



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116648538 A

(43) 申请公布日 2023.08.25

(21) 申请号 202180087270.9

(74) 专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限

(22) 申请日 2021.12.21

公司 11322

(30) 优先权数据

专利代理人 龙淳 陈明霞

2020-217991 2020.12.25 JP

(51) Int.Cl.

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

D06M 13/12 (2006.01)

2023.06.25

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2021/047435 2021.12.21

(87) PCT国际申请的公布数据

W02022/138678 JA 2022.06.30

(71) 申请人 花王株式会社

地址 日本东京都

(72) 发明人 吉川淳一

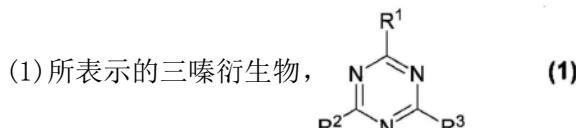
权利要求书3页 说明书32页

(54) 发明名称

纤维处理剂

(57) 摘要

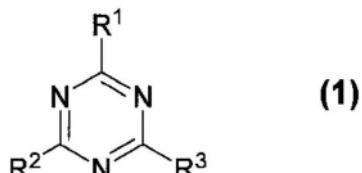
本发明提供一种纤维处理剂，其含有：由成分(A)和(B)生成的缩合物；以及成分(C)，其中来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的含量的合计超过1质量%，该纤维处理剂的浊度为1000NTU以下。(A)：甲醛或其水合物；(B)：通式



(R¹～R³表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、C₁₋₆的烷基或烯基、或C₁₋₆的烷氧基或烯氧基)；(C)：水。

1. 一种纤维处理剂, 其中,
 含有: 由以下的成分(A)和(B)生成的缩合物; 以及成分(C),
 其中来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的含量的合计超过1质量%,
 该纤维处理剂的浊度为1000NTU以下,

- (A) : 甲醛或其水合物;
 (B) : 通式(1)所示的三嗪衍生物,



式中, R¹~R³可以相同也可以不同, 表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷氧基或烯氧基;

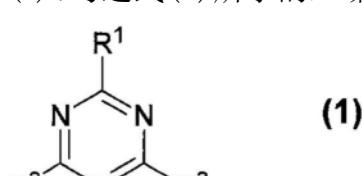
- (C) : 水。

2. 如权利要求1所述的纤维处理剂, 其中,
 纤维处理剂中的来自成分(A)的构成要素的含量为0.1质量%以上60质量%以下。
 3. 如权利要求1或2所述的纤维处理剂, 其中,
 纤维处理剂中的来自成分(B)的构成要素的含量为0.1质量%以上60质量%以下。
 4. 如权利要求1~3中任一项所述的纤维处理剂, 其中,
 纤维处理剂中的来自成分(A)的构成要素的含量与来自成分(B)的构成要素的含量的合计超过1质量%且为80质量%以下。

5. 如权利要求1~4中任一项所述的纤维处理剂, 其中,
 来自成分(A)的构成要素相对于来自成分(B)的构成要素的摩尔比(A)/(B)小于5。
 6. 如权利要求1~5中任一项所述的纤维处理剂, 其中,
 还含有以下的成分(D),
 (D) : 汉森溶解度参数的SP值为 $16\text{MPa}^{1/2}$ 以上 $40\text{MPa}^{1/2}$ 以下的有机化合物, 其中, 不包括有机盐和具有醛基的分子量为150以下的化合物。

7. 一种纤维处理剂的制造方法, 其中,
 将含有以下的成分(A)~(C)且来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的合计超过1质量%的组合物加热至浊度成为1000NTU以下,

- (A) : 甲醛或其水合物;
 (B) : 与通式(1)所示的三嗪衍生物的缩合物,



式中, R¹~R³可以相同也可以不同, 表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链

或支链的烷氧基或烯氧基；

(C) :水。

8. 一种纤维处理方法，其中，

包括下述工序(i)，

(i) 在权利要求1~6中任一项所述的纤维处理剂中浸渍纤维，以维持所述处理剂的浊度为1000NTU以下的状态进行处理的工序。

9. 如权利要求8所述的纤维处理方法，其中，

在工序(i)之前进行下述工序(0)，

(0) 对纤维处理剂进行加热的工序。

10. 如权利要求9所述的纤维处理方法，其中，

在对刚制备好的浊度为1000NTU以下的处理剂进行加热，并将直至处理剂再次超过浊度1000NTU的加热时间定义为T时，工序(0)的加热时间为0.2T以上0.8T以下。

11. 如权利要求8~10中任一项所述的纤维处理方法，其中，

在工序(i)之后进行下述工序(ii)，将工序(i)和工序(ii)重复2次以上，

(ii) 在处理剂的浊度超过1000NTU之前将纤维从处理剂中取出的工序。

12. 如权利要求11所述的纤维处理方法，其中，

在工序(ii)之后进行下述工序(iii)，

(iii) 对所取出的纤维进行冲洗的工序。

13. 如权利要求12所述的纤维处理方法，其中，

工序(iii)的冲洗使用含有成分(D)的组合物进行，

(D) :汉森溶解度参数的SP值为 $16\text{MPa}^{1/2}$ 以上 $40\text{MPa}^{1/2}$ 以下的有机化合物，其中，不包括有机盐和具有醛基的分子量为150以下的化合物。

14. 如权利要求8~13中任一项所述的纤维处理方法，其中，

在工序(i)~(iii)之后进一步进行下述工序(iv)，

(iv) 在含有成分(E)和成分(C)的后交联剂中浸渍纤维的工序，

(E) :选自甲醛、甲醛的水合物、乙醛酸、乙醛酸的水合物、乙醛酸盐、乙二醛、乙二醛的水合物、戊二醛及戊二醛的水合物中的至少1种的甲醛衍生物；

(C) :水。

15. 如权利要求8~14中任一项所述的纤维处理方法，其中，

在工序(i)~(iii)或工序(iv)之后进一步进行在含有以下的成分(F)和成分(C)的表面加工剂中浸渍纤维的工序，

(F) 作为以下的化合物(a)~(d)的反应产物的环氧氨基硅烷共聚物，

(a) 具有至少两个环氧乙烷基或氧杂环丁基的聚硅氧烷，

(b) 具有至少两个环氧乙烷基或氧杂环丁基的聚醚，

(c) 氨基丙基三烷氧基硅烷，

(d) 选自以下的伯胺和仲胺中的化合物，

• 伯胺：甲胺、乙胺、丙烯胺、乙醇胺、异丙胺、丁胺、异丁胺、己胺、十二烷胺、油胺、苯胺、氨基丙基三甲基硅烷、氨基丙基三乙基硅烷、氨基吗啉、氨基丙基二乙胺、苄胺、萘胺、3-氨基-9-乙基咔唑、1-氨基七氟己烷、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-十五氟-1-辛胺，

• 仲胺：甲基乙胺、甲基十八烷胺、二乙醇胺、二苄胺、二己胺、二环己胺、哌啶、吡咯烷
邻苯二甲酰亚胺、聚合物胺；

(C)水。

16.一种头饰制品用纤维的制造方法，其中，

包括利用权利要求8~15中任一项所述的纤维处理方法对纤维进行处理的工序。

17.一种头饰制品的制造方法，其中，

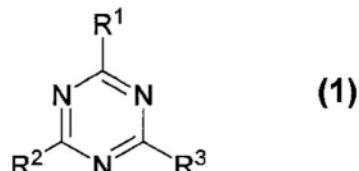
包括利用权利要求8~15中任一项所述的纤维处理方法对纤维进行处理的工序。

18.一种头饰制品用纤维，其中，

含有由成分(A)和成分(B)生成的缩合物，

(A)：甲醛或其水合物；

(B)：通式(1)所示的三嗪衍生物，



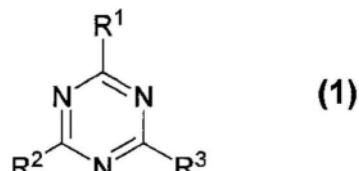
式中，R¹~R³可以相同也可以不同，表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷氧基或烯氧基。

19.一种头饰制品，其中，

其以含有由成分(A)和成分(B)生成的缩合物的纤维作为构成要素，

(A)：甲醛或其水合物；

(B)：通式(1)所示的三嗪衍生物，



式中，R¹~R³可以相同也可以不同，表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷氧基或烯氧基。

纤维处理剂

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于对假发、接发片等头饰制品中使用的来自天然的纤维赋予耐水性、耐热性和热形状记忆能力的纤维处理剂。

背景技术

[0002] 关于来自天然的纤维,作为其用途例之一,有假发、接发片等头饰制品,与合成纤维不同,具有来自天然原材料的自然的手感和外观。在来自天然的纤维中,再生蛋白质纤维、例如再生胶原纤维通过利用碱或酶使酸可溶性胶原蛋白或不溶性胶原蛋白可溶化,制成纺丝原液,通过纺丝喷嘴,喷出至凝固浴中并纤维化而得到。

[0003] 然而,再生胶原纤维与合成纤维相比,通常亲水性高,因此吸水率高,在含大量水的状态下机械强度极低。因此,在使用洗发剂时,由于高的吸水率,机械强度显著降低,在之后的利用吹风机进行干燥时发生断裂等,导致作为头饰制品的适应性降低。

[0004] 另外,再生胶原纤维也有耐热性低这样的问题,在使用烫发器的定型中,在以与人发相同的高的温度进行定型的情况下,会发生收缩或卷缩,损害美观性。

[0005] 另外,在塑料制的合成纤维中,在利用烫发器等进行热定型时,形状即使经过之后的洗发也能够继续记忆(具有热形状记忆能力),但再生胶原纤维在利用烫发器等进行热定型时,形状因之后的洗发而丧失(没有热形状记忆能力),因此与现有的塑料制的合成纤维相比,从造型自由度的观点考虑,存在不足的部分。

[0006] 以上所述的三个方面已成为妨碍作为头饰制品用途的再生胶原纤维的普及的主要原因。特别是耐水性、即润湿时的机械强度下降所产生的影响显著。因此,为了使再生胶原纤维改性并赋予耐水性、耐热性,进行了使反应性物质作用于胶原蛋白分子所具有的氨基的尝试,作为其例,已知有使具有羟甲基的化合物起作用的方法(专利文献1、2)。另外,在相同的头饰制品所使用的人发纤维的领域中,也已知有对于原本不具有热形状记忆能力的人发纤维,为了新赋予热形状记忆能力而使具有羟甲基的化合物起作用的方法(专利文献3)。

[0007] (专利文献1)日本特公昭40-9062号公报

[0008] (专利文献2)日本特公昭41-15258号公报

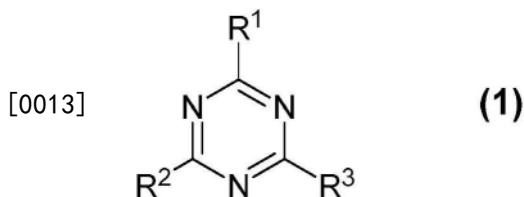
[0009] (专利文献3)日本特开2019-143282号公报

发明内容

[0010] 本发明提供一种纤维处理剂,其含有:由以下的成分(A)和(B)生成的缩合物;以及成分(C),其中来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的含量的合计超过1质量%,浊度为1000NTU以下。

[0011] (A):甲醛或其水合物;

[0012] (B):通式(1)所示的三嗪衍生物;



[0014] (式中, R¹~R³可以相同也可以不同, 表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷氧基或烯氧基。)

[0015] (C) :水。

[0016] 本发明还提供一种纤维处理剂的制造方法, 其将含有上述成分(A)~(C)且来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的含量合计为1质量%以上的组合物加热至浊度成为1000NTU以下。

[0017] 本发明还提供一种纤维处理方法, 其包括下述工序(i)。

[0018] (i) 在上述纤维处理剂中浸渍纤维, 并维持上述处理剂的浊度为1000NTU以下的状态进行处理的工序。

[0019] 本发明还提供一种头饰制品用纤维的制造方法, 其包括利用上述的纤维处理方法对纤维进行处理的工序。

[0020] 本发明还提供一种头饰制品的制造方法, 其包括利用上述纤维处理方法对纤维进行处理的工序。

[0021] 本发明还提供一种头饰制品用纤维, 其含有由上述成分(A)和(B)生成的缩合物。

[0022] 本发明还提供一种头饰制品, 其以含有由上述成分(A)和(B)生成的缩合物的纤维作为构成要素。

具体实施方式

[0023] 在制造头饰制品时, 有时也可能使纤维强烈伸长, 在专利文献1~3所记载的技术中, 处理后的纤维的伸缩性(柔韧性)也可能不充分。因此, 为了防止伸长时的断裂, 要求提高处理后的纤维的伸缩性。

[0024] 因此, 本发明涉及一种纤维处理剂, 其能够改善再生胶原纤维所代表的来自天然的纤维的耐水性、耐热性, 赋予热形状记忆能力, 并且用于制造伸缩性(柔韧性)也优异的头饰制品用纤维。

[0025] 本发明的发明人发现, 对于专利文献1~3所记载的纤维处理剂, 基于对应文献的纤维处理方法进行处理时, 浸渍了纤维的组合物经过三个阶段而发生变化。即, 在阶段1中, 组合物以甲醛和三聚氰胺衍生物彼此不反应的方式存在, 处于浊度高的状态。在阶段2中, 甲醛和三聚氰胺衍生物发生反应, 生成水溶性的缩合物, 从而组合物透明化。在阶段3中, 水溶性缩合物彼此进一步连结, 从而形成水不溶性的缩合物, 进而组合物的浊度上升。

[0026] 本发明的发明人发现, 在使来自天然的纤维与阶段1的组合物接触的情况下, 游离的甲醛直接与纤维作用而使组织交联, 难以维持其伸缩性(柔韧性)。另一方面, 在使纤维与阶段3的组合物接触的情况下, 在纤维的表面形成硬的树脂的层, 从而限制纤维的弯曲和延伸等的运动, 仍然难以维持纤维的伸缩性(柔韧性), 并且纤维表面的触感也变差。

[0027] 然后,本发明的发明人等以上述见解为基础进行了进一步研究,结果发现,对于来自天然的纤维,使用含有甲醛与特定的三嗪衍生物的缩合物的浊度为1000以下的组合物,一边维持处理剂的浊度为1000NTU以下的状态一边进行处理,由此不仅能够提高来自天然的纤维中的耐水性、耐热性,赋予热形状记忆能力,而且意外地发现与处理前相比,还能够提高纤维的伸缩性(柔韧性),并且能够提高至接近人发的水平,还能够提高纤维表面的触感,从而完成了发明。通常,由于引用文献1~3中所使用的具有羟甲基的化合物使组织交联,处理后的组织变脆是常识,但令人震惊地发现,在上述条件下将来自天然的纤维作为处理对象的情况下,能得到与处理前相比伸缩性(柔韧性)提高的结果。

