式中：

30

Me がメチルEO がエチレンオキシドPO がプロピレンオキシドBO がブチレンオキシド

を表し；

e が 1 ～ 1 0 0 0 の値f が 0 より大きい ～ 3 0 の値g が 1 ～ 1 0 0 0 の値h が 1 ～ 1 0 0 0 の値i が 0 より大きい ～ 3 0 の値

40

p が 1 ～ 1 0 0 0 の値r が 1 ～ 5 0 0 0 の値u が 0 ～ 1 5 0 の値v が 0 ～ 1 5 0 の値w が 0 ～ 1 5 0 の値

を有し、但し、 $u + v + w$  の値が少なくとも 1 である、分岐シリコーンポリエーテルを組み合わせ

II) ステップ I の生成物を、繊維もしくはテキスタイル上に塗布することを含む、方法。

【発明の詳細な説明】

50

## 【技術分野】

## 【0001】

関連出願への相互参照

適用なし。

## 【0002】

本発明は、フッ化ポリマー - 分岐シリコーンポリエーテル組成物によるテキスタイル処理に関する。本フッ化ポリマー - 分岐シリコーンポリエーテル組成物は、フッ化ポリマーと分岐シリコーンポリエーテルとを組み合わせることにより、調製される。得られる組成物は、撥油性もフッ化ポリマーに関する染み落とし特性も有意に消し去ることなく、布の手触りもしくは感触を向上させる。本分岐シリコーンポリエーテルは単独で使用され得、布の感触を向上させ、該布の親水性を消し去らない。

10

## 【背景技術】

## 【0003】

シリコーンは、テキスタイル処理剤として使用され、種々の特性を付与するが、特に、処理布の手触りを向上させるのに使用される。例えば、技術常識の記述に関して、米国特許第4,781,844号明細書(1988年11月1日)、米国特許第4,978,462号明細書(1990年12月18日)、および米国特許第6,171,515号明細書(2001年1月9日)に言及されてもよい。この'515特許は特に、テキスタイル産業において、種々のシリコーンの使用に関する詳細な概観を与える。

## 【0004】

20

フッ化炭素は、テキスタイル産業においてよく使用され、撥水性および撥油性を布に付与する。フッ化炭素は、染み落とし特性を与えるのにも、使用される。しかしながら、フッ化炭素処理の主要な欠点の1つは、布表面に付与されるざらざらな感触である。アパレル布および衣服におけるフッ化ポリマーの使用の増加は、より高レベルの柔らかさを必要としている。

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

種々のフッ化炭素とシリコーンとを組み合わせ、単一のテキスタイル処理剤とし、各々の有益性を組み合わせ提供する幾つかの試みがなされてきた。しかしながら、このような試みは通常、1種以上の布としての属性を含む結果となってきた。例えば、シリコーンのフッ化炭素処理組成物への添加は、布の手触りを向上させることがあるが、組み合わせた処理剤の撥油性がしばしば、フッ化炭素処理布に比較した場合、遙かに悪化している。これゆえ、フッ化炭素処理に関連した属性を維持するが、良くない手触りのような欠点を改善するフッ化炭素主体のテキスタイル処理組成物を同定する必要性がある。

30

## 【0006】

本発明者は、特定のシリコーン、つまり分岐シリコーンポリエーテルを発見し、フッ化ポリマーと組み合わせた場合、フッ化ポリマーのプラスの属性を提供するテキスタイル処理剤を提供しつつ、向上した手触りの処理布を提供する。

## 【課題を解決するための手段】

40

## 【0007】

本発明は：

A) フッ化ポリマー

B) 分岐シリコーンポリエーテル

を含む組成物を提供する。

## 【0008】

本発明は更に、繊維もしくはテキスタイルを処理する方法に関し：

I) A) フッ化ポリマー

B) 分岐シリコーンポリエーテル

を組み合わせ

50

II) ステップIの生成物を、繊維もしくはテキスタイル上に塗布することを含む。

【0009】

本発明はまた、分岐シリコーンポリエーテルを、繊維もしくはテキスタイルに塗布することを含む、繊維もしくはテキスタイルを処理する方法を提供する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明は：

A) フッ化ポリマー

B) 分岐シリコーンポリエーテル

を含む組成物を提供する。

10

【0011】

成分A)は、フッ化ポリマーである。本フッ化ポリマーは、如何なるフッ化炭素ポリマーでもあり得、ニート(原液)でも使用され得、エマルションの形で使用され得、当業界において、繊維、布、もしくはテキスタイルを処理すると知られているものである。典型的には、本フッ化ポリマーは、フッ化アルキルアクリレートコポリマー、フッ素化ポリウレタン、フッ化アルキルアクリレートコポリマーエマルション、もしくはフッ素化ポリウレタンエマルションから選択される。

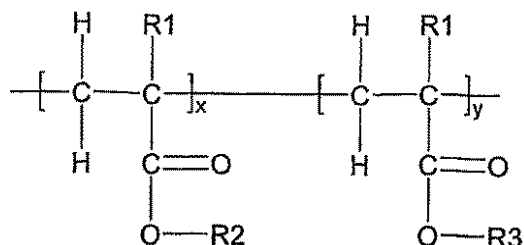
【0012】

フッ化アルキルアクリレートコポリマーは、以下に示される式により、例示される。

20

【0013】

【化1】



【0014】

上の構造中、R1が、水素、もしくは、メチルのようなアルキル基であり；R2が、 $-(\text{CH}_2)_m(\text{CF}_2)_n\text{CF}_3$ のようなフッ化炭素基を表し；R3が、 $-(\text{CH}_2)_n\text{CH}_3$ のようなアルキル基を表し；mが、0~5であり；nが、2~19であり；xおよびyが、所望の鎖長に依存する値を持つ。