[0028] 利用本发明,能够提供一种纤维处理剂,其提高来自天然的纤维的耐水性、耐热性,赋予热形状记忆能力,并且用于制造伸缩性(柔韧性)提高了的头饰制品用纤维。

[0029] (本发明中作为处理对象的纤维)

[0030] 作为本发明的纤维处理剂的处理对象的纤维可以为合成纤维、来自天然的纤维中的任意种,优选来自天然的纤维。来自天然的纤维是指从天然的动植物中获取的纤维,或者以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑、蚕丝蛋白(silk fibroin)等为原料而人工制造的纤维并且用于制造头饰制品的纤维。这些之中,优选从人发纤维以外的天然的动植物中获取的纤维、或以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑、蚕丝蛋白等为原料而人工制造的纤维,更优选以胶原蛋白为原料的再生胶原纤维、以蚕丝蛋白为原料的再生蚕丝纤维等再生蛋白质纤维,进一步优选再生胶原纤维。

[0031] 再生胶原纤维可以利用公知的技术进行制造,并且组成也不必是100%胶原蛋白,可以含有用于品质改良的天然或合成聚合物或添加剂。还可以为对再生胶原纤维进行后加工而得到的物质。作为再生胶原纤维的形态,优选长丝。长丝通常从筒卷或箱装的状态取出。另外,也可以直接利用在再生胶原纤维的制造工序中由干燥工序得到的长丝。

[0032] (由成分(A)和(B)生成的缩合物)

[0033] 在本发明的纤维处理剂中,含有成分(A)的甲醛或其水合物与成分(B)的通式(1)所示的三嗪衍生物的缩合物。在该缩合物中,除了前述的水溶性的缩合物以外,只要纤维处理剂的浊度为1000NTU以下,也可以含有水溶性缩合物彼此进一步连结而生成的水不溶性的缩合物,在本说明书中,简称为“缩合物”时,包括水溶性、水不溶性的任意种缩合物。另外,在本发明的纤维处理剂中,只要浊度为1000NTU以下,除了这些缩合物以外,还可以残留有未反应的成分(A)、成分(B)。

[0034] (成分(A):甲醛或其水合物)

[0035] 作为甲醛的水合物,可以列举甲醛一水合物(甲二醇)。从对处理后的来自天然的纤维赋予更高的形状持续性和耐久性的观点考虑,在这些之中,优选甲醛。

[0036] 关于本发明的纤维处理剂中的来自成分(A)的构成要素的含量,从对处理后的来自天然的纤维赋予更高的形状持续性和强度的观点考虑,优选为0.1质量%以上,更优选为1质量%以上,进一步优选为1.5质量%以上,更进一步优选为3质量%以上,更加进一步优选为5质量%以上,并且从上述的观点以及配方适合性的观点考虑,优选为60质量%以下,更优选为50质量%以下,进一步优选为40质量%以下,更进一步优选为35质量%以下,更加进一步优选为30质量%以下。

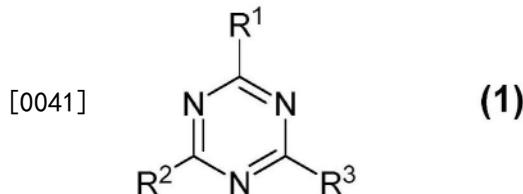
[0037] 即,从对处理后的来自天然的纤维赋予更高的形状持续性和强度的观点和配方适

合性的观点考虑,本发明的纤维处理剂中的来自成分(A)的构成要素的含量优选为0.1~60质量%,更优选为1~50质量%,进一步优选为1.5~40质量%,更进一步优选为3~35质量%,更加进一步优选为5~30质量%。

[0038] 其中,在本说明书中,“来自成分(A)的构成要素”是指上述缩合物中的来自成分(A)的构成部分和所残留的成分(A)的合计含量。

[0039] (成分(B):通式(1)所表示的三嗪衍生物)

[0040] 本发明中所使用的三嗪衍生物由以下的通式(1)表示。



[0042] (式中,R¹~R³可以相同也可以不同,表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷氧基或烯氧基。)

[0043] 作为通式(1)所表示的三嗪衍生物,可以列举三聚氰胺、单羟甲基三聚氰胺、二羟甲基三聚氰胺、三羟甲基三聚氰胺、苯并胍胺、甲基胍胺(acetoguanamine)、2,4-二氨基-1,3,5-三嗪、三聚氰酸二酰胺、2-氯-4,6-二氨基-1,3,5-三嗪等,从对处理后的来自天然的纤维赋予更高的形状持续性和耐久性的观点考虑,优选选自三聚氰胺、单羟甲基三聚氰胺、二羟甲基三聚氰胺和三羟甲基三聚氰胺中的至少1种,更优选三聚氰胺。成分(B)可以单独使用,或者将2种以上组合使用。

[0044] 关于本发明的纤维处理剂中的来自成分(B)的构成要素的含量,从对处理后的来自天然的纤维赋予更高的形状持续性和强度的观点考虑,优选为0.1质量%以上,更优选为1质量%以上,进一步优选为2.5质量%以上,更进一步优选为5质量%以上,并且从上述的观点以及提高纤维表面的触感的观点考虑,优选为60质量%以下,更优选为50质量%以下,进一步优选为40质量%以下,更进一步优选为35质量%以下,更进一步优选为30质量%以下。

[0045] 即,从对处理后的纤维赋予更高的形状持续性和强度的观点和提高纤维表面的触感的观点考虑,本发明的纤维处理剂中的来自成分(B)的构成要素的含量优选为0.1~60质量%,更优选为1~50质量%,进一步优选为2.5~40质量%,更进一步优选为5~35质量%,更加进一步优选为5~30质量%。

[0046] 其中,在本说明书中,“来自成分(B)的构成要素”是指上述缩合物中的来自成分(B)的构成部分和所残留的成分(B)的合计含量。

[0047] 关于本发明的纤维处理剂中的来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的含量的合计,从对处理后的来自天然的纤维赋予更高的形状持续性和强度的观点考虑,超过1质量%,优选为2.5质量%以上,更优选为5质量%以上,进一步优选为10质量%以上,并且从提高纤维表面的触感的观点考虑,优选为80质量%以下,更优选为70质量%以下,进一步优选为60质量%以下,更进一步优选为50质量%以下,更加进一步优选为40质量%以下。

[0048] 关于本发明的纤维处理剂中的来自成分(A)的构成要素相对于来自成分(B)的构成要素的摩尔比(A)/(B),从利用在来自天然的纤维内水溶性缩合物彼此缩合而形成的分子量更大的缩合物使处理后的来自天然的纤维的形状持续性和强度更加优异的观点考虑,优选为0.005以上,更优选为0.01以上,进一步优选为0.05以上,更进一步优选为0.1以上,并且从良好的触感的观点考虑,优选小于5,更优选为4以下,进一步优选为3以下,更进一步优选为2以下。

[0049] 即,从利用在来自天然的纤维内水溶性缩合物彼此缩合而形成的缩合物使处理后的来自天然的纤维的形状持续性和强度更加优异的观点以及良好的触感的观点考虑,来自成分(A)的构成要素相对于来自成分(B)的构成要素的摩尔比(A)/(B)优选为0.005以上且小于5,更优选为0.01~4,进一步优选为0.05~3,更进一步优选为0.1~2。

[0050] 成分(A)与成分(B)的缩合物可以通过对含有成分(A)~(C)的组合物进行加热而在组合物中生成。含有成分(A)~(C)的组合物在制备之初以成分(A)和成分(B)彼此不反应的方式存在,但通过对该组合物进行加热,两者反应并生成水溶性的缩合物。

[0051] 关于本发明的纤维处理剂中的由成分(A)和(B)生成的缩合物的含量,从对处理后的来自天然的纤维赋予更高的形状持续性和强度的观点考虑,优选超过1质量%,更优选为1.5质量%以上,进一步优选为2.5质量%以上,更进一步优选为5质量%以上,更加进一步优选为10质量%以上,并且从上述的观点以及提高来自天然的纤维表面的触感的观点考虑,优选为80质量%以下,更优选为70质量%以下,进一步优选为60质量%以下,更进一步优选为50质量%以下,更加进一步优选为40质量%以下。

[0052] (成分(C):水)

[0053] 本发明的纤维处理剂以水为介质。本发明的纤维处理剂中的成分(C)的含量优选为10质量%以上,更优选为20质量%以上,进一步优选为30质量%以上,更进一步优选为40质量%以上,另外,优选为99质量%以下,更优选为97质量%以下,进一步优选为95质量%以下,更进一步优选为90质量%以下。

[0054] 即,本发明的纤维处理剂中的成分(C)的含量优选为10~99质量%,更优选为20~97质量%,进一步优选为30~95质量%,更进一步优选为40~90质量%。

[0055] (成分(D):汉森(Hansen)溶解度参数的SP值为 $16\sim 40\text{MPa}^{1/2}$ 的有机化合物)

[0056] 通过成分(A)和(B)的反应,在本发明的纤维处理剂中生成分子量大的不溶性的缩合物时,在来自天然的纤维的表面形成硬的树脂层,从而不仅限制来自天然的纤维的弯曲或延伸等的运动,妨碍纤维的伸缩性(柔韧性),而且有时纤维表面的触感也变差。因此,关于来自天然的纤维的处理,从防止在反应过程中生成且成为浊度上升的原因的由成分(A)和(B)形成的缩合体低聚物的凝聚并使其容易溶解的观点考虑,优选含有汉森溶解度参数的SP值为 $16\text{MPa}^{1/2}$ 以上 $40\text{MPa}^{1/2}$ 以下的有机化合物(其中,不包括有机盐和具有醛基的分子量为150以下的化合物)。带有电荷的有机盐在系统中共存时,浊度急剧上升,并且戊二醛这样的具有醛基的化合物使三嗪衍生物彼此在多点交联而使浊度急剧上升,因此从成分(D)中排除。

[0057] 在本发明中,汉森溶解度参数的SP值是指使用以Hansen Solubility Parameters:A User's Handbook,CRC Press,Boca Raton FL,2007为基础的软件包HSPiP 4th Edition 4.1.07,在DIY程序中以25°C进行计算得到的 $\delta_{\text{Tot}}(\text{MPa}^{1/2})$ 。

[0058] 作为成分(D)的汉森溶解度参数的SP值为 $16.0\text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40.0\text{ MPa}^{1/2}$ 以下的有机化合物,可以列举一元醇、二元醇、二元醇衍生物、三元以上的多元醇、内酰胺、咪唑啉酮(imidazolidinone)、嘧啶酮(pyrimidinone)、内酯、碳酸亚烷基酯(alkylene carbonate)、其它通用有机溶剂且SP值为上述范围内的化合物。

[0059] 以下,列举汉森溶解度参数的SP值为 $16.0\text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40.0\text{ MPa}^{1/2}$ 以下的化合物的具体例子。各例示中的括号内的数值是利用前述的方法进行计算得到的SP值。

[0060] • 一元醇的例子:乙醇(25.4)、1-丙醇(22.9)、异丙醇(22.3)、1-丁醇(22.9);

[0061] • 二元醇的例子:乙二醇(31.6)、二乙二醇(29.2)、三乙二醇(26.1)、四乙二醇(24.3)、五乙二醇(23.1)、六乙二醇(22.2)、丙二醇(31.7)、1-二丙二醇(26.0)、三丙二醇(23.4);

[0062] • 二元醇衍生物的例子:二丙二醇单甲醚(21.1)、二丙二醇二甲基醚(17.8)、二丙二醇二乙酸酯(19.0)、二丙二醇单甲醚乙酸酯(18.5);

[0063] • 三元以上的多元醇的例子:甘油(35.7)、山梨糖醇(35.8);

[0064] • 内酰胺的例子:2-吡咯烷酮(24.8)、N-甲基吡咯烷酮(22.0);

[0065] • 咪唑啉酮的例子:亚乙基脲(28.5)、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮(22.3)、二羟基甲基亚乙基脲(31.3)、N,N'-二羟基甲基-4,5-二羟基亚乙基脲(34.7)、DMDM乙内酰脲(28.1);

[0066] • 嘧啶酮的例子:N,N'-二甲基亚丙基脲(21.3);

[0067] • 内酯的例子: γ -丁内酯(24.6);

[0068] • 碳酸亚烷基酯的例子:碳酸亚乙酯(29.2)、碳酸亚丙酯(27.1);

[0069] • 通用有机溶剂的例子:DMF(N,N-二甲基甲酰胺)(24.2)、DMAc(N,N-二甲基乙酰胺)(23.0)、DMSO(二甲亚砜)(23.6)、THF(四氢呋喃)(18.2)、1,4-二噁烷(20.5)、乙腈(23.9)。

[0070] 在这些中,从防止在反应过程中生成且成为浊度上升的原因的由成分(A)和(B)形成的缩合体低聚物的凝聚并使其容易溶解的观点考虑,汉森溶解度参数的SP值优选为 $35.8\text{ MPa}^{1/2}$ 以下,更优选为 $34.7\text{ MPa}^{1/2}$ 以下,进一步优选为 $29.2\text{ MPa}^{1/2}$ 以下。从相同的观点考虑,优选为 $17.8\text{ MPa}^{1/2}$ 以上,更优选为 $21.1\text{ MPa}^{1/2}$ 以上,进一步优选为 $22.0\text{ MPa}^{1/2}$ 以上。

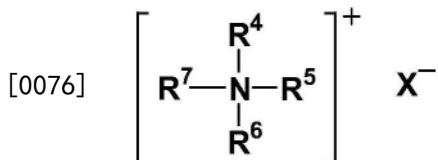
[0071] 其中,优选二元醇、内酰胺和咪唑啉酮,更优选选自乙二醇(29.2)、三乙二醇(26.1)、N-甲基吡咯烷酮(22.0)、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮(22.3)和DMDM乙内酰脲(28.1)中的至少1种。

[0072] 成分(D)可以单独使用任意种,或者将2种以上组合使用。关于本发明的纤维处理剂中的成分(D)的含量,从更长时间维持纤维处理剂的浊度为1000NTU以下的状态的观点考虑,优选为10质量%以上,更优选为15质量%以上,进一步优选为25质量%以上,并且从高效地进行缩合反应、利用在来自天然的纤维内水溶性缩合物彼此结合而形成的分子量更大的缩合物使处理后的来自天然的纤维的形状持续性和强度更加优异的观点考虑,优选为80质量%以下,更优选为60质量%以下,进一步优选为45质量%以下。

[0073] (阳离子性表面活性剂)

[0074] 本发明的纤维处理剂在不损害本发明的效果的范围内可以含有阳离子性表面活性剂。阳离子性表面活性剂优选具有1个碳原子数为8~24的烷基和3个碳原子数为1~4的烷基的单长链烷基季铵盐。

[0075] 优选至少1种单长链烷基季铵表面活性剂从下述通式所表示的化合物中选择。



[0077] (式中, R^4 表示碳原子数为8~22的饱和或不饱和的直链或支链的烷基、 $R^8-CO-NH-(CH_2)_m-$ 或 $R^8-CO-O-(CH_2)_m-$ (R^8 表示碳原子数为7~21的饱和或不饱和的直链或支链的烷基链, m 表示1~4的整数), R^5 、 R^6 和 R^7 独立地表示碳原子数为1~4的烷基、碳原子数为1~4的羟基烷基, X^- 表示氯离子、溴离子、甲基硫酸根离子或乙基硫酸根离子。)

[0078] 作为优选的阳离子性表面活性剂, 例如可以列举鲸蜡基三甲基氯化铵、肉豆蔻基三甲基氯化铵、山嵛基三甲基氯化铵、鲸蜡基三甲基溴化铵、硬脂酰胺丙基三甲基氯化铵等的长链季铵化合物, 这些可以单独使用, 也可以以它们的混合物的形式使用。

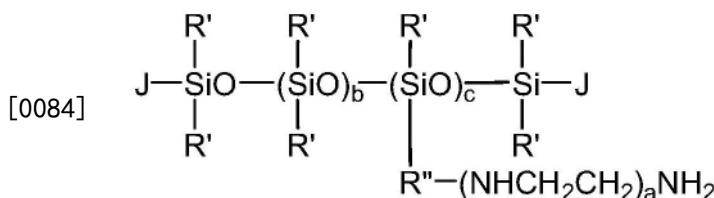
[0079] 从改善处理后的来自天然的纤维的触感、进一步提高本发明的效果的观点考虑, 本发明的纤维处理剂中的阳离子性表面活性剂的含量优选为0.05质量%以上, 更优选为0.10质量%以上, 另外, 优选为10质量%以下, 更优选为5质量%以下。

[0080] (硅酮)

[0081] 另外, 从改善处理后的来自天然的纤维的触感、使梳理性变得优异的观点考虑, 本发明的纤维处理剂可以含有硅酮。作为硅酮, 优选选自二甲基聚硅氧烷、氨基改性硅酮中的1种以上。

[0082] 作为二甲基聚硅氧烷, 可以使用任意种环状或非环状的二甲基聚硅氧烷聚合物, 作为其例, 可以列举: SH200系列、BY22-019、BY22-020、BY11-026、B22-029、BY22-050A、BY22-055、BY22-060、BY22-083、FZ-4188(均为东丽道康宁株式会社)、KF-9088、KM-900系列、MK-15H、MK-88(均为信越化学工业株式会社)。

[0083] 作为氨基改性硅酮, 可以使用具有氨基或铵基的所谓的硅酮, 作为其例, 可以列举全部或部分末端羟基被甲基等封端而成的氨基改性硅油和没有被封端的氨端聚二甲基硅氧烷。从改善处理后的来自天然的纤维的触感、使梳理性变得优异的观点考虑, 作为优选的氨基改性硅酮, 例如可以列举下式所示的化合物。



[0085] (式中, R' 表示氢原子、羟基或 R^X , R^X 表示取代或非取代的碳原子数为1~20的一价烃基, J 表示 R^X 、 $R''-(NHCH_2CH_2)_aNH_2$ 、 OR^X 或羟基, R'' 表示碳原子数为1~8的二价烃基, a 表示0~3的数, b 和 c 表示其和以数均计为10以上且小于20000、优选为20以上且小于3000、更优选为30以上且小于1000、进一步优选为40以上且小于800的数。)

[0086] 作为优选的氨基改性硅酮的市售品的具体例, 可以列举: SF8452C、SS3551(均为东丽道康宁株式会社)、KF-8004、KF-867S、KF-8015(均为信越化学工业株式会社)等氨基改性硅油、SM8704C、SM8904、BY22-079、FZ-4671、FZ4672(均为东丽道康宁株式会社)等氨端聚二甲基硅氧烷乳液。

[0087] 从改善处理后的来自天然的纤维的触感、进一步提高本发明的效果的观点考虑，本发明的纤维处理剂中的硅酮的含量优选为0.1质量%以上，更优选为0.2质量%以上，进一步优选为0.5质量%以上，另外，优选为20质量%以下，更优选为10质量%以下，进一步优选为5质量%以下。

[0088] (阳离子性聚合物)

[0089] 另外，从改善处理后的来自天然的纤维的触感的观点考虑，本发明的纤维处理剂可以含有阳离子性聚合物。

[0090] 阳离子性聚合物是指具有阳离子基团或能够被阳离子基团离子化的基团的聚合物，也包括整体呈阳离子性的两性聚合物。即，可以列举聚合物链的侧链包含氨基或铵基、或含有二烯丙基季铵盐作为结构单元的水溶液，例如阳离子化纤维素衍生物、阳离子性淀粉、阳离子化瓜尔胶衍生物、二烯丙基季铵盐的聚合物或共聚物、季铵化聚乙烯吡咯烷酮衍生物等。这些之中，从提高冲洗时或使用洗发剂时的触感的柔软度、光滑度和手指的易通过性、干燥时的易梳理性和保湿性等的效果以及制剂的稳定性的观点考虑，优选选自含有二烯丙基季铵盐作为结构单元的聚合物、季铵化聚乙烯吡咯烷酮衍生物、阳离子化纤维素衍生物中的1种或2种以上，更优选为选自二烯丙基季铵盐的聚合物或共聚物、阳离子化纤维素衍生物中的1种或2种以上。

[0091] 作为优选的二烯丙基季铵盐的聚合物或共聚物的具体例，可以列举：二甲基二烯丙基氯化铵聚合物(聚季铵盐-6、例如Merquat 100; Lubrizol Advanced Materials公司)、二甲基二烯丙基氯化铵/丙烯酸共聚物(聚季铵盐-22、例如Merquat 280、Merquat 295; Lubrizol Advanced Materials公司)、二甲基二烯丙基氯化铵/丙烯酰胺共聚物(聚季铵盐-7、例如Merquat 550; Lubrizol Advanced Materials公司)等。

[0092] 作为优选的季铵化聚乙烯吡咯烷酮衍生物的具体例，可以列举：乙烯基吡咯烷酮共聚物和甲基丙烯酸二甲基氨基乙酯聚合而得到的聚合物(聚季铵盐-11、例如GAFQUAT734、GAFQUAT755、GAFQUAT755N(以上均由Ashland公司制造))。

[0093] 作为优选的阳离子化纤维素的具体例，可以列举：羟基纤维素加成缩水甘油三甲基氯化铵而成的聚合物(聚季铵盐-10、例如LEOGARD G、LEOGAR GP(以上均由Lion公司制造)、Polymer JR-125、Polymer JR-400、Polymer JR-30M、Polymer LR-400、Polymer LR-30M(以上均由Amacol公司制造))、羟基乙基纤维素二甲基二烯丙基氯化铵(聚季铵盐-4、例如CELQUAT H-100、CELQUAT L-200(以上均由阿克苏诺贝尔公司制造))等。

[0094] 从改善处理后的来自天然的纤维的触感的观点考虑，本发明的纤维处理剂中的阳离子性聚合物的含量优选为0.001质量%以上，更优选为0.01质量%以上，进一步优选为0.05质量%以上，另外，优选为20质量%以下，更优选为10质量%以下。

[0095] 本发明的纤维处理剂中还可以含有：抗坏血酸等的抗氧化剂；氢氧化钠、氢氧化钾、磷酸、盐酸、酒石酸等pH调整剂。

[0096] (浊度)

[0097] 关于本发明的纤维处理剂，从提高来自天然的纤维的伸缩性(柔韧度)的观点以及提高纤维表面的触感的观点考虑，希望浊度尽可能低，纤维处理剂的浊度为1000NTU以下，优选为500NTU以下，更优选为100NTU以下，进一步优选为20NTU以下。其中，上述的纤维处理剂的浊度是指来自成分(B)和水溶性缩合物彼此结合而形成的水不溶性缩合物所产生的浑

浊,在除了这些以外还含有成为浑浊的原因的成分的情况下,只考虑成分(B)和水不溶性缩合物所产生的浑浊。此时,水不溶性缩合物的定量例如可以在利用孔径0.1μm的膜滤器过滤后,利用衍生物化热分解GC/MS法进行。

[0098] 其中,NTU(比浊法浊度单位,Nephelometric Turbidity Unit)是以福尔马肼(Formazine)为浊度标准液的比浊法的浊度单位。纤维处理剂的浊度可以在室温(25℃)下将纤维处理剂直接放入数字浊度计(AS ONE公司制造/型号:TB700)的测定池中进行测定。

[0099] (pH)

[0100] 从抑制来自天然的纤维的损伤的观点考虑,本发明的纤维处理剂的pH优选为3.0以上,更优选为3.5以上,进一步优选为4.0以上,更进一步优选为4.5以上,另外,优选为12.0以下,更优选为11.0以下,进一步优选为10.0以下,更进一步优选为9.0以下。其中,本发明中的pH是25℃时的值。

[0101] 即,从抑制来自天然的纤维的损伤的观点考虑,本发明的纤维处理剂的pH优选为3.0~12.0,更优选为3.5~11.0,进一步优选为4.0~10.0,更进一步优选为4.5~9.0。

[0102] (纤维处理剂的制造方法)

[0103] 本发明的纤维处理剂含有成分(A)~(C),可以通过将来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的合计超过1质量%的组合物加热至浊度成为1000NTU以下来制造。含有成分(A)~(C)的组合物在制备之初以成分(A)和成分(B)彼此不反应的方式存在,处于浊度高的状态,但通过对该组合物进行加热,两者反应并形成水溶性的缩合物,由此组合物的浊度下降。本发明的纤维处理剂是在该状态的组合物中浊度成为1000NTU以下的制剂。

[0104] 关于用于使含有成分(A)~(C)的组合物的浊度成为1000NTU以下的加热温度,从使纤维处理剂中的成分(A)与成分(B)反应并高效地进行生成水溶性的缩合物的反应的观点考虑,优选为85℃以上,更优选为88℃以上,进一步优选为90℃以上,从防止反应过快而无法控制的观点考虑,优选为120℃以下,更优选为115℃以下,进一步优选为110℃以下。

[0105] 另外,加热时间优选为1分钟以上,更优选为5分钟以上,另外,优选为20分钟以下,更优选为15分钟以下。希望达到上述温度的升温在短时间进行,通过加热搅拌确认透明后,在短时间内冷却,下降至后述的纤维适用温度或纤维处理剂的保存温度。在因工艺过程放大(scale-up)而难以急剧升温的情况下,以混合有成分(B)以外的组合物的状态进行升温,并以成为上述温度的状态添加成分(B)时,是有利的。

[0106] 关于含有成分(A)~(C)的组合物加热时的pH,从防止反应过快而成阶段3的观点考虑,优选为7.0以上,更优选为8.0以上,进一步优选为9.0以上,并且从容易调整施用于纤维时的pH的操作性的观点考虑,优选为13.0以下,更优选为12.0以下,进一步优选为11.0以下。在组合物的浊度成为1000NTU以下后,可以根据需要调整至前述的纤维处理剂的优选的pH范围。

[0107] (纤维处理剂的保管方法)

[0108] 在将如上所述地制造的浊度为1000NTU以下的处理剂施用于纤维之前进行运输和保管的情况下,为了防止运输中无意地进行反应,也可以将保管温度设为低温。关于保管温度,从防止冻结或再结晶发生的观点考虑,优选为1℃以上,更优选为2℃以上,进一步优选为5℃以上,并且从防止无意地进行反应的观点考虑,优选为25℃以下,更优选为20℃以下,

进一步优选为15℃以下。另外,保管时的纤维处理剂的pH优选调整至缩合速度慢的9~11的范围。

[0109] (纤维处理方法)

[0110] (基本的处理)

[0111] 使用本发明的纤维处理剂,利用包括下述工序(i)的方法对来自天然的纤维进行处理,由此能够高度地维持来自天然的纤维的伸缩性(柔韧性),并对来自天然的纤维赋予形状持续性和高的耐久性。

[0112] (i) 在本发明的纤维处理剂中浸渍来自天然的纤维,维持上述处理剂的浊度为1000NTU以下的状态进行处理的工序。

[0113] 另外,如上所述地制造的本发明的浊度为1000NTU以下的纤维处理剂可以直接施用于纤维,但通过以处理剂不会因成为阶段3而导致浊度上升的程度加热一定时间后,再施用于纤维,能够进一步提高纤维的伸缩性。因此,优选在工序(i)之前包括下述工序(0)。

[0114] (0) 对纤维处理剂进行加热的工序。

[0115] 关于工序(0)的加热温度,从提高生产率的观点考虑,优选为40℃以上,更优选为60℃以上,进一步优选为70℃以上,并且从在合适的点停止加热的观点考虑,优选为120℃以下,更优选为105℃以下,进一步优选为99℃以下。

[0116] 关于工序(0)中的加热时间,在制备之后立即对浊度为1000NTU以下的处理剂进行加热,将直至处理剂因成为阶段3而再次超过浊度1000NTU的加热时间定义为T时,从表现纤维的伸缩性效果的观点考虑,优选为0.2T以上,更优选为0.3T以上,进一步优选为0.4T以上,并且从确保直至因成为阶段3而浊度超过1000NTU的时间、即能够对纤维进行处理的时间的观点考虑,优选为0.8T以下,更优选为0.7T以下,进一步优选为0.6T以下。

[0117] 在工序(i)中,在纤维处理剂中浸渍的来自天然的纤维可以干燥,也可以润湿。浸渍来自天然的纤维的纤维处理剂的量以相对于来自天然的纤维的质量的浴比(纤维处理剂的质量/来自天然的纤维的质量)计优选为2以上,更优选为3以上,进一步优选为5以上,更进一步优选为10以上,更进一步优选为20以上,另外,优选为500以下,更优选为250以下,进一步优选为100以下。

[0118] 即,上述浴比优选为2~500,更优选为3~250,进一步优选为5~100,更进一步优选为10~100,更加进一步优选为20~100。

[0119] 另外,在工序(i)中,也可以预先利用卷发器等固定来自天然的纤维,接着,在加热下,浸渍于本发明的纤维处理剂中。通过如此操作,对于来自天然的纤维,除了形状持续性和高的耐久性以外,还能够同时赋予所希望的形状。