30

【0015】

フッ化アルキルアクリレートコポリマーを含有しているエマルションは、ダイキン工業(株)(大阪、日本)；Noveon Inc. (Charlotte, North Carolina) (UNIDYNE<sup>TM</sup> TG-532およびUNIDYNE<sup>TM</sup> TG-992のようなUNIDYNE<sup>TM</sup>)；ならびに、Ciba Specialty Chemicals Corp. (High Point, North Carolina) (ZONYL (登録商標) COのようなZONYL (登録商標)) のような会社から市販されている。フッ素化ポリウレタンを含有しているエマルションは、E. I. Du Pont de Nemours (Wilmington, Delaware) (Zonyl (登録商標) 7910のようなZONYL (登録商標)) のような会社から市販されている。

40

【0016】

成分B)は、分岐シリコーンポリエーテルである。本明細書において使用される場合、「分岐シリコーンポリエーテル」(本明細書においてBSP Eと略記)は、架橋有機ポリシロキサンポリマーであり、少なくとも1つのポリオキシアルキレン基を有している。このクラスの化合物は一般的に、Bahrら、米国特許第4,853,474号明細書および米国特許第5,136,068号明細書により記載されており、本明細書において援用

50

され、成分 B ) として適切な架橋有機ポリシロキサンポリマーを教示する。成分 B ) として適切な化合物は、有機ポリシロキサンポリオキシアルキレンポリマー分子を包含し、これに加えられた架橋剤を通して、加水分解できない結合により強く架橋されており、加水分解できる内部結合がない。

【 0 0 1 7 】

成分 B ) は、架橋有機ポリシロキサンポリマーを調製すること、および、これとポリオキシアルキレン基を組み合わせることを含む方法により、あるいは、組み合わされたポリオキシアルキレン基を持っている直鎖ポリ有機シロキサンを調製すること、および、これを架橋させることを含む方法により、得られてもよい。

【 0 0 1 8 】

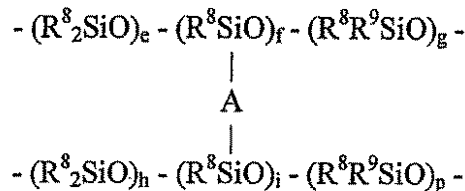
この系における架橋は、種々のメカニズムを通してなされ得る。当業者は容易に本系を認識し、ここでは、必要とされる成分は、成分 B ) を調製する方法を実施するのに相互に相容れる。例示すると、シロキサンポリマーの化学の更なる解説が、Siloxane Polymers、S. J. Clarson および J. A. Semlyen 著、PTR Prentice Hall、Englewood Cliffs、N. J. ( 1993 ) において、与えられる。

【 0 0 1 9 】

本発明において典型的に、成分 B ) は、25 において粘度 100 ~ 100,000 m<sup>2</sup> / s を有し、単位式：

【 0 0 2 0 】

【 化 2 】

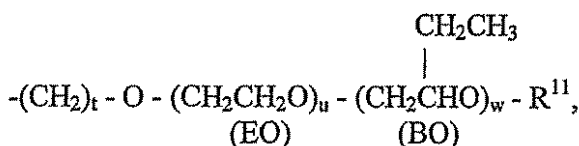
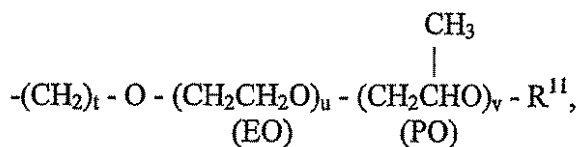
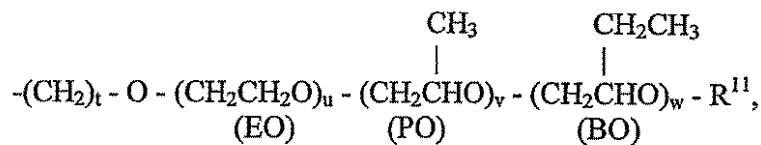


【 0 0 2 1 】

を有する化合物であり、式中、R<sup>8</sup> が 1 価の炭化水素基であり、A が、(CH<sub>2</sub>)<sub>q</sub> - (R<sup>10</sup><sub>2</sub>SiO)<sub>r</sub>Si(CH<sub>2</sub>)<sub>s</sub> もしくは O(R<sup>10</sup><sub>2</sub>SiO)<sub>r</sub> - SiO から選択される式を有する基であり、式中、R<sup>10</sup> が 1 価の炭化水素基であり、q が 2 ~ 10 の値を有し、r が、1 ~ 5000 の値を有し、s が 2 ~ 10 の値を有し、R<sup>9</sup> が：

【 0 0 2 2 】

【 化 3 】



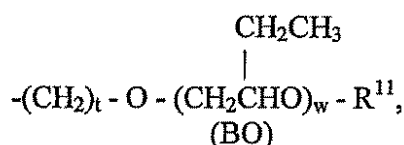
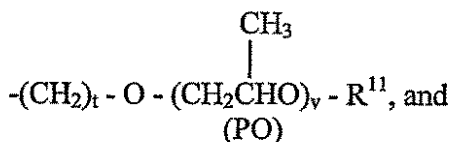
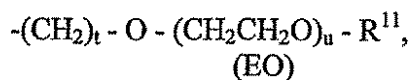
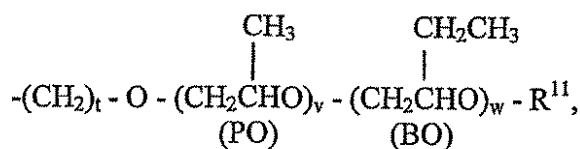
10