[0120] 工序(i)中的来自天然的纤维在纤维处理剂中的浸渍在加热下进行,该加热通过将纤维处理剂加温来进行。其中,该加热也可以通过在加热状态的纤维处理剂中浸渍来自天然的纤维来进行,还可以通过在低温的纤维处理剂中浸渍来自天然的纤维后,再进行加热来进行。关于纤维处理剂的温度,为了通过增大由成分(A)和成分(B)形成的水溶性缩合物与来自天然的纤维内的纤维构成分子、例如蛋白质分子的相互作用,以及促进在来自天然的纤维内由成分(A)和成分(B)形成的缩合体彼此的缩合和生长反应而获得本发明的效果,优选为20℃以上,更优选为35℃以上,进一步优选为45℃以上,并且为了防止来自天然的纤维因热而发生改性并劣化,优选小于100℃,更优选为80℃以下,进一步优选为70℃以

下,更进一步优选为60℃以下。

[0121] 关于工序(i)的浸渍时间,在制备之后立即对浊度为1000NTU以下的处理剂进行加热,将直至处理剂的浊度超过1000NTU的加热时间定义为T时,从对来自天然的纤维表现提高伸缩性效果的观点考虑,优选为0.3T以上,更优选为0.4T以上,进一步优选为0.5T以上,并且为了抑制来自天然的纤维的损伤,优选为0.95T以下,更优选为0.90T以下,进一步优选为0.85T以下。

[0122] 具体的浸渍时间可根据所使用的加热温度适当调整,例如从对来自天然的纤维表现提高伸缩性效果的观点考虑,优选为15分钟以上,更优选为30分钟以上,进一步优选为1小时以上,并且为了抑制来自天然的纤维的损伤,优选为48小时以下,更优选为24小时以下,进一步优选为12小时以下。

[0123] 工序(i)优选在水分蒸发被抑制的环境下进行。作为抑制水分蒸发的具体方法,可以列举利用由不透过水蒸气的原材料构成的膜状物质、帽、盖等覆盖浸渍有来自天然的纤维的纤维处理剂的容器的方法。

[0124] 在工序(i)之后,可以对来自天然的纤维进行冲洗,也可以不进行冲洗,从防止因剩余的聚合物而降低来自天然的纤维的触感的观点考虑,优选冲洗。

[0125] 认为通过这些处理,由成分(A)和(B)生成的水溶性的缩合物浸透至来自天然的纤维内,与来自天然的纤维内的纤维构分子、例如蛋白质分子发生相互作用。另外,在来自天然的纤维内,上述水溶性缩合物彼此缩合,由此生成分子量更大的缩合物。这些缩合物即使在对来自天然的纤维进行清洗后,也残留在来自天然的纤维内,因此利用本发明的方法进行处理后的来自天然的纤维的形状即使清洗也不会改变。

[0126] 在工序(i)的处理中,处理剂的浊度上升时,在来自天然的纤维的表面形成硬的树脂的层,难以高度地维持来自天然的纤维的伸缩性(柔韧度),并且难以确保纤维表面的良好触感,因此优选在处理剂的浊度超过1000NTU之前将来自天然的纤维从处理剂中取出。从处理剂中适当采取样品,利用前述的浊度测定法,能够确认处理剂的浊度。在对所取出的处理中的来自天然的纤维的处理不充分的情况下,只要重新实施工序(i)即可。即,优选在工序(i)之后,包括下述工序(ii),并将工序(i)和工序(ii)重复2次以上。

[0127] (ii)在处理剂的浊度超过1000NTU之前将来自天然的纤维从处理剂中取出的工序。

[0128] 在上述工序(ii)中将来自天然的纤维从处理剂中取出后,优选对来自天然的纤维的表面进行冲洗,冲走不溶性的缩合物。即,优选在工序(ii)之后,进行下述工序(iii)。

[0129] (iii)对所取出的来自天然的纤维进行冲洗的工序。

[0130] 希望工序(iii)的冲洗使用含有前述的成分(D)的组合物进行。作为该冲洗用组合物,可以只包含成分(D),但除了成分(D)以外,还可以含有水。含水时的冲洗用组合物中的成分(D)的含量优选为60质量%以上,更优选为80质量%以上,更进一步优选为95%质量%以上。

[0131] (后交联处理)

[0132] 在工序(i)~(iii)之后,还可以进行下述工序(iv),由此能够进一步提高来自天然的纤维的形状持续性。

[0133] (iv)在含有成分(E)和(C)的后交联剂中浸渍来自天然的纤维的工序。

[0134] (E) : 选自甲醛、甲醛的水合物、乙醛酸、乙醛酸的水合物、乙醛酸盐、乙二醛、乙二醛的水合物、戊二醛和戊二醛的水合物中的至少1种甲醛衍生物；

[0135] (C) : 水。

[0136] 后交联剂中的成分(E)的含量优选为0.01质量%以上，更优选为0.1质量%以上，进一步优选为1质量%以上，另外，优选为60质量%以下，更优选为40质量%，进一步优选为20质量%以下。

[0137] 即，后交联剂中的成分(E)的含量优选为0.01～60质量%，更优选为0.1～40质量%，进一步优选为1～20质量%。

[0138] 后交联剂中还可以含有氢氧化钠、氢氧化钾、磷酸、盐酸、有机酸等pH调整剂。另一方面，从提高来自天然的纤维的表面触感的观点考虑，优选后交联剂不含成分(B)的三嗪衍生物。

[0139] 从抑制来自天然的纤维的损伤的观点考虑，后交联剂的pH优选为11.0以下，更优选为10.0以下，进一步优选为9.0以下，另外，优选为2.0以上，更优选为3.0以上，进一步优选为4.0以上。

[0140] 即，从抑制来自天然的纤维的损伤的观点考虑，后交联剂的pH优选为2.0～11.0，更优选为3.0～10.0，进一步优选为4.0～9.0。

[0141] 关于工序(iv)中所使用的后交联剂的温度，从增大来自天然的纤维内所生成的成分(A)和成分(B)的缩合物与来自天然的纤维内的纤维构成分子、例如蛋白质分子的相互作用，并提高本发明的效果(形状持续性/强度)的观点考虑，优选为20℃以上，更优选为35℃以上，进一步优选为45℃以上，并且从防止来自天然的纤维因热而发生改性并劣化的观点考虑，优选小于100℃，更优选为80℃以下，进一步优选为70℃以下，更进一步优选为60℃以下。

[0142] 在工序(iv)中，浸渍于后交联剂的来自天然的纤维可以干燥，也可以润湿。浸渍来自天然的纤维的后交联剂的量以相对于来自天然的纤维的质量的浴比(后交联剂的质量/工序(i)～(iii)中进行处理后的纤维的质量)计优选为2以上，更优选为3以上，进一步优选为5以上，更进一步优选为10以上，更加进一步优选为20以上，另外，优选为500以下，更优选为250以下，进一步优选为100以下。

[0143] 即，上述浴比优选为2～500，更优选为3～250，进一步优选为5～100，更进一步优选为10～100，更加进一步优选为20～100。

[0144] 为了使后交联剂浸透并扩散至来自天然的纤维内，在工序(iv)中，来自天然的纤维在后交联剂中的浸渍时间优选为1分钟以上，更优选为3分钟以上，进一步优选为5分钟以上，另外，优选为5小时以下，更优选为3小时以下，进一步优选为1小时以下。

[0145] (可以进一步追加的处理)

[0146] 本发明的纤维处理方法除了前述的工序(i)～(iv)以外，还可以追加进行选自脱色、染色和用于赋予疏水性、低摩擦化的表面加工、用于进一步提高纤维伸缩性(柔韧度)的加热处理中的1种以上的各种处理。

[0147] 此时，脱色和染色的各处理可以在前述的工序(i)～(iv)之前进行，也可以在之后进行，还可以在工序(i)～(iv)的各工序之间进行。另外，也可以将多个处理组合追加，在追加脱色和染色两方的情况下，除了需要在染色之前进行脱色以外，可以先进行任意种处理，

也可以在脱色与染色之间进行其它处理。

[0148] 另一方面,用于赋予疏水性、低摩擦化的表面加工、用于进一步提高纤维伸缩性(柔韧度)的加热处理需要在前述的工序(i)~(iii)之后进行,或者在也一并进行工序(iv)的利用后交联剂的处理时需要在工序(iv)之后进行,其中,通过在工序(iv)之后进一步追加进行,能够获得更良好的结果。另外,如上所述地在工序(i)~(iii)或工序(iv)之后的阶段进行用于赋予疏水性、低摩擦化的表面加工、用于进一步提高纤维伸缩性(柔韧度)的加热处理时,与脱色、染色的处理顺序没有特别限定。

[0149] (脱色)

[0150] 脱色通过在含有碱剂、氧化剂和水的脱色剂组合物中浸渍来自天然的纤维来进行。脱色剂组合物通常是双剂型,第一剂含有碱剂和水,第二剂含有氧化剂和水。该双剂通常分开保管,在浸渍来自天然的纤维前进行混合。

[0151] 作为优选的碱剂,例如可以列举:氨及其盐;烷醇胺(单乙醇胺、异丙醇胺、2-氨基-2-甲基丙醇、2-氨基丁醇等)和它们的盐;烷二胺(1,3-丙二胺等)及其盐;以及碳酸盐(碳酸胍、碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢钠、碳酸氢钾等);以及它们的混合物,但并不限于这些。

[0152] 脱色剂组合物(双剂型时为第一剂与第二剂的混合物)中的碱剂的含量优选为0.1质量%以上,更优选为0.5质量%以上,进一步优选为1质量%以上,另外,优选为15质量%以下,更优选为10质量%以下,进一步优选为7.5质量%以下。

[0153] 作为优选的氧化剂,例如可以列举:过氧化氢、过氧化脲、过氧化三聚氰胺和溴酸钠,但并不限于这些。这些氧化剂中,优选过氧化氢。

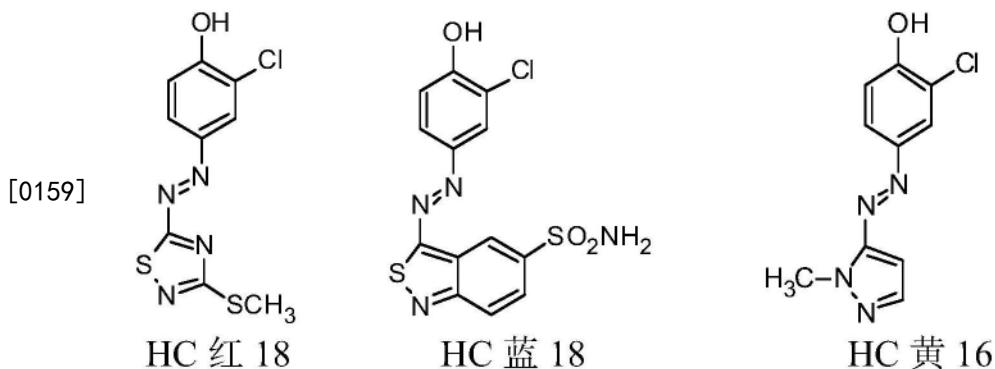
[0154] 脱色剂组合物中的氧化剂的含量优选为1质量%以上,更优选为2质量%以上,另外,优选为15质量%以下,更优选为12质量%以下,进一步优选为9质量%以下。

[0155] 在分开保管第一剂和第二剂的情况下,第二剂的25°C时的pH优选为2以上,更优选为2.5以上,另外,优选为6以下,更优选为4以下。该pH可以利用合适的缓冲剂进行调整。脱色剂组合物的25°C时的pH优选为6以上,更优选为6.5以上,进一步优选为6.8以上,另外,优选为11以下,更优选为10.5以下,进一步优选为10以下。

[0156] (染色)

[0157] 染色通过在染色剂组合物中浸渍来自天然的纤维来进行。染色剂组合物可以含有染料,并任意地含有碱剂或酸、氧化剂等。作为染料,可以列举直接染料、氧化染料和它们的组合。

[0158] 直接染料的种类没有特别限定,可以使用适合于染色的任意的直接染料。作为直接染料的例子,可以列举阴离子染料、硝基染料、分散染料、阳离子染料、以及选自下述的HC红18、HC蓝18和HC黄16中的具有偶氮苯酚结构的染料、以及它们的盐、以及它们的混合物。



[0160] 作为阳离子染料,例如可以列举:碱性蓝6、碱性蓝7、碱性蓝9、碱性蓝26、碱性蓝41、碱性蓝99、碱性棕4、碱性棕16、碱性棕17、天然棕7、碱性绿1、碱性橙31、碱性红2、碱性红12、碱性红22、碱性红51、碱性红76、碱性紫1、碱性紫2、碱性紫3、碱性紫10、碱性紫14、碱性黄57和碱性黄87以及它们的混合物,但并不限于这些。特别优选碱性红51、碱性橙31、碱性黄87和它们的混合物。

[0161] 作为阴离子染料,例如可以列举:酸性黑1、酸性蓝1、酸性蓝3、食品蓝5、酸性蓝7、酸性蓝9、酸性蓝74、酸性橙3、酸性橙4、酸性橙6、酸性橙7、酸性橙10、酸性红1、酸性红14、酸性红18、酸性红27、酸性红33、酸性红50、酸性红52、酸性红73、酸性红87、酸性红88、酸性红92、酸性红155、酸性红180、酸性紫2、酸性紫9、酸性紫43、酸性紫49、酸性黄1、酸性黄10、酸性黄23、酸性黄3、食品黄No.8、D&C棕No.1、D&C绿No.5、D&C绿No.8、D&C橙No.4、D&C橙No.10、D&C橙No.11、D&C红No.21、D&C红No.27、D&C红No.33、D&C紫2、D&C黄No.7、D&C黄No.8、D&C黄No.10、FD&C红2、FD&C红40、FD&C红No.4、FD&C黄No.6、FD&C蓝1、食品黑1、食品黑2、以及它们的碱金属盐(钠盐、钾盐等)和它们的混合物,但并不限于这些。

[0162] 这些之中,优选的阴离子染料为酸性黑1、酸性红52、酸性紫2、酸性紫43、酸性红33、酸性橙4、酸性橙7、酸性红27、酸性黄3和酸性黄10以及它们的盐。更优选的阴离子染料为酸性红52、酸性紫2、酸性红33、酸性橙4和酸性黄10以及它们的盐和混合物。

[0163] 作为硝基染料,例如可以列举:HC蓝No.2、HC蓝No.4、HC蓝No.5、HC蓝No.6、HC蓝No.7、HC蓝No.8、HC蓝No.9、HC蓝No.10、HC蓝No.11、HC蓝No.12、HC蓝No.13、HC棕No.1、HC棕No.2、HC绿No.1、HC橙No.1、HC橙No.2、HC橙No.3、HC橙No.5、HC红BN、HC红No.1、HC红No.3、HC红No.7、HC红No.8、HC红No.9、HC红No.10、HC红No.11、HC红No.12、HC红No.13、HC红No.54、HC红No.14、HC紫BS、HC紫No.1、HC紫No.2、HC黄No.2、HC黄No.4、HC黄No.5、HC黄No.6、HC黄No.7、HC黄No.8、HC黄No.9、HC黄No.10、HC黄No.11、HC黄No.12、HC黄No.13、HC黄No.14、HC黄No.15、2-氨基-6-氯-4-硝基苯酚、苦氨酸、1,2-二氨基-4-硝基苯、1,4-二氨基-2-硝基苯、3-硝基-4-氨基苯酚、1-羟基-2-氨基-3-硝基苯和2-羟基乙基苦氨酸以及它们的混合物,但并不限于这些。

[0164] 作为分散染料,例如可以列举分散蓝1、分散黑9和分散紫1和它们的混合物,但并不限于这些。

[0165] 这些直接染料可以单独使用,或者将2种以上组合使用,也可以并用离子性不同的直接染料。

[0166] 关于染色剂组合物中的直接染料的含量,从获得充分的染色性观点考虑,优选为0.001质量%以上,更优选为0.01质量%以上,进一步优选为0.05质量%以上,另外,从配合

性的观点考虑,优选为10质量%以下,更优选为7.5质量%以下,进一步优选为5.0质量%以下,进一步优选为3.0质量%以下。

[0167] 在染色剂组合物只含有直接染料作为染料的情况下,为了对来自天然的纤维进行染色,不需要氧化剂,在要使来自天然的纤维的颜色变得鲜艳的情况下,组合物中也可以含有氧化剂。

[0168] 在染色剂组合物含有氧化染料的情况下,通常制成双剂型,第一剂含有氧化染料中间体(前体和偶联剂)和碱剂,第二剂含有过氧化氢等氧化剂。该双剂通常分开保管,在浸渍来自天然的纤维前进行混合。

[0169] 作为氧化染料中间体,没有特别限制,可以合适地使用染色制品中常用的公知的任意种前体和偶联剂。

[0170] 作为前体,例如可以列举:对苯二胺、甲苯-2,5-二胺、2-氯-对苯二胺、N-甲氧基乙基-对苯二胺、N-苯基对苯二胺、N,N-双(2-羟基乙基)-对苯二胺、2-(2-羟基乙基)-对苯二胺、2,6-二甲基-对苯二胺、4,4'-二氨基二苯胺、1,3-双(N-(2-羟基乙基)-N-(4-氨基苯基)氨基)-2-丙醇、PEG-3,3,2'-对苯二胺、对氨基苯酚、对甲基氨基苯酚、3-甲基-4-氨基苯酚、2-氨基甲基-4-氨基苯酚、2-(2-羟基乙基氨基甲基)-4-氨基苯酚、邻氨基苯酚、2-氨基-5-甲基苯酚、2-氨基-6-甲基苯酚、2-氨基-5-乙酰胺苯酚、3,4-二氨基苯甲酸、5-氨基水杨酸、2,4,5,6-四氨基嘧啶、2,5,6-三氨基-4-羟基嘧啶、4,5-二氨基-1-(4'-氯苄基)吡唑、4,5-二氨基-1-羟基乙基吡唑以及这些物质的盐和它们的混合物,但并不限于这些。

[0171] 作为偶联剂,例如可以列举间苯二胺、2,4-二氨基苯氧基乙醇、2-氨基-4-(2-羟基乙基氨基)苯甲醚、2,4-二氨基-5-甲基苯乙醚、2,4-二氨基-5-(2-羟基乙氧基)甲苯、2,4-二甲氧基-1,3-二氨基苯、2,6-双(2-羟基乙基氨基)甲苯、2,4-二氨基-5-氟甲苯、1,3-双(2,4-二氨基苯氧基)丙烷、间氨基苯酚、2-甲基-5-氨基苯酚、2-甲基-5-(2-羟基乙基氨基)苯酚、2,4-二氯-3-氨基苯酚、2-氯-3-氨基-6-甲基苯酚、2-甲基-4-氯-5-氨基苯酚、N-环戊基-间氨基苯酚、2-甲基-4-甲氧基-5-(2-羟基乙基氨基)苯酚、2-甲基-4-氟-5-氨基苯酚、对氨基邻甲酚、间苯二酚、2-甲基间苯二酚、4-氯间苯二酚、1-萘酚、1,5-二羟基萘、1,7-二羟基萘、2,7-二羟基萘、2-异丙基-5-甲基苯酚、4-羟基吲哚、5-羟基吲哚、6-羟基吲哚、7-羟基吲哚、6-羟基苯并吗啉、3,4-亚甲基二氧基苯酚、2-溴-4,5-亚甲基二氧基苯酚、3,4-亚甲基二氧基苯胺、1-(2-羟基乙基)氨基-3,4-亚甲基二氧基苯、2,6-二羟基-3,4-二甲基吡啶、2,6-二甲氧基-3,5-二氨基吡啶、2,3-二氨基-6-甲氧基吡啶、2-甲基氨基-3-氨基-6-甲氧基吡啶、2-氨基-3-羟基吡啶、2,6-二氨基吡啶以及这些物质的盐和它们的混合物,但并不限于这些。

[0172] 染色剂组合物中的前体和偶联剂的含量分别优选为0.01质量%以上,更优选为0.1质量%以上,另外,优选为10质量%以下,更优选为7.5质量%以下,进一步优选为5质量%以下。

[0173] 在染色剂组合物含有氧化染料的情况下,还含有碱剂。作为优选的碱剂,例如可以列举:氨及其盐;烷醇胺(单乙醇胺、异丙醇胺、2-氨基-2-甲基丙醇、2-氨基丁醇等)和它们的盐;烷二胺(1,3-丙二胺等)及其盐;以及碳酸盐(碳酸胍、碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢钠、碳酸氢钾等);以及它们的混合物,但并不限于这些。

[0174] 染色剂组合物中的碱剂的含量优选为0.1质量%以上,更优选为0.5质量%以上,

进一步优选为1质量%以上,另外,优选为15质量%以下,更优选为10质量%以下,进一步优选为7.5质量%以下。

[0175] 在染色剂组合物含有氧化染料的情况下,含有氧化剂的组合物(第二剂)与含有氧化染料的组合物(第一剂)分开保管,在浸渍来自天然的纤维前进行混合。作为优选的氧化剂,例如可以列举:过氧化氢、过氧化脲、过氧化三聚氰胺和溴酸钠,但并不限于这些。这些氧化剂中,优选过氧化氢。

[0176] 染色剂组合物中的氧化剂的含量优选为1质量%以上,更优选为2质量%以上,另外,优选为15质量%以下,更优选为12质量%以下,进一步优选为9质量%以下。

[0177] 在将第一剂和第二剂分开进行保管的情况下,第二剂的25℃时的pH优选为2以上,更优选为2.5以上,另外,优选为6以下,更优选为4以下。该pH可以利用合适的缓冲剂进行调整。将第一剂和第二剂混合而成的染色剂组合物的25℃时的pH优选为6以上,更优选为6.5以上,进一步优选为6.8以上,另外,优选为11以下,更优选为10.5以下,进一步优选为10以下。

[0178] 在染色剂组合物含有氧化染料的情况下,还可以含有上述所例示的直接染料。

[0179] 染色剂组合物优选还可以含有以下所示的表面活性剂、调理成分等,优选可以制成溶液、乳液、乳霜、膏和摩丝的形态。

[0180] 从使染色剂组合物高效地浸透并扩散至来自天然的纤维内部,并进一步提高染色效果的观点考虑,染色剂组合物的温度优选为0℃以上,更优选为10℃以上,进一步优选为20℃以上,另外,优选为90℃以下,更优选为80℃以下。

[0181] (用于赋予疏水性、低摩擦化的表面加工)

[0182] 用于赋予疏水性、低摩擦化的表面加工通过在前述的工序(i)～(iii)之后的阶段、进行工序(iv)的利用后交联剂的处理时在工序(iv)之后的阶段,在以下所示的表面加工剂中浸渍来自天然的纤维来进行。

[0183] 表面加工剂含有以下的成分(F)和(C)。

[0184] (F)作为以下的化合物(a)～(d)的反应产物的环氧氨基硅烷共聚物,

[0185] (a)至少具有两个环氧乙烷基(oxiranyl group)或氧杂环丁基(oxetanyl group)的聚硅氧烷,

[0186] (b)至少具有两个环氧乙烷基或氧杂环丁基的聚醚,

[0187] (c)氨基丙基三烷氧基硅烷,

[0188] (d)选自以下的伯胺和仲胺中的化合物,

[0189] • 伯胺:甲胺、乙胺、丙烯胺、乙醇胺、异丙胺、丁胺、异丁胺、己胺、十二烷胺、油胺、苯胺、氨基丙基三甲基硅烷、氨基丙基三乙基硅烷、氨基吗啉、氨基丙基二乙胺、苄胺、萘胺、3-氨基-9-乙基咔唑、1-氨基七氟己烷、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-十五氟-1-辛胺,

[0190] • 仲胺:甲基乙胺、甲基十八烷胺、二乙醇胺、二苄胺、二己胺、二环己胺、哌啶、吡咯烷邻苯二甲酰亚胺、聚合物胺;

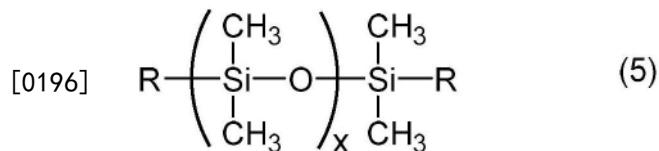
[0191] (C)水。

[0192] (成分(F):环氧氨基硅烷共聚物)

[0193] 成分(F)的环氧氨基硅烷共聚物为以下所示的化合物(a)～(d)的反应产物。

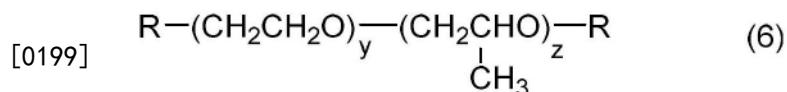
[0194] <化合物(a)、(b)>

[0195] 化合物(a)为含有至少两个环氧乙烷基或氧杂环丁基的聚硅氧烷,例如可以列举以下的通式(5)所表示的化合物。



[0197] (式中,R表示末端具有环氧乙烷基或氧杂环丁基并且也可以含有杂原子的碳原子数1~6的烃基,x表示1~1000的数。)

[0198] 化合物(b)为含有至少两个环氧乙烷基或氧杂环丁基的聚醚,例可以列举以下的通式(6)所示的化合物。



[0200] (式中,R表示与上述相同的意义,y表示1~100,z表示0~100,并且表示y+z为1~200的数。)

[0201] 在通式(5)和(6)中,作为R可以含有的杂原子,优选氧原子。作为R,可以列举环氧乙烷基甲基(缩水甘油基)、环氧乙烷基甲氧基(缩水甘油基氧基)、环氧乙烷基甲氧基丙基(缩水甘油基氧基丙基)、氧杂环丁基甲基、氧杂环丁基甲氧基、氧杂环丁基甲氧基丙基、3-乙基氧杂环丁基甲基等,其中,优选具有环氧乙烷基(oxiranyl group)并且也可以含有杂氧原子的碳原子数为1~4的烃基,进一步优选选自环氧乙烷基甲基(缩水甘油基)、环氧乙烷基甲氧基(缩水甘油基氧基)、环氧乙烷基甲氧基丙基(缩水甘油基氧基丙基)中的至少1种。

[0202] <化合物(c)>

[0203] 化合物(c)为氨基丙基三烷氧基硅烷。作为化合物(c)中的烷氧基,可以列举碳原子数为1~6的烷氧基,优选碳原子数为2~4的烷氧基,进一步优选碳原子数为3的烷氧基,其中,优选异丙氧基。作为化合物(c),可以列举氨基丙基三甲氧基硅烷、氨基丙基三乙氧基硅烷、氨基丙基三丙氧基硅烷、氨基丙基三异丙氧基硅烷、氨基丙基三丁氧基硅烷、氨基丙基三叔丁氧基硅烷,其中,优选氨基丙基三异丙氧基硅烷。化合物(c)可以单独使用任意种,或者将2种以上组合使用。

[0204] <化合物(d)>

[0205] 化合物(d)为选自以下的伯胺和仲胺中的化合物。

[0206] • 伯胺:甲胺、乙胺、丙烯胺、乙醇胺、异丙胺、丁胺、异丁胺、己胺、十二烷胺、油胺、苯胺、氨基丙基三甲基硅烷、氨基丙基三乙基硅烷、氨基吗啉、氨基乙基二甲胺、氨基乙基二乙胺、氨基乙基二丁胺、氨基丙基二甲胺、氨基丙基二乙胺、氨基丙基二丁胺、苄胺、萘胺、3-氨基-9-乙基咔唑、1-氨基七氟己烷、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-十五氟-1-辛胺。

[0207] • 仲胺:甲基乙胺、甲基十八烷胺、二乙醇胺、二苄胺、二己胺、二环己胺、哌啶、吡咯烷邻苯二甲酰亚胺、聚合物胺。

[0208] 这些之中,优选伯胺,进一步优选选自氨基丙基二乙胺、氨基丙基二甲胺、氨基丙基二丁胺中的1种。化合物(d)可以单独使用任意种,或者将2种以上组合使用。

[0209] 化合物(a)~(d)的反应例如通过在异丙醇等溶剂中回流一定时间来进行。其中,

化合物(a)和(b)的环氧乙烷基或氧杂环丁基相对于化合物(c)的氨基的摩尔比优选为1以上,更优选为1.1以上,进一步优选为1.2以上,另外,优选为4以下,更优选为3.9以下,进一步优选为3.8以下。

[0210] 作为成分(F),可以列举聚硅氧烷-29的具有INCI名称的物质,作为其市售品的例子,可以列举Momentive Performance Materials公司的Silsoft CLX-E(有效成分15质量%,含有二丙二醇和水)。

[0211] 关于表面加工剂中的成分(F)的含量,从对来自天然的纤维赋予充分的疏水性的观点考虑,优选为0.01质量%以上,更优选为0.05质量%以上,进一步优选为0.10质量%以上,更进一步优选为0.20质量%以上,并且从不赋予发粘的触感的观点考虑,优选为15.00质量%以下,更优选为10.00质量%以下,进一步优选为8.00质量%以下,更进一步优选为6.00质量%以下。

[0212] (pH调整剂)