20

30

40

50



## 【 0 0 2 3 】

からなる群から選択される式を有する基であり、式中、 $\text{R}^{11}$ が、水素原子、アルキル基、アリール基、もしくはアシル基から選択され、 $t$ が0～6の値を有し、 $u$ が0より大きく150までの値を有し、 $v$ が0より大きく150までの値を有し、 $w$ が0より大きく150までの値を有し、 $e$ が1～1000の値を有し、 $f$ が0より大きく30までの値を有し、 $g$ が1～1000の値を有し、 $h$ が1～1000の値を有し、 $i$ が0より大きく30までの値を有し、 $p$ が1～1000の値を有する。上の式において、EO、PO、およびBOが、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、およびブチレンオキシド基をそれぞれ表す。基 $\text{R}^8$ および $\text{R}^{10}$ は所望により、同一でも異なってもよく、好ましくは、アルキル基もしくはアリール基であり、非常に好ましくは、両方ともメチルである。

## 【 0 0 2 4 】

上の式において、 $e$ が1～500の値もしくは1～250の値を有し、 $f$ が0より大きく20までもしくは1～15の値を有し、 $g$ が1～100もしくは1～50の値を有し、 $h$ が1～500もしくは1～250の値を有し、 $i$ が0より大きく20までもしくは1～15の値を有し、 $p$ が、1～100もしくは1～50の値を有し、 $q$ が2～6の値を有し、 $r$ が1～2500もしくは20～1000の値を有し、 $s$ が2～6の値を有し、 $t$ が0～3の値を有し、 $u$ が1～100もしくは5～50の値を有し、 $v$ が1～100もしくは5～50の値を有し、 $w$ が1～100もしくは1～50の値を有する。

## 【 0 0 2 5 】

典型的には、成分B)の架橋有機ポリシロキサンポリマーは、該ポリマー各末端において、トリ有機シロキシ末端封鎖され、非常に好ましくは、該ポリマーは、該架橋ポリマー各末端において、トリメチルシロキシ末端封鎖されている。

## 【 0 0 2 6 】

該架橋有機ポリシロキサンポリマーを生産する方法の特定例を、次に記載する。架橋有機ポリシロキサンポリマーの調製は、以降のステップを通して実施され得る。

(I) 投入ステップ。ここでは、その側鎖に水素原子を有する直鎖ポリシロキサン、ビニル基を有するポリシロキサン、および、反応促進触媒、特に、酢酸ナトリウム2%メタノール溶液を伴う $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ イソプロパノール溶液のような白金触媒が、反応容器に入れられる。

(II) 加熱攪拌ステップ。ここでは、攪拌が、例えば40 において30分間実施さ

10

20

30

40

50

れる。

( I I I ) 投入ステップ。ここでは、ポリオキシアルキレンおよび溶媒 ( イソプロパノール ) が、該反応容器に入れられる。

( I V ) 還流ステップ。ここでは、イソプロパノールが、例えば 8 0 において 1 . 5 ~ 2 時間還流されつつ、S i - H の反応速度がモニターされる。

( V ) 除去ステップ。ここでは、イソプロパノールが、例えば 1 3 0 において 2 5 m m H g の減圧下に除去される。

( V I ) 仕上げステップ。ここでは、ステップ ( V ) の減圧条件が解かれ、反応混合物が 6 0 まで冷やされ、最終生成物を得る。

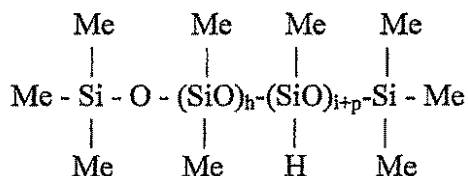
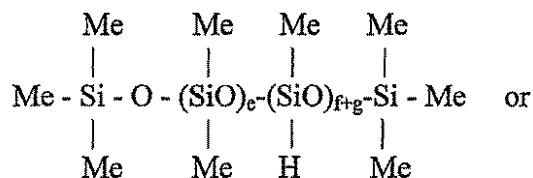
【 0 0 2 7 】

10

ステップ ( I ) に適切な、その側鎖に水素原子を有する直鎖ポリシロキサンの例は：

【 0 0 2 8 】

【 化 4 】



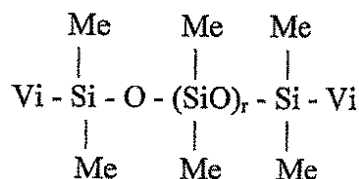
20

【 0 0 2 9 】

から選択される式を有するポリシロキサンであり、式中、M e が以降メチルを表し、e、f、g、h、i、および p が上に定義したとおりである。ステップ ( I ) に適切な、ビニル基を有するポリシロキサンの例は、式：

【 0 0 3 0 】

【 化 5 】



30

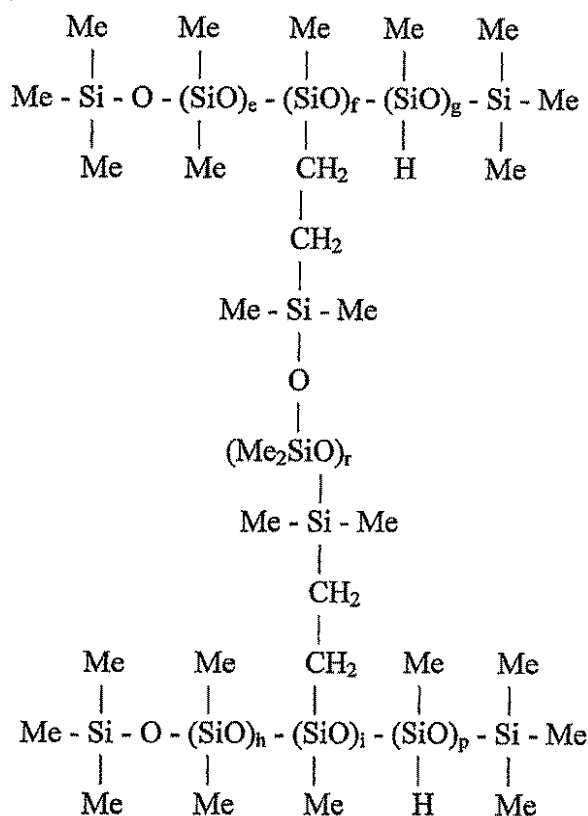
【 0 0 3 1 】

を有するポリシロキサンであり、式中、M e がメチルを表し、V i が以降ビニルを表し、r が上に定義したとおりである。ステップ ( I I ) におけるこれら 2 種の化合物の反応は結果的に、式：