[0213] 从提高成分(F)的三烷氧基硅烷部在酸性区域或碱性区域中的反应速度的观点考虑,表面加工剂的25℃时的pH优选以下的范围。在使表面加工剂在酸性区域的情况下,优选为1.0以上,更优选为1.5以上,进一步优选为2.0以上,另外,优选为5.0以下,更优选为4.0以下,进一步优选为3.5以下。另外,在使表面加工剂在碱性区域的情况下,优选为7.0以上,更优选为7.5以上,进一步优选为8.0以上,另外,优选为11.0以下,更优选为10.5以下,进一步优选为10.0以下。为了将表面加工剂的pH调整至上述范围,表面加工剂中可以适当含有pH调整剂。作为pH调整剂,作为碱剂,可以使用:单乙醇胺、异丙醇胺、2-氨基-2-甲基丙醇、2-氨基丁醇等烷醇胺或其盐;1,3-丙二胺等烷二胺或其盐;碳酸胍、碳酸钠、碳酸钾、碳酸氢钠、碳酸氢钾等碳酸盐;氢氧化钠、氢氧化钾等氢氧化物等。另外,作为酸剂,可以使用:盐酸、磷酸等无机酸、盐酸单乙醇胺等盐酸盐;磷酸二氢钾、磷酸氢二钠等磷酸盐、乳酸、苹果酸等有机酸等。

[0214] 浸渍来自天然的纤维的表面加工剂的量以相对于来自天然的纤维的质量的浴比(表面加工剂的质量/来自天然的纤维的质量)计优选为2以上,更优选为5以上,进一步优选为10以上,另外,优选为100以下,更优选为50以下,进一步优选为20以下。

[0215] (后加热:用于进一步提高纤维伸缩性(柔韧度)的加热处理)

[0216] 另外,从更有效地提高来自天然的纤维的伸缩性的观点考虑,可以一边对来自天然的纤维施加张力进行延伸一边进行加热。在该加热中,来自天然的纤维为小规模量时,优选使用烫发器,为大规模量时,通过一边利用卷绕机施加张力,一边进行暖风加热等,从而能够获得相同的结果。

[0217] 关于加热时的纤维延伸率,从更有效地提高纤维的伸缩性的观点考虑,优选为0.1%以上,更优选为0.2%以上,进一步优选为0.5%以上,另外,从抑制对纤维的损伤的观点考虑,优选为10%以下,更优选为5%以下,进一步优选为2%以下。

[0218] 关于加热温度,从更有效地提高纤维的伸缩性的观点考虑,优选为120℃以上,更优选为140℃以上,进一步优选为160℃以上,另外,从抑制对纤维的损伤的观点考虑,优选为240℃以下,更优选为220℃以下,进一步优选为200℃以下。

[0219] 关于加热时间,从更有效地提高纤维的伸缩性的观点考虑,优选为1秒以上,更优选为3秒以上,进一步优选为5秒以上,另外,从抑制对纤维的损伤的观点考虑,优选为60秒

以下,更优选为30秒以下,进一步优选为20秒以下。

[0220] 加热后,从更有效地提高纤维的伸缩性的观点考虑,可以一边对来自天然的纤维施加张力进行延伸,一边在水中静置。

[0221] 关于此时的延伸率,从更有效地提高纤维的伸缩性的观点考虑,优选为0.1%以上,更优选为0.2%以上,进一步优选为0.5%以上,另外,从抑制对纤维的损伤的观点考虑,优选为10%以下,更优选为5%以下,进一步优选为2%以下。

[0222] 关于水温,从更有效地提高纤维的伸缩性的观点考虑,优选为5℃以上,更优选为20℃以上,进一步优选为30℃以上,并且从抑制对纤维的损伤的观点考虑,优选为80℃以下,更优选为60℃以下,进一步优选为50℃以下。

[0223] 关于水中的静置时间,从更有效地提高纤维的伸缩性的观点考虑,优选为1分钟以上,更优选为5分钟以上,进一步优选为30分钟以上,并且从抑制对纤维的损伤的观点考虑,优选为48小时以下,更优选为24小时以下,进一步优选为3小时以下。

[0224] 通过该操作,根据工序(i)～(iii)的聚合条件,在纤维干燥时能够达到相当于人发的伸缩性。

[0225] 通过利用以上的纤维处理方法对来自天然的纤维进行处理,在纤维内含有由成分(A)和(B)生成的缩合物,从而能够制造形状持续性、拉伸强韧性模量优异、高度地改善了来自天然的纤维的伸缩性(柔韧度)的头饰制品用纤维,并且能够使用该纤维制造假发。

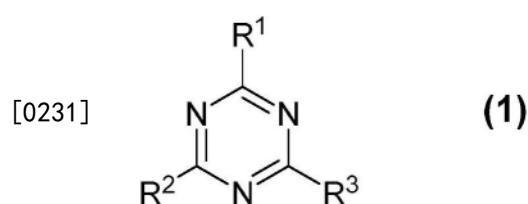
[0226] 另外,在本发明中,作为头饰制品,例如可以列举:假头发(hair wig)、假发、织发(weaving)、接发片(hair extension)、发辫(braid hair)、发饰(hair accessory)、玩偶头发(doll hair)等。

[0227] 关于以上所述的实施方式,以下进一步记载本发明的优选方式。

[0228] <1>一种纤维处理剂,其中,含有:由以下的成分(A)和(B)生成的缩合物;以及成分(C),来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的含量的合计超过1质量%,浊度为1000NTU以下。

[0229] (A):甲醛或其水合物;

[0230] (B):通式(1)所示的三嗪衍生物;



[0232] (式中,R¹～R³可以相同也可以不同,表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷氧基或烯氧基。)

[0233] (C):水。

[0234] <2>如<1>所述的纤维处理剂,其中,纤维处理剂中的来自成分(A)的构成要素的含量优选为0.1质量%以上,更优选为1质量%以上,进一步优选为1.5质量%以上,更进一步优选为3质量%以上,更加进一步优选为5质量%以上,另外,优选为60质量%以下,更优选为50质量%以下,进一步优选为40质量%以下,更进一步优选为35质量%以下,更加进

一步优选为30质量%以下。

[0235] <3>如<1>或<2>所述的纤维处理剂,其中,成分(B)优选为选自三聚氰胺、单羟甲基三聚氰胺、二羟甲基三聚氰胺、三羟甲基三聚氰胺、苯并胍胺、甲基胍胺、2,4-二氨基-1,3,5-三嗪、三聚氰酸二酰胺和2-氯-4,6-二氨基-1,3,5-三嗪中的至少1种,更优选为选自三聚氰胺、单羟甲基三聚氰胺、二羟甲基三聚氰胺和三羟甲基三聚氰胺中的至少1种,进一步优选为三聚氰胺。

[0236] <4>如<1>~<3>中任一项所述的纤维处理剂,其中,纤维处理剂中的来自成分(B)的构成要素的含量优选为0.1质量%以上,更优选为1质量%以上,进一步优选为2.5质量%以上,更进一步优选为5质量%以上,另外,优选为60质量%以下,更优选为50质量%以下,进一步优选为40质量%以下,更进一步优选为35质量%以下,更加进一步优选为30质量%以下。

[0237] <5>如<1>~<4>中任一项所述的纤维处理剂,其中,纤维处理剂中的来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的含量的合计优选为2.5质量%以上,更优选为5质量%以上,进一步优选为10质量%以上,另外,优选为80质量%以下,更优选为70质量%以下,进一步优选为60质量%以下,更进一步优选为50质量%以下,更加进一步优选为40质量%以下。

[0238] <6>如<1>~<5>中任一项所述的纤维处理剂,其中,来自成分(A)的构成要素相对于来自成分(B)的构成要素的摩尔比(A)/(B)优选为0.005以上,更优选为0.01以上,进一步优选为0.05以上,更进一步优选为0.1以上,另外,优选小于5,更优选为4以下,进一步优选为3以下,更进一步优选为2以下。

[0239] <7>如<1>~<6>中任一项所述的纤维处理剂,其中,由成分(A)和(B)生成的缩合物的含量优选超过1质量%,更优选为1.5质量%以上,进一步优选为2.5质量%以上,更进一步优选为5质量%以上,更加进一步优选为10质量%以上,另外,优选为80质量%以下,更优选为70质量%以下,进一步优选为60质量%以下,更进一步优选为50质量%以下,更加进一步优选为40质量%以下。

[0240] <8>如<1>~<7>中任一项所述的纤维处理剂,其以(C)水为介质,成分(C)的含量优选为10质量%以上,更优选为20质量%以上,进一步优选为30质量%以上,更进一步优选为40质量%以上,另外,优选为99质量%以下,更优选为97质量%以下,进一步优选为95质量%以下,更进一步优选为90质量%以下。

[0241] <9>如<1>~<8>中任一项所述的纤维处理剂,其优选还含有以下的成分(D)。

[0242] (D):汉森溶解度参数的SP值为 $16\text{MPa}^{1/2}$ 以上 $40\text{MPa}^{1/2}$ 以下的有机化合物(其中,不包括有机盐和具有醛基的分子量为150以下的化合物)。

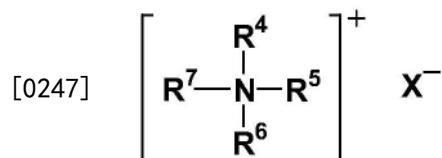
[0243] <10>如<9>所述的纤维处理剂,其中,成分(D)优选为选自一元醇、二元醇、二元醇衍生物、三元以上的多元醇、内酰胺、咪唑啉酮、嘧啶酮、内酯、碳酸亚烷基酯和通用有机溶剂中的至少1种,更优选为选自二元醇、内酰胺和咪唑啉酮中的至少1种,进一步优选为选自二乙二醇、三乙二醇、N-甲基吡咯烷酮、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮和DMDM乙内酰脲中的至少1种。

[0244] <11>如<9>或<10>所述的纤维处理剂,其中,成分(D)的汉森溶解度参数的

SP值优选为 $35.8\text{ MPa}^{1/2}$ 以下,更优选为 $34.7\text{ MPa}^{1/2}$ 以下,进一步优选为 $29.2\text{ MPa}^{1/2}$ 以下,另外,优选为 $17.8\text{ MPa}^{1/2}$ 以上,更优选为 $21.1\text{ MPa}^{1/2}$ 以上,进一步优选为 $22.0\text{ MPa}^{1/2}$ 以上。

[0245] <12>如<1>~<11>中任一项所述的纤维处理剂,其优选还含有阳离子性表面活性剂。

[0246] <13>如<12>所述的纤维处理剂,其中,阳离子性表面活性剂优选为具有1个碳原子数为8~24的烷基和3个碳原子数为1~4的烷基的单长链烷基季铵盐,更优选为选自下述通式所表示的化合物中的至少1种,进一步优选为选自鲸蜡基三甲基氯化铵、肉豆蔻基三甲基氯化铵、山嵛基三甲基氯化铵、鲸蜡基三甲基溴化铵和硬脂酰胺丙基三甲基氯化铵中的至少1种。



[0248] (式中, R^4 表示碳原子数为8~22的饱和或不饱和的直链或支链的烷基、 $\text{R}^8\text{-CO-NH-(CH}_2\text{)}_m\text{-}$ 或 $\text{R}^8\text{-CO-O-(CH}_2\text{)}_m\text{-}$ (R^8 表示碳原子数为7~21的饱和或不饱和的直链或支链的烷基链,m表示1~4的整数), R^5 、 R^6 和 R^7 独立地表示碳原子数为1~4的烷基、碳原子数为1~4的羟基烷基,X⁻表示氯离子、溴离子、甲基硫酸根离子或乙基硫酸根离子。)

[0249] <14>如<12>或<13>所述的纤维处理剂,其中,阳离子性表面活性剂的含量优选为0.05质量%以上,更优选为0.10质量%以上,另外,优选为10质量%以下,更优选为5质量%以下。

[0250] <15>如<1>~<14>中任一项所述的纤维处理剂,其还含有硅酮、更优选含有选自二甲基聚硅氧烷和氨基改性硅酮中的1种以上。

[0251] <16>如<15>所述的纤维处理剂,其中,硅酮的含量优选为0.1质量%以上,更优选为0.2质量%以上,进一步优选为0.5质量%以上,另外,优选为20质量%以下,更优选为10质量%以下,进一步优选为5质量%以下。

[0252] <17>如<1>~<16>中任一项所述的纤维处理剂,其优选还含有阳离子性聚合物。

[0253] <18>如<17>所述的纤维处理剂,其中,阳离子性聚合物的含量优选为0.001质量%以上,更优选为0.01质量%以上,进一步优选为0.05质量%以上,另外,优选为20质量%以下,更优选为10质量%以下。

[0254] <19>如<1>~<18>中任一项所述的纤维处理剂,其中,浊度优选为500NTU以下,更优选为100NTU以下,进一步优选为20NTU以下。

[0255] <20>如<1>~<19>中任一项所述的纤维处理剂,其中,pH优选为3.0以上,更优选为3.5以上,进一步优选为4.0以上,更进一步优选为4.5以上,另外,优选为12.0以下,更优选为11.0以下,进一步优选为10.0以下,更进一步优选为9.0以下。

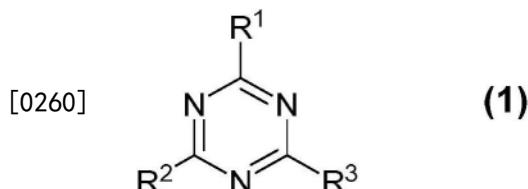
[0256] <21>如<1>~<20>中任一项所述的纤维处理剂,其优选为来自天然的纤维用的处理剂,更优选为从天然的动植物获取的纤维用的处理剂,或者以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑或蚕丝蛋白为原料而人工制造的纤维用的处理剂,进一步优选为人发纤维以外的从天然的动植物获取的纤维用的处理剂,或者以角蛋白、胶原蛋白、

酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑或蚕丝蛋白为原料而人工制造的纤维用的处理剂,更进一步优选为选自以胶原蛋白为原料的再生胶原纤维和以蚕丝蛋白为原料的再生蚕丝纤维中的再生蛋白质纤维用的处理剂,更进一步优选为再生胶原纤维用的处理剂。

[0257] <22>一种纤维处理剂的制造方法,其中,将含有以下的成分(A)~(C)并且来自成分(A)的构成要素与来自成分(B)的构成要素的合计超过1质量%的组合物加热至浊度成为1000NTU以下。

[0258] (A):甲醛或其水合物;

[0259] (B):与通式(1)所示的三嗪衍生物的缩合物;



[0261] (式中,R¹~R³可以相同也可以不同,表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷氧基或烯氧基。)

[0262] (C):水

[0263] <23>如<22>所述的纤维处理剂的制造方法,其中,加热温度优选为85℃以上,更优选为88℃以上,进一步优选为90℃以上,另外,优选为120℃以下,更优选为115℃以下,进一步优选为110℃以下。