【 0 0 3 2 】

40

## 【化 6】



10

20

## 【 0 0 3 3 】

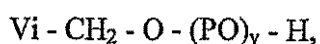
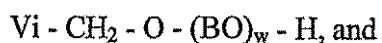
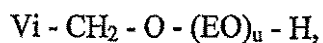
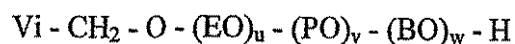
を有する架橋シロキサンポリマーを与える。

## 【 0 0 3 4 】

ポリオキシアルキレン基の、得られた架橋有機ポリシロキサンポリマー中への導入は（ステップⅠⅠⅠ～ⅤⅠ）、該架橋ポリマーを：

## 【 0 0 3 5 】

## 【化 7】



30

40

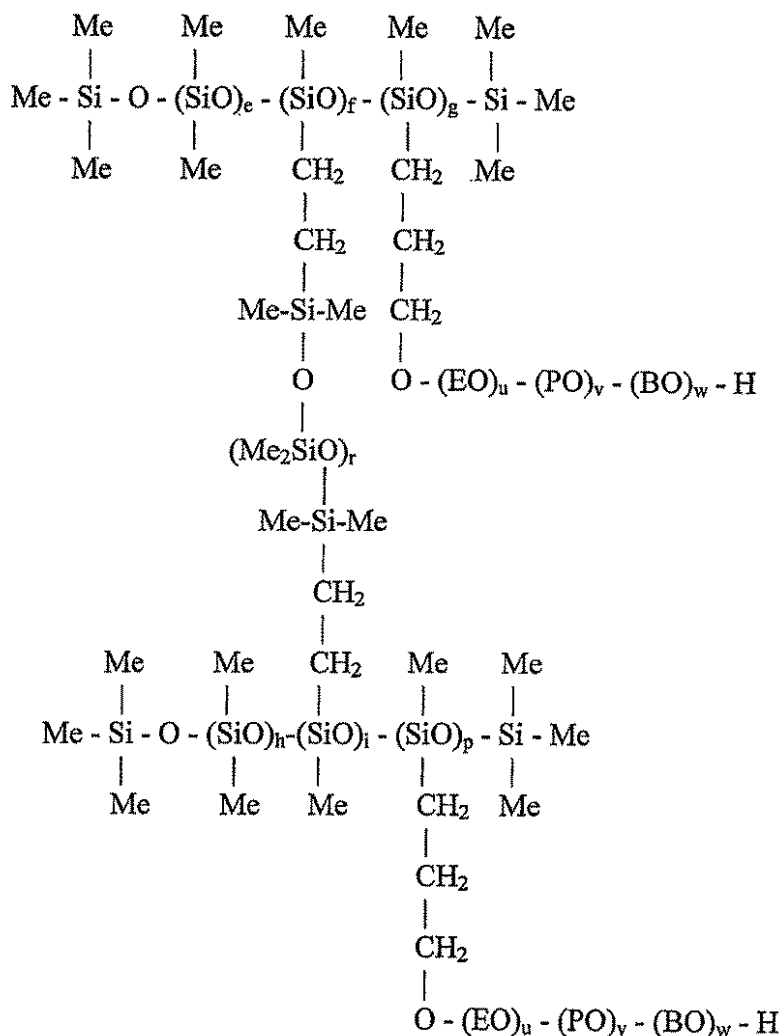
## 【 0 0 3 6 】

からなる群から選択される式を有するポリオキシアルキレン化合物と反応させることにより達成され得、式中、Vi、EO、PO、およびBOは、上に決められたとおりであり、u、v、およびwは、上に定義されたとおりである。得られる化合物は、架橋有機ポリシロキサンポリマーであり、式：

## 【 0 0 3 7 】



## 【化 8】



10

20

## 【0038】

を有しており、式中、Me、EO、PO、BO、e、f、g、h、i、p、およびrが、上に定義されたとおりであり、uが0～150の値を有し、vが、0～150の値を有し、wが0～150の値を有し、但し、u+v+wの値が少なくとも1である。

30

## 【0039】

本発明の組成物は、成分A)およびB)を組み合わせて、これらを仕上げバス(bath、浴)に加える前に、これらを別々に該仕上げバス中に、如何なる従来混合技術を使用してでも加えることにより、あるいは、これらを別々の連続ステップにおいて、繊維質の基材上加えることにより調製される。典型的には、成分A)およびB)は、成分A)/成分B)の重量比が1/99～99/1であるように、組み合わせられる。

## 【0040】

本発明は更に、繊維もしくはテキスタイルを処理する方法を提供し：

40

I) A) フッ化ポリマー

B) 分岐シリコーンポリエーテル

を組み合わせ

II) ステップIの生成物を、繊維もしくはテキスタイル上に塗布することを含む。

## 【0041】

本方法の第1ステップは、フッ化ポリマーおよび分岐シリコーンポリエーテルを、これらを前記仕上げバスに加える前に、もしくは、これらを別々に該仕上げバスに加えることにより、もしくは、これらを別々の連続ステップを通して繊維質の基材上加えることにより、混合することである。フッ化ポリマーA)および分岐シリコーンポリエーテルB

50

）は、上記と同一である。仕上げバスは、ジメチロールジヒドロキシエチレン尿素（D M D H E U）のような耐久圧反応試薬、塩化マグネシウム／クエン酸のような反応触媒、ポリエチレンエマルジョンのような柔軟剤、湿潤剤やその他の加工助剤のような、しかしこれらに限定されない更なる成分をも包含してもよい。混合は、ミル、ブレンド、均一化、（超）音波処理、もしくは攪拌のような、如何なる従来の既知の技術によっても、実施され得る。これらの混合手順は、バッチもしくは連続プロセスで、実施され得る。

#### 【 0 0 4 2 】

本方法の第2ステップは、繊維もしくはテキスタイルに、成分A）およびB）を組み合わせて得られる生成物を塗布することを含み、本明細書において、処理組成物、もしくは、連続ステップにおける別々の成分A）およびB）としても、言及される。塗布量は、該処理組成物の手触り向上の有効量であり、繊維および／またはテキスタイルに、如何なる従来の方法によっても、塗布される。例えば、該処理組成物は、バジング、含浸、噴霧、もしくは排気により、塗布され得る。該処理組成物が、1種より多い溶液、分散液、もしくはエマルジョンを含む場合、該溶液、分散液、およびエマルジョンは、同時にもしくは連続して、テキスタイルに塗布され得る。該処理組成物が繊維および／または布に塗布された後、熱により乾燥され得る。

10

#### 【 0 0 4 3 】

該繊維／テキスタイル処理組成物は、繊維および／またはテキスタイルに、該繊維および／またはテキスタイルを調製している間、もしくは、テキスタイルを洗浄している間のように後で、塗布され得る。塗布後、担体（もし何かあれば）が、該処理組成物から除去され得、例えば、該組成物を、常温もしくは上昇温度において乾燥させることによる。繊維およびテキスタイルに塗布される処理組成物量は、典型的には、繊維およびテキスタイルの乾燥重量に基づき 0 . 1 ~ 1 5 重量%、好ましくは、該繊維およびテキスタイル乾燥重量に基づき 0 . 2 ~ 5 重量%の量の該組成物を、繊維およびテキスタイル上に供与して十分足りる。

20

#### 【 0 0 4 4 】

該処理組成物で処理され得る繊維およびテキスタイルは、コットン（綿）、シルク（絹）、リネン、およびウール（羊毛）のような天然繊維；レイヨンおよびアセテートのような再生繊維；ポリエステル、ポリアミド、ポリアクリロニトリル、ポリエチレン、およびポリプロピレンのような合成繊維；これらの組み合わせおよびブレンドを包含する。これら繊維の形は、スレッド、フィラメント、ロープ、糸、織布、編まれた素材、不織素材、紙、カーペット、およびレザー（皮革）を包含し得る。

30

#### 【 0 0 4 5 】

本発明の処理組成物は、シリコーンおよびフッ化炭素に関連した属性の組み合わせられた有益さを付与し得るというような利点を有する。シリコーンは一般的に、より優れた手触りを布に与え、一方、フッ化炭素は、撥水性、撥油性、および染み落としを、テキスタイルに与える。「手触り」とは、本発明の目的に関しては、布の柔らかさおよび滑らかさを意味する。本組成物および本方法は、繊維もしくはテキスタイルに、撥水および撥油の特性を与えるが、処理繊維の手触りに対する有意な障害はない。

#### 【 0 0 4 6 】

本発明は更に、分岐シリコーンポリエーテルを、繊維もしくはテキスタイルに塗布することを含む、繊維もしくはテキスタイルを処理する方法を提供する。該分岐シリコーンポリエーテルは、上記と同一である。該分岐シリコーンポリエーテルを塗布する方法および技術は、上記と同一である。該分岐シリコーンポリエーテルで処理されたテキスタイルは、高級親水性シリコーンに比肩する感触もしくは手触りを持つが、テキスタイルの親水性にマイナスに作用しない。

40

#### 【実施例】

#### 【 0 0 4 7 】

以下の実施例が提示され、更に本発明の組成物および方法を例示するが、本発明を限定しているとして解釈されるべきでなく、添付の請求項において描写される。反対に指し示

50

されなければ、本実施例における全ての部および%は重量基準であり、全ての測定値は約23において得られた。

#### 【0048】

テキスタイル処理およびテスト方法

布は、Testfabrics Incorporated (Pittston, Pennsylvania) から入手され、100%綿の綾Tribeckaシリーズのカーキ、7409番Dacron54/Cotton(65/35)Bleached Broadcloth and Interlock綿ニットスタイル460を、標準化使用布として包含した。いずれの布も、如何なる仕上げ前処理をされていなかった。

#### 【0049】

撥油性：炭化水素耐性試験プロトコール - American Association of Textile Chemists & Colorists (AATCC) 試験方法118 - 1997

この試験方法において、一連の油が指定され、番号1~8とされた。該油の表面張力は、該油番号が増えるに連れて減り、つまり、番号1の油が最高表面張力を有し、一方、番号8の油が最低表面張力を有する。各布は、該番号を付された油(Kaydol)を用いて番号8の油(n-ヘプタン)まで試験され、該布への湿潤化もしくは染み込みが記される。値は評定尺度A、B、C、およびDに基づき、表面に塗布された該油の接触角の指数として各油に帰属され、値Cにおいて、該布の染み込みおよび湿潤化とされ、完全な染み込みが評定尺度Dである。値Aが最良であり、値Bが合格しており、値Cが不合格を指し示し、値Dが最悪である。該試験プロトコールは、各油5滴を該試験布上に置き、30+/-2秒待ち、次いで該油に関するスコア(結果)を帰属することからなる。該スコアがBもしくはこれより良ければ、次の番号の油が試験される。最低表面張力を持っている油を用いても、該布の染み込みおよび/または湿潤化がいずれにせよ無いかもしくは僅かであったことを指し示すと考えられるので、スコア8Aが最良スコアと考えられる。