[0264] <24>如<22>或<23>所述的纤维处理剂的制造方法,其中,加热时间优选为1分钟以上,更优选为5分钟以上,另外,优选为20分钟以下,更优选为15分钟以下。

[0265] <25>如<22>~<24>中任一项所述的纤维处理剂的制造方法,其中,加热时的pH优选为7.0以上,更优选为8.0以上,进一步优选为9.0以上,另外,优选为13.0以下,更优选为12.0以下,进一步优选为11.0以下。

[0266] <26>如<22>~<25>中任一项所述的纤维处理剂的制造方法,其中,纤维处理剂优选为来自天然的纤维用的处理剂,更优选为从天然的动植物获取的纤维用的处理剂,或者以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑或蚕丝蛋白为原料而人工制造的纤维用的处理剂,进一步优选为人发纤维以外的从天然的动植物获取的纤维用的处理剂,或者以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑或蚕丝蛋白为原料而人工制造的纤维用的处理剂,更进一步优选为选自以胶原蛋白为原料的再生胶原纤维和以蚕丝蛋白为原料的再生蚕丝纤维中的再生蛋白质纤维用的处理剂,更进一步优选为再生胶原纤维用的处理剂。

[0267] <27>一种纤维处理方法,其包括下述工序(i)。

[0268] (i)在<1>~<21>中任一项所述的纤维处理剂中浸渍纤维,维持上述处理剂的浊度为1000NTU以下的状态进行处理的工序。

[0269] <28>如<27>所述的纤维处理方法,其中,优选在工序(i)之前进行下述工序(0)。

[0270] (0)对纤维处理剂进行加热的工序。

[0271] <29>如<28>所述的纤维处理方法,其中,在制备之后立即对浊度1000NTU以下

的处理剂进行加热,将直至处理剂超过浊度1000NTU的加热时间定义为T时,工序(i)中的加热时间优选为0.2T以上,更优选为0.3T以上,进一步优选为0.4T以上,另外,优选为0.8T以下,更优选为0.7T以下,进一步优选为0.6T以下。

[0272] <30>如<27>~<29>中任一项所述的纤维处理方法,其中,工序(i)中浸渍纤维的纤维处理剂的量以相对于纤维的质量的浴比(纤维处理剂的质量/纤维的质量)计优选为2以上,更优选为3以上,进一步优选为5以上,更进一步优选为10以上,更进一步优选为20以上,另外,优选为500以下,更优选为250以下,进一步优选为100以下。

[0273] <31>如<27>~<30>中任一项所述的纤维处理方法,其中,工序(i)中的纤维处理剂的温度优选为20℃以上,更优选为35℃以上,进一步优选为45℃以上,并且优选小于100℃,更优选为80℃以下,进一步优选为70℃以下,更进一步优选为60℃以下。

[0274] <32>如<27>~<31>中任一项所述的纤维处理方法,其中,在制备之后立即对浊度1000NTU以下的处理剂进行加热,将直至处理剂的浊度超过1000NTU的加热时间定义为T时,工序(i)中的浸渍时间优选为0.3T以上,更优选为0.4T以上,进一步优选为0.5T以上,另外,优选为0.95T以下,更优选为0.90T以下,进一步优选为0.85T以下。

[0275] <33>如<27>~<32>中任一项所述的纤维处理方法,其中,优选在工序(i)之后进行下述工序(ii),并将工序(i)和工序(ii)重复2次以上。

[0276] (ii)在处理剂的浊度超过1000NTU之前将纤维从处理剂中取出的工序。

[0277] <34>如<33>所述的纤维处理方法,其中,优选在工序(ii)之后进行下述工序(iii)。

[0278] (iii)对所取出的纤维进行冲洗的工序。

[0279] <35>如<34>所述的纤维处理方法,其中,优选工序(iii)的冲洗使用含有成分(D)的冲洗用组合物进行。

[0280] (D):汉森溶解度参数的SP值为 $16\text{MPa}^{1/2}$ 以上 $40\text{MPa}^{1/2}$ 以下的有机化合物(其中,不包括有机盐和具有醛基的分子量为150以下的化合物)

[0281] <36>如<35>所述的纤维处理方法,其中,冲洗用组合物除了成分(D)以外还含有水,冲洗用组合物中的成分(D)的含量优选为60质量%以上,更优选为80质量%以上,更进一步优选为95质量%以上。

[0282] <37>如<27>~<36>中任一项所述的纤维处理方法,其中,优选在工序(i)~(iii)之后进一步进行下述工序(iv)。

[0283] (iv)在含有成分(E)和(C)的后交联剂中浸渍纤维的工序。

[0284] (E):选自甲醛、甲醒的水合物、乙醛酸、乙醛酸的水合物、乙醛酸盐、乙二醛、乙二醛的水合物、戊二醛和戊二醛的水合物中的至少1种甲醛衍生物;

[0285] (C):水。

[0286] <38>如<37>所述的纤维处理方法,其中,后交联剂中的成分(E)的含量优选为0.01质量%以上,更优选为0.1质量%以上,进一步优选为1质量%以上,另外,优选为60质量%以下,更优选为40质量%,进一步优选为20质量%以下。

[0287] <39>如<37>或<38>所述的纤维处理方法,其中,后交联剂的温度优选为20℃以上,更优选为35℃以上,进一步优选为45℃以上,另外,优选小于100℃,更优选为80℃以下,进一步优选为70℃以下,更进一步优选为60℃以下。

[0288] <40>如<27>~<39>中任一项所述的纤维处理方法,其中,优选在工序(i)~(iii)或工序(iv)之后,进一步进行在含有以下的成分(F)和(C)的表面加工剂中浸渍纤维的工序。

[0289] (F)作为以下的化合物(a)~(d)的反应产物的环氧氨基硅烷共聚物,

[0290] (a)具有至少两个环氧乙烷基或氧杂环丁基的聚硅氧烷,

[0291] (b)具有至少两个环氧乙烷基或氧杂环丁基的聚醚,

[0292] (c)氨基丙基三烷氧基硅烷,

[0293] (d)选自以下的伯胺和仲胺中的化合物,

[0294] • 伯胺:甲胺、乙胺、丙烯胺、乙醇胺、异丙胺、丁胺、异丁胺、己胺、十二烷胺、油胺、苯胺、氨基丙基三甲基硅烷、氨基丙基三乙基硅烷、氨基吗啉、氨基丙基二乙胺、苄胺、萘胺、3-氨基-9-乙基咔唑、1-氨基七氟己烷、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-十五氟-1-辛胺,

[0295] • 仲胺:甲基乙胺、甲基十八烷胺、二乙醇胺、二苄胺、二己胺、二环己胺、哌啶、吡咯烷邻苯二甲酰亚胺、聚合物胺;

[0296] (C)水。

[0297] <41>如<40>所述的纤维处理方法,其中,优选成分(F)为聚硅氧烷-29。

[0298] <42>如<40>或<41>所述的纤维处理方法,其中,表面加工剂中的成分(F)的含量优选为0.01质量%以上,更优选为0.05质量%以上,进一步优选为0.10质量%以上,更进一步优选为0.20质量%以上,另外,优选为15.00质量%以下,更优选为10.00质量%以下,进一步优选为8.00质量%以下,更进一步优选为6.00质量%以下。

[0299] <43>如<27>~<42>中任一项所述的纤维处理方法,其中,处理对象的纤维优选为来自天然的纤维,更优选为从天然的动植物获取的纤维、或以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑或蚕丝蛋白为原料而人工制造的纤维,进一步优选为人发纤维以外的从天然的动植物获取的纤维、或以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑或蚕丝蛋白为原料而人工制造的纤维,更进一步优选为选自以胶原蛋白为原料的再生胶原纤维和以蚕丝蛋白为原料的再生蚕丝纤维中的再生蛋白质纤维,更进一步优选为再生胶原纤维。

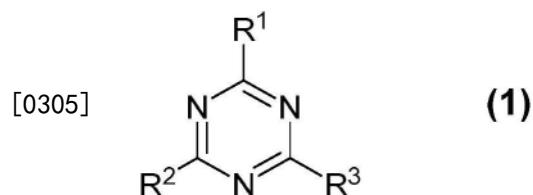
[0300] <44>一种头饰制品用纤维的制造方法,其包括利用<27>~<43>中任一项所述的纤维处理方法对纤维进行处理的工序。

[0301] <45>一种头饰制品的制造方法,其包括利用<27>~<43>中任一项所述的纤维处理方法对纤维进行处理的工序。

[0302] <46>一种头饰制品用纤维,其含有由成分(A)和(B)生成的缩合物。

[0303] (A):甲醛或其水合物;

[0304] (B):通式(1)所表示的三嗪衍生物。



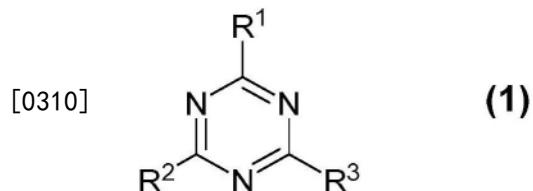
[0306] (式中,R¹~R³可以相同也可以不同,表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的

直链或支链的烷氧基或烯氧基。)

[0307] <47>一种头饰制品,其以含有由成分(A)和(B)生成的缩合物的纤维为构成要素。

[0308] (A):甲醛或其水合物;

[0309] (B):通式(1)所表示的三嗪衍生物。



[0311] (式中,R¹~R³可以相同也可以不同,表示氢原子、羟基甲基氨基、氨基、羟基、卤原子、苯基、碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷基或烯基、或碳原子数为1以上6以下的直链或支链的烷氧基或烯氧基。)

[0312] <48>一种纤维处理剂,其含有以下的成分(A)~(C)。

[0313] (A)甲醛:1.5~30质量%;

[0314] (B)选自三聚氰胺、单羟甲基三聚氰胺、二羟甲基三聚氰胺和三羟甲基三聚氰胺中的1种以上:5~30质量%;

[0315] (C)水。

[0316] <49>如<45>所述的纤维处理剂,其还含有以下的成分(D)。

[0317] (D)选自二乙二醇、三乙二醇、N-甲基吡咯烷酮、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮和DMDM乙内酰脲中的1种以上:15~45质量%。

[0318] <50>如<48>或<49>所述的纤维处理剂,其优选为来自天然的纤维用的处理剂,更优选为从天然的动植物获取的纤维用的处理剂,或者以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑或蚕丝蛋白为原料而人工制造的纤维用的处理剂,进一步优选为人发纤维以外的从天然的动植物获取的纤维用的处理剂,或者以角蛋白、胶原蛋白、酪蛋白、大豆、花生、玉米、蚕丝屑或蚕丝蛋白为原料而人工制造的纤维用的处理剂,更进一步优选为选自以胶原蛋白为原料的再生胶原纤维和以蚕丝蛋白为原料的再生蚕丝纤维中的再生蛋白质纤维用的处理剂,更进一步优选为再生胶原纤维用的处理剂。

[0319] <51>一种纤维处理剂套组,其包含:<48>~<50>中任一项所述的纤维处理剂;和含有成分(E)和(C)且pH为1.0~4.5的后交联剂。

[0320] (E)乙醛酸或甲醛:1~20质量%;

[0321] (C)水:余量。

[0322] <52>如<51>所述的纤维处理剂套组,其优选还包含含有成分(F)和(C)的表面加工剂。

[0323] (F)聚硅氧烷-29:0.1~15质量%;

[0324] (C)水:余量。

[0325] <53>一种纤维处理剂套组,其包含<48>~<50>中任一项所述的纤维处理剂以及含有成分(F)和(C)的表面加工剂。

[0326] (F)聚硅氧烷-29:0.1~15质量%;

[0327] (C)水:余量。

[0328] 实施例

[0329] 实施例1~12、比较例1~6

[0330] 使用表1所示的配方的组合物,按照下述方法对再生胶原纤维进行处理,并进行各种评价。其中,各组合物的pH通过对所制备的组合物在室温(25℃)下直接利用pH计(HORIBA公司制造,F-52)来测定。另外,在室温(25℃)下将纤维处理剂直接放入数字浊度计(AS ONE公司制造/型号:TB700/测定方法:基于ISO7027比浊法(90°)/光源:红外发光二极管(850nm)/检测器:结晶硅太阳能电池模块)的测定池(Φ25×60mm硼硅酸玻璃)中,测定了组合物的浊度。

[0331] <处理方法;实施例1~12、比较例1~3(处理次数为2次以上时,将下述循环重复规定次数而实施)>

[0332] 1.将再生胶原纤维(※)0.5g的长度为22cm的毛束浸渍在加入了40g纤维处理剂的容器中,将容器口密闭,连容器一起浸渍在50℃的水浴(制造商:株式会社东洋制作所/型号:TBS221FA)中加热规定的时间。加热时间统一为相当于约0.8T(T如上所述)的时间。

[0333] ※:以市售接发片制品的形态购入Kaneka公司制造的再生胶原纤维,从中切取纤维,细分成毛束用于评价。在本次评价中,在接发片制品中,作为纤维种类,使用具有Ultima100%使用标记并且色号为3的棕色、形状顺直的制品。

[0334] 2.将放入了毛束的容器从水浴中取出,降回室温。

[0335] 3.将毛束从容器中取出,在50g三乙二醇中浸渍30秒后,用自来水的30℃流水冲洗30秒,利用评价用洗发剂进行60秒起泡,用自来水的30℃流水冲洗30秒,用毛巾轻轻擦去水气后,利用暖风吹风机(TESCOM公司制造,Nobby White NB3000)梳理毛束并吹干。在该时间点,毛束仍然为直毛。

[0336] <处理方法;比较例4、5>

[0337] 1.在再生胶原纤维(※)0.5g的长度为22cm的毛束上涂布规定溶比的纤维处理剂(比较例4为1.5g,比较例5为1.0g),使其渗透后,放入密闭容器内,连容器一起放入设定成65℃的烘箱(带不锈钢窗的强制对流干燥器;AS ONE公司制造,SOFW-450)中加热规定的时间。

[0338] ※:以市售接发片制品的形态购入Kaneka公司制造的再生胶原纤维,从中切取纤维,细分成毛束用于评价。在本次评价中,在接发片制品中,作为纤维种类,使用具有Ultima100%使用标记并且色号为3的棕色、形状顺直的制品。

[0339] 2.将放入了毛束的容器从烘箱中取出,降回室温。

[0340] 3.将毛束从容器中取出后,比较例4、5的毛束都被浑浊不透明的白色析出物覆盖。紧接着,对毛束用自来水的30℃流水冲洗30秒,利用评价用洗发剂进行60秒起泡,用自来水的30℃流水冲洗30秒,用毛巾轻轻擦去水气后,利用暖风吹风机(TESCOM公司制造,Nobby White NB3000)梳理毛束并吹干。在该时间点,毛束仍然为直毛。