#### 【0050】

撥水性：噴霧試験 - AATCC 試験方法22 - 1996

AATCC噴霧テスターが、この試験には使用された、該テスターは45°の傾斜を有するスタンドを包含し、この上に、別個の漏斗が載せられ、この上にぶら下がっている取り付け噴霧ノズルを有した。布サンプルは、金属フープ中に綴じ込まれ、該傾斜上に置かれ、該ノズルのヘッドは、この上6インチに位置される。次いで、250mLの蒸留水が、該布の上に自由に流れ落ちるようにされる。その湿潤化パターンが、標準評定尺度と比較される。評定尺度100は、上表面のべたつきもしくは湿潤化が全くないことを指し示し；評定尺度90は、上表面の僅かでランダムなべたつきもしくは湿潤化を指し示し；評定尺度80は、噴霧点(のみ)での上表面の湿潤化を指し示し；評定尺度70は、上表面全面の一部湿潤化を指し示し；評定尺度50は、上表面全面の完全湿潤化を指し示し；評定尺度0は、上および下表面全面の完全湿潤化を指し示す。

#### 【0051】

水/IPA滴下試験

この方法は、交錯綿ニットの撥水性を評価するのに使用された。この方法において、水およびイソプロピルアルコール(IPA)の比100:0~0:100を有する溶液が調製され、各溶液5滴が表面上に置かれ、浸透が10秒以内に起きるかどうかが観察する。該溶液中でのIPA比が高いほど、表面張力が低く、撥し難く、これゆえ高い評定尺度が与えられ、例えば、100%IPAを撥している布は、評定尺度100を与えられた。

#### 【0052】

手触り試験

評価の専門家集団が、該布の柔らかさを、尺度1~5を使用して評定した。値5が、最も柔らかい布に関して使用され、値1が、最も柔らかくない布に与えられた。

#### 【0053】

仕上り手順

4種の異なるフッ化ポリマーエマルションが、仕上げ処方のデザイン（設計）において使用された。3種のエマルションは、フッ化アルキルアクリレートコポリマーを含有している組成物であり、（残りの）他のエマルションが、フッ素化ポリウレタンを含有している組成物であった。フッ化アルキルアクリレートコポリマーを含有しているこれらエマルションは、Noveon Corporation、Unydyne（登録商標）TG-532およびUnydyne（登録商標）TG-992として販売、ダイキン工業、Unydyne（登録商標）571として販売、およびCiba Specialty Chemicals、Zonyl（登録商標）COとして販売、から入手された。フッ素化ポリウレタンを含有している該エマルションは、E. I. DuPont de Nemours（Wilmington, Delaware）から入手され、ZONYL（登録商標）7910として販売された。これら全ての組成物は、良好な染み撥性および/または染み落としを、全てのタイプの繊維および繊維ブレンドでできたテキスタイル基材に与えることで知られる。必要量のエマルション成分が、仕上げ水浴に加えられ、特定量の固形分を布上に沈着させた。試験布見本が、一反の布から、測定値15"×15"平方に切り出された。

#### 【0054】

仕上げ浴が、パジングにより該布に塗布されたが、ここで該浴の液体で含浸され、次いでニップを通して搾られ、特定量の液体をこの基材上に残した。塗布後、該布が乾燥され、実験室用ステンダー中で170 90秒間硬化された。

#### 【0055】

材料

以下の材料がこれら実施例において使用され、下記のとおりである。

BSP E1 = Dow Corning（登録商標）2-5563、分岐シリコンポリエーテル（Dow Corning Corporation、Midland、MI）

BSP E2 = Dow Corning（登録商標）2-5785、分岐シリコンポリエーテル（Dow Corning Corporation、Midland、MI）

#### 【0056】

各溶液が調製され、染み撥性および染み落とし布仕上げ処方において、異なる布基材に塗布された。それぞれの仕上げ系は、フッ化アルキルアクリレートコポリマーもしくはフッ素化ウレタン主体であった。

#### 【0057】

#### 【表1】

典型的な染み撥性仕上げ処方

製品	重量%
分岐シリコンポリエーテル溶液（20%活性分）	2～8
フッ化ポリマーエマルション（20～30%固形分）	4～8
耐久圧反応試薬	12.0
耐久圧樹脂触媒	3.0
再湿潤化不可能な界面活性剤	0.1
水	残部

#### 【0058】

実施例1

Unydyne（登録商標）TG-532系（Noveon Inc.）主体のBSP E / フッ化ポリマー布処理剤の、100%カーキー綾綿、1%シリコン、1%フッ化ポリマーに関する評価

#### 【0059】

Unydyne（登録商標）-532は、Noveon Inc.からのフッ化アルキルアクリレートコポリマーエマルション（およそ19%活性分、25%固形分）である。

以下の表1は、B S P E 1およびB S P E 2両方が、最低限のインパクト（効果）を持ったか、または、Unidyne®TG-532系において撥水性を向上させさせたことを示す。この布において、1%Siで処理されたが、B S P E 1に関する手触りは、B S P E 2よりも良好に知覚された。示されるとおり、これらのB S P Eが、繊維処理に汎用される市販のアミノ官能基化シリコーンと比較された。

【0060】

【表2】

表1

撥油性 (1) (炭化水素耐性試験-AATCC 118-1992)							
処理剤/油	7	6	5	4	3	2	1
Unidyne®TG-532のみ	B	B+	A-	A	A	A	A
Unidyne®TG-532 および B S P E I	C	B	A-	A	A	A	A
Unidyne®TG-532 および B S P E II	B	A-	A	A-	A	A	A
Unidyne®TG-532 およびアミノ 官能基化シリコーン	C	C	C+	B-	B+	A-	A

(1) 評価尺度：A-合格、B-ボーダーラインで合格  
CおよびD-不合格

手触り評価尺度 (1)				
処理剤	Unidyne® TG-532 のみ	Unidyne®TG-532 および B S P E I	Unidyne®TG-532 および B S P E II	Unidyne®TG-532 および アミノ官能基化シリコーン
評価尺度	1	4.6	4.5	4.25

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評価尺度：1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

【0061】

実施例2

Unidyne (登録商標) TG-532系 (Noveon Inc.) 主体のB S P E /フッ化ポリマー布処理剤の、65/35ポリ綿織布、1%シリコーン、1%フッ化ポリマー固形分に関する評価

【0062】

ポリ綿に関して、両方のB S P Eは、そのフッ化ポリマーにより与えられた撥油性に最小限のインパクト（効果）を持った一方、非常に良好な柔らかさを、処理布に与えていた。B S P Eに関する柔らかさは同様であり、評価された全シリコーンの中でも、中程度の範囲として知覚された（評価は、従来のアミノ官能基化シリコーンも包含した）。両方のB S P Eは、ポリ綿に関しては、撥水性にインパクトを示さなかった。結果が、以下の表において示される。

【0063】

【表 3】

撥油性 (1) (炭化水素耐性試験-AATCC 118-1992)							
処理剤/油	7	6	5	4	3	2	1
Unidyne®TG-532のみ	B-	B-	A	A	A	A	A
Unidyne®TG-532 および BSPE I	B-	B-	B+	A-	A	A	A
Unidyne®TG-532 および BSPE II	B-	B	B	A-	A	A	A
Unidyne®TG-532 およびアミノ 官能基化シリコーン	C	C+	C+	B-	B-	A-	A

(1) 評定尺度: A-合格、B-ボーダーラインで合格  
CおよびD-不合格

撥水性、噴霧での評定尺度(AATCC-22)				
処理剤	Unidyne® TG-532 のみ	Unidyne®TG-532 および BSPE I	Unidyne®TG-532 および BSPE II	Unidyne®TG-532 およびアミノ 官能基化シリコーン
評定尺度	100	100	100	80

手触り評定尺度 (1)				
処理剤	Unidyne® TG-532 のみ	Unidyne®TG-532 および BSPE I	Unidyne®TG-532 および BSPE II	Unidyne®TG-532 および アミノ官能基化シリコーン
評定尺度	1	3	3	5

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評定尺度: 1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

## 【0064】

## 実施例 3

Unidyne (登録商標) TG-532系 (Noveon Inc.) 主体の BSPE / フッ化ポリマー布処理剤の、100%綿ニット、0.7%シリコーン、1.4%FCに関する評価

## 【0065】

この分岐シリコーンポリエーテルが、100%綿ニットに関して評価され、0.7%シリコーンおよび1.4%フッ化炭素を使用し、実施例1の手順に従った。結果が、以下の表3においてまとめられる。

## 【0066】

10

20

30

【表 4】

表 3

撥油性 (1) (炭化水素耐性試験—AATCC 118-1992)							
処理剤／油	7	6	5	4	3	2	1
Unidyne®TG-532のみ	B+	B+	A-	A	A	A	A
Unidyne®TG-532 および BSPE I	B+	B+	A-	A	A	A	A

(1) 評価尺度：A—合格、B—ボーダーラインで合格  
CおよびD—不合格

10

手触り評価尺度 (1)		
処理剤	Unidyne® TG-532 のみ	Unidyne®TG-532 および BSPE
評価尺度	1	4

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評価尺度：1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

【0067】

20

## 実施例 4

Zonyl (登録商標) CO系 (Ciba Specialty Chemical Corp.) 主体のBSPE / フッ化ポリマー布処理剤の、ポリ綿布に関する、0.5% シリコン、1% フッ化ポリマーでの評価

Zonyl (登録商標) COは、過フッ化アルキルアクリルコポリマーとして記述され、平均16%の活性分 (MSDSによれば、活性分13~19%) を有する。

【0068】

ポリ綿において、試験された全材料が、競合するものを除き実施され、撥油性にはインパクトが無かったことをよく示している。撥水性までは、BSPE 1は、全くインパクトを示さない。柔らかさに関して、このBSPEは、この試験に包含されたアミノ官能基化シリコンに比較した場合、このタイプの布に良好さを与えた。

30

【0069】

【表 5】

表 4

撥油性 (1) (炭化水素耐性試験-AATCC 118-1992)							
処理剤/油	7	6	5	4	3	2	1
Zonyl®C0 のみ	B-	B-	B	A	A	A	A
Zonyl®C0 および BSPE I	B-	B-	B	A-	A-	A	A
Zonyl®C0 およびアミノ 官能基化シリコーン	B-	B-	B	B	A-	A	A

(1) 評価尺度: A-合格、B-ボーダーラインで合格  
CおよびD-不合格

撥水性、噴霧での評価尺度(AATCC-22)			
処理剤	Zonyl®C0 のみ	Zonyl®C0 および BSPE I	Zonyl®C0 およびアミノ 官能基化シリコーン
評価尺度	100	100	100

手触り評価尺度 (1)			
処理剤	Zonyl®C0 のみ	Zonyl®C0 および BSPE I	Zonyl®C0 およびアミノ 官能基化シリコーン
評価尺度	1	3.75	4.5

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評価尺度: 1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

【0070】

実施例 5

Zonyl (登録商標) CO系 (Ciba Specialty Chemicals Corp.) 主体の BSPE / フッ化ポリマー布処理剤の、綿カーキーに関する、0.5%シリコーン、1%フッ化ポリマーでの評価

【0071】



【表 6】

撥油性(炭化水素耐性試験-AATCC 118-1992)							
処理剤/油	7	6	5	4	3	2	1
Zonyl®C0 のみ	B-	B	A-	A-	A	A	A
Zonyl®C0 および BSPE II	C	B-	B	A-	A	A	A
Zonyl®C0 およびアミノ 官能基化シリコーン	D	C	C	B-	A-	A	A

(1) 評価尺度: A-合格、B-ボーダーラインで合格  
CおよびD-不合格

10

手触り評価尺度 (1)			
処理剤	Zonyl®C0 のみ	Zonyl®C0 および BSPE II	Zonyl®C0 およびアミノ 官能基化シリコーン
評価尺度	1	4	4.3

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評価尺度: 1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