[0341] <纤维拉伸时的平均断裂伸长度的增加>

[0342] 作为纤维拉伸时的伸缩性(柔韧度)的指标,关于平均断裂伸长度,即,纤维因拉伸而延伸时,相对于原本的纤维长度延伸了百分之几后发生断裂,使用了利用多根(10根)纤维进行评价时的平均值。使用利用上述<处理方法>刚处理后的毛束,按照以下的步骤进行评价。

[0343] 1. 从毛束的根部切取10根纤维。从各纤维的根部与毛尖的中间附近选取3cm的纤维片,合计得到10个3cm的毛发片。

[0344] 2. 将纤维片置于DIA-STRON limited公司制造的“MTT690纤维自动拉伸试验机”中,开始自动测定,求出纤维在润湿的状态下的平均断裂伸长度。数值越高,表示伸缩性越高,柔韧度越优异,耐久性也越优异。

[0345] 按照下式,将从市售品切取的原本状态(未处理)下的纤维拉伸时的平均断裂伸长度(A%)作为基准,将处理后的毛束的平均断裂伸长度(B%)由未处理的状态增加何种程度(C%)作为“纤维拉伸时的平均断裂伸长度的增加率[%]”并记载在表中。

$$[0346] C(\%) = B(\%) - A(\%)$$

[0347] <纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加>

[0348] 纤维拉伸时的平均断裂负荷的评价使用了利用上述<处理方法>刚刚处理好的毛束来进行。另外,作为数值,使用了利用多根(10根)纤维进行评价时的平均值。评价按照以下的步骤进行。

[0349] 1. 从毛束的根部切取10根纤维。从各纤维的根部与毛尖的中间附近选取3cm的纤维片,合计得到10个3cm的毛发片。

[0350] 2. 将纤维片置于DIA-STRON limited公司制造的“MTT690纤维自动拉伸试验机”中,开始自动测定,求出纤维在润湿的状态下进行延伸时的断裂负荷。数值越高,表示越具有强韧性,外力所导致的延伸越强,耐久性也越优异。

[0351] 按照下式,将从市售品切取的原本状态(未处理)下的纤维拉伸时的平均断裂负荷(W_0 (gf))作为基准,将处理后的毛束的平均断裂负荷(W_1 (gf))从未处理的状态增加何种程度(Y(gf))作为“纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加量[gf]”并记载在表中。

$$[0352] Y(gf) = W_1(gf) - W_0(gf)$$

[0353] <高温烫发定型时的收缩抑制>

[0354] 高温烫发定型时的收缩抑制使用利用上述<处理方法>刚处理好的毛束进行。另外,作为数值,使用了利用多根(10根)纤维进行评价时的平均值。评价按照以下的步骤进行。

[0355] 1. 从毛束的根部切取10根纤维,记录各纤维的长度的平均值(设为长度 L_1)后,与2根未处理的再生胶原纤维0.5g的毛束捆绑在一起,对整体将设定为180℃的直发器(flat iron)(三木电器产业株式会社制造/型号:AHI-938)以5cm/sec的速度施用10次。

[0356] 2. 在烫发操作之后,取出10根纤维,重新记录各纤维的长度的平均值(设为长度 L_2)。

[0357] 3. 定义高温烫发定型时的收缩率 $S = \{1 - (L_2/L_1)\} \times 100\%[\%]$ 。S越接近0%,表示越难以因热而发生收缩,耐热性越优异。

[0358] <热形状记忆能力>

[0359] 热形状记忆能力的评价使用利用上述<处理方法>刚处理好的毛束进行。其中,在“I:形状赋予(卷发)”的结果的值为5%以下时,设为没有效果,不进行以后的处理、评价。

[0360] • I:形状赋予(卷发)

[0361] 1. 对再生胶原纤维0.5g的长度约22cm的毛束用30℃的自来水进行30秒润湿后,将润湿了的毛束缠绕在直径14mm的塑料制棒上,用夹子固定。

[0362] 2. 将缠绕在棒上的毛束整个浸渍在60℃的水浴(制造商:株式会社东洋制作所/型号:TBS221FA)中加热1分钟。

[0363] 3. 将毛束从水浴中取出,在25℃的水中浸渍1分钟,降回室温。

[0364] 4. 将毛束从棒上取下来,梳理3次后,挂起并从正侧面拍摄照片。

[0365] (评价基准)

[0366] 将未处理的毛束长度设为 L_0 (22cm),将处理后的毛束长度设为L,将按照下式求得的卷曲率=毛束长度减少率(I)(%)定义为卷发的卷曲强度。

$$[0367] I = [(L_0 - L) / L_0] \times 100$$

[0368] • II: 形状再赋予(拉直)

[0369] 1. 对于在I中进行评价后的毛束,用梳子梳理成绺后,利用实测温度为140℃的直发器(三木电器产业株式会社制造/型号:AHI-938)以5cm/sec的速度滑动6次。

[0370] 2. 用自来水的30℃流水冲洗30秒,利用评价用洗发剂进行60秒起泡后,用自来水的30℃流水冲洗30秒,毛巾擦干。

[0371] 3. 一边以出现毛发的自然形状的方式施以振动,一边晾干(不使用吹风机),用梳子梳理后,挂起并从正侧面进行目测观察。

[0372] (评价基准)

[0373] 将未处理的毛束长度设为 L_0 (22cm),将处理后的毛束长度设为L,将按照下式求得的拉直率(ST)(%)定义为拉直的实现程度。ST=100%时,毛束被完全拉直。

$$[0374] ST = [1 - (L_0 - L) / L_0] \times 100$$

[0375] <III: 形状再次再赋予(卷发)>

[0376] 1. 对在II中进行评价后的毛束用30℃的自来水进行30秒润湿后,将润湿后的毛束缠绕在直径为14mm的塑料制棒上,用夹子固定。

[0377] 2. 将缠绕在棒上的毛束整个浸渍在60℃的水浴(制造商:株式会社东洋制作所/型号:TBS221FA)中加热1分钟。

[0378] 3. 将毛束从水浴中取出,在25℃的水浸渍1分钟,降回室温。

[0379] 4. 将毛束从棒上取下来,梳理3次后,挂起并从正侧面拍摄照片。

[0380] (评价基准)

[0381] 将未处理的毛束长度设为 L_0 (22cm),将处理后的毛束长度设为L,将按照下式求得的卷曲率=毛束长度减少率(I)(%)定义为卷发的卷曲强度。

$$[0382] I = [(L_0 - L) / L_0] \times 100$$

[0383] <评价用洗发剂的配方>

	成分	(质量%)
	月桂醇聚醚硫酸酯钠	15.5
[0384]	月桂酰胺 DEA	1.5
	苯甲酸钠	0.5
	EDTA-2Na	0.3

	磷酸	调整为 pH7 的量
[0385]	离子交换水	余量
	合计	100

[0386] <表面触感的优良性>

[0387] 触感的评价使用刚进行了<形状持续性>评价之后的毛束,关于用手触摸时的触感的光滑度,由5名专业小组成员基于下述基准进行评价,将5人的合计值作为评价结果。

[0388] (评价基准)

[0389] 5:与未处理纤维相比是非常光滑的手感。

[0390] 4:与未处理纤维相比是光滑的手感。

[0391] 3:与未处理纤维相比是稍微光滑的手感。

[0392] 2:与未处理纤维的手感没有差别。

[0393] 1:与未处理纤维相比,有粗糙感和发涩感,手感差。

【表1】

		实施例										比较例							
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6
(A)	甲醛	10.0	3.7	1.9	3.7	3.7	3.7	3.3	6.6	8.9	0.21	0.53	10.0	10.0	10.0	10.0	-	-	
	三聚氰胺	14.0	14.0	7.0	14.0	14.0	14.0	14.0	12.4	24.8	12.4	0.80	2.00	14.0	14.0	14.0	-	-	
	二羟甲基三聚氰胺	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.5.0	1.5.0		
	水	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量	余量		
(D)	三乙二醇	-	-	-	30.7	30.7	-	-	-	-	30.7	-	-	-	-	-	-	-	
	N-甲基吡咯烷酮	-	-	-	-	-	30.7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	1,3-二甲基-2-咪唑啉酮	-	-	-	-	-	-	30.7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	DMDM 乙内酰脲	-	-	-	-	-	-	-	-	30.7	30.7	-	-	-	-	-	-	-	
(*1)	盐酸或氢氧化钠	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	*2	-	
	pH 调整剂 酒石酸	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	*2	*2	
合计		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
pH(25℃)		9.0	9.0	9.0	6.0	6.0	6.5	6.5	6.0	6.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	9.0	
摩尔比(A)/(B)		3.0	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	3.0	1.1	1.1	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	
用于制造处理剂(浓度 1000 以下)的加热(90℃10min)		有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	无	无	无	无	
浴比(处理剂相对于纤维的质量比)		80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	
处理方法	50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 75min	50℃ 60min	50℃ 60min	50℃ 60min	50℃ 210min	50℃ 210min	50℃ 210min	50℃ 150min					
	2 次	1 次	1 次	2 次	4 次	1 次	1 次	1 次	5 次	1 次	1 次	1 次	1 次	1 次	1 次	1 次	1 次	1 次	
	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3	
处理剂的状态	耐久性提高	纤维拉伸时的平均断裂伸长度的增加率 [%]	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	(基准)
	高温烫发型时的收缩抑制	纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加量 [g]	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(基准)
效果	I:形状记忆能力	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-7.7	
	II:形状再赋予(卷发)	-	16	8	-	-	16	17	19	21	-	13	18	-	-	-	-	3	
	III:形状再次再赋予(卷发)	-	97	98	-	-	100	98	95	97	-	98	98	-	-	-	-	-	
表面触感的优良性		-	17	8	-	-	17	14	19	22	-	13	18	-	-	-	-	-	
表面触感的优良性		12	15	13	17	18	16	16	17	16	19	14	15	7	6	6	8	10	

*1:表示加热前的组成(质量%)。

*2:pH 调整量。

*3:每次都维持 1000NTU 以下。

*4:即使超过 1000NTU 也放置。

*5:纤维崩坏。

[0394]

[0395] 实施例13(后交联处理)

[0396] 对于实施例5中进行处理后的再生胶原纤维, 使用表2所示的后处理剂进行处理,

并进行了各种评价。

[0397] <处理方法>

[0398] 1. 将再生胶原纤维0.5g的长度22cm的毛束浸渍在加入了40g后交联剂的容器中，将容器口密闭，连容器一起浸渍在规定温度的水浴(制造商：株式会社东洋制作所/型号：TBS221FA)中加热规定的时间。

[0399] 2. 将放入了毛束的容器从水浴中取出，降回室温。

[0400] 3. 将毛束从容器中取出，用自来水的30℃流水冲洗30秒，利用评价用洗发剂进行60秒起泡，用自来水的30℃流水冲洗30秒，用毛巾轻轻擦去水气后，利用暖风吹风机(TESCOM公司制造、Nobby White NB3000)梳理毛束并吹干。在该时间点，毛束仍然为直毛。

[0401] 【表2】

			实施例 13
[0402]	(E)	甲醛	3.7
	(C)	水	余量
	pH 调整剂	氢氧化钠	pH 制备量
	合计		100
	pH(25℃)		5.0
处理方法		后处理的加热条件	50℃12h
效果	耐久性提高	纤维拉伸时的平均断裂伸长度的增加率 [%]	1.6
		纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加量 [gf]	8.7
	热形状记忆能力	I : 形状赋予(卷发)	19
		II : 形状再赋予(拉直)	97
		III : 形状再次再赋予(卷发)	24
	表面触感的优良性		17

[0403] 实施例14(表面加工处理)

[0404] 对于实施例5中进行处理后的再生胶原纤维，使用表3所示的表面加工剂进行处理，并进行了各种评价。

[0405] <处理方法>

[0406] 1. 将毛束浸渍在加入了40g表面加工剂的容器中，室温下静置30分钟。

[0407] 2. 将毛束从容器中取出，利用家用离心脱水机(超高速脱水机Powerful Spin Dry APD-6.0/ALUMIS公司制造)进行了5分钟脱水(旋涂法)。

[0408] 3. 将毛束从脱水机中取出，利用设定成60℃的烘箱(带不锈钢窗的强制对流干燥器；AS ONE公司制造，SOFW-450)加热3小时。

[0409] 4. 将毛束从烘箱中取出，降回室温。

[0410] 5. 对毛束用30℃流水冲洗30秒，用毛巾轻轻擦去水分后，利用暖风吹风机(TESCOM公司制造，Nobby White NB3000)梳理毛束并吹干。

[0411] 【表3】

[0412]

			实施例 14
表面加工剂 (质量%)	(F)	聚硅氧烷-29	5.0
	(C)	水	余量
	合计		100
	pH(25℃)		4.0
处理方法	表面加工处理的方法		旋涂
效果	耐久性提高	纤维拉伸时的平均断裂伸长度的增加率 [%]	4.2
		纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加量 [gf]	4.4
	表面触感的优良性		24

[0413] 实施例15~18

[0414] 对于实施例1和10中进行处理后的再生胶原纤维毛束,利用实测温度160℃的直发器(三木电器产业株式会社制造/型号:AHI-938)以5cm/sec的速度滑动30次后,并进行了各种评价(实施例15、17)。

[0415] 另外,对于上述烫发处理后的毛束,为了施加使得构成毛束的各纤维在平均0.1~0.5%的范围内延伸的程度的张力,分别用发夹夹住毛束的两端进行拉伸,在该状态下一边用胶带将发夹固定在水浴的壁上,一边在40℃的水中静置1小时后,利用吹风机干燥,对于干燥后的毛束,也进行了各种评价(实施例16、18)。

[0416] 【表4】

[0417]

		实施例			
		15	16	17	18
处理对象		实施例 1 中进行处理后的 再生胶原纤维		实施例 10 中进行处理后的 再生胶原纤维	
烫发器处理		160℃滑动 30 次		160℃滑动 30 次	
效果	水浸渍处理	-	40℃1hr	-	40℃1hr
	耐久性提高 纤维拉伸时的平均断裂伸长度的增加率[%]	7.2	7.5	2.3	2.9
	纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加量[gf]	8.3	9.4	15.2	19.0
	高温烫发定型时的收缩抑制	-	-	-	-
	热形状 I:形状赋予(卷发)	-	19	-	25
	记忆 II:形状再赋予(拉直)	-	97	-	97
能力	III:形状再次再赋予(卷发)	-	22	-	29
	表面触感的优良性	13	15	20	21

[0418] 其中,以上的实施例中进行处理后的毛束通过全部利用发卡等固定在头发上,从而能够直接作为接发片使用,即使在人的头上也能够发挥充分的性能。