20

【0072】

実施例 6

Zonyl (登録商標) CO系 (Ciba Specialty Chemicals Corp.) 主体の BSPE / フッ化ポリマー布処理剤の、綿カーキーに関する、1%シリコーン、1%FCでの評価

【0073】

【表 7】

撥油性 (1) (炭化水素耐性試験-AATCC 118-1992)							
処理剤/油	7	6	5	4	3	2	1
Zonyl®C0 のみ	B-	B-	B	B+	A-	A	A
Zonyl®C0 および BSPE I	B-	B-	B-	B	A-	A	A
Zonyl®C0 および 他のシリコーン	-	-	-	C	B-	B	A-

(1) 評価尺度: A-合格、B-ボーダーラインで合格  
CおよびD-不合格

10

撥水性、噴霧での評価尺度(AATCC-22)			
処理剤	Zonyl®C0 のみ	Zonyl®C0 および BSPE I	Zonyl®C0 および 他のシリコーン
評価尺度	100	85	75

手触り評価尺度 (1)			
処理剤	Zonyl®C0 のみ	Zonyl®C0 および BSPE I	Zonyl®C0 および 他のシリコーン
評価尺度	1	4	5

20

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評価尺度: 1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

## 【0074】

## 実施例 7

Zonyl (登録商標) 7910 染み落とし布処理剤主体の BSPE / フッ化ポリマー  
布処理剤の、カーキ綾綿に関する、1%シリコーン、1.0%FCでの評価

30

## 【0075】

Zonyl (登録商標) 7910 は、フッ素化ウレタンとして記載され、30~35%  
の固形分含量を有する。BSGIの性能が、本願において通常推奨される材料である、エ  
ポキシ/ポリエーテル官能基化シリコーンと比較された。

## 【0076】

【表 8】

撥油性 (1) (炭化水素耐性試験-AATCC 118-1992)							
処理剤/油	7	6	5	4	3	2	1
Zonyl®7910 のみ	—				C	B+	B+
Zonyl®7910 および BSPE I	—	—	B-	B	B	B+	B+
Zonyl®7910 および BSPE II	—	—	B-	B	B	B+	B+
Zonyl®7910 および エポキシ/ポリエーテル官能基化シリコーン			C	B-	B-	B	B+

(1) 評価尺度：A-合格、B-ボーダーラインで合格  
CおよびD-不合格

染み落とし評価尺度 (1) (AATCC 130-2000)			
処理剤/油	植物油	鉱油	汚いモーター油
Zonyl®7910 のみ	4. 2	3. 5	1
Zonyl®7910 および BSPE I	4. 4	3. 9	2. 3
Zonyl®7910 および BSPE II	4. 5	3. 8	2. 5
Zonyl®7910 および エポキシ/ポリエーテル官能基化シリコーン	4. 3	4. 0	2. 1

(1) 評価尺度：最良-5、最悪-1

手触り評価尺度 (1)				
処理剤	Zonyl® 7910 のみ	Zonyl®7910 および BSPE I	Zonyl®7910 および BSPE II	Zonyl®7910 および エポキシ/ポリエーテル シリコーン
評価尺度	1	4. 5	5	4. 0

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評価尺度：1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

## 【0077】

実施例 8 BSPE / フッ化ポリマー布処理剤の、染み落とし系における評価

## 【0078】

Unidyne™ TG-992 は、フッ化アクリレートコポリマーエマルションとして記載され、20～25%の固形分を有する。BSGI の性能が、本願において使用される標準材料たる、エポキシ/ポリエーテル官能基化シリコーンと比較された。

## 【0079】

10

20

30

40

【表 9】

染み落とし評価尺度 (1) (AATCC 130-2000)		
処理剤/油	鉱油	汚いモーター油
Unidyne TG-992 のみ	4	1. 2
Unidyne TG-992 および BSPE I	3. 7 5	1. 6
Unidyne TG-992 および エポキシ/ポリエーテル 官能基化シリコーン	3. 5	1. 7

(1) 評価尺度：最良－5、最悪－1

手触り評価尺度 (1)			
処理剤	Unidyne のみ	Unidyne および エポキシ/ポリエーテル シリコーン	Unidyne および BSPE I
評価尺度	1	2. 5	3. 6

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評価尺度：1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

【0080】

実施例 9

親水性テキスタイル仕上げ剤としての BSPE

【0081】

BSPE は、テキスタイル基材に非常に良好な柔らかさを与え得ることを示しており、  
天然の（本来の）吸収性に、最小限のインパクトを有する。

【0082】

【表 10】

吸収率、秒 (1) (AATCC)		
処理剤/油	綿ニット	綿テリー織
無処理	<1	<1
BSPE I	<1	<1
BSPE II	<1	<1
プレミアム シリコーン 親水性柔軟剤	2. 7	10 秒

手触り評価尺度 (1)				
処理剤	無処理	BSPE I	BSPE II	プレミアムシリコーン親水性柔軟剤
綿ニット	1	3. 5	4. 5	5
綿タオル	1	3	4	5

(1) 評価の専門家集団から得られた相対手触り評価尺度：1が最も柔らかくなく  
5が最も柔らかい。

白さの指標 (1)				
処理剤	無処理	BSPE I	BSPE II	プレミアム シリコーン 親水性柔軟剤
綿ニット	79. 9	79. 7	79. 6	77. 9
綿タオル	123. 6	123. 2	123. 1	118. 2

(1) Hunter Lab 色度計。布は170℃で2分間乾燥。

10

20

30

40

50

---

フロントページの続き

(72)発明者 バスケス、フェルナンド

アメリカ合衆国、ノースカロライナ州、グリーンズバラ、コールド・ハーバー・ドライブ 5805

審査官 平井 裕彰

(56)参考文献 特開2001-336071(JP, A)

特開昭61-123635(JP, A)

国際公開第03/078504(WO, A1)

特開平10-072774(JP, A)

特開昭57-154466(JP, A)

特開昭62-028471(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D06M11/00-15/715