

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2020-73741

(P2020-73741A)

(43) 公開日 令和2年5月14日(2020.5.14)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
DO6M 13/292 (2006.01)	DO6M 13/292	4L033
DO6M 13/224 (2006.01)	DO6M 13/224	4L047
DO6M 15/53 (2006.01)	DO6M 15/53	
DO4H 1/54 (2012.01)	DO4H 1/54	

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 29 頁)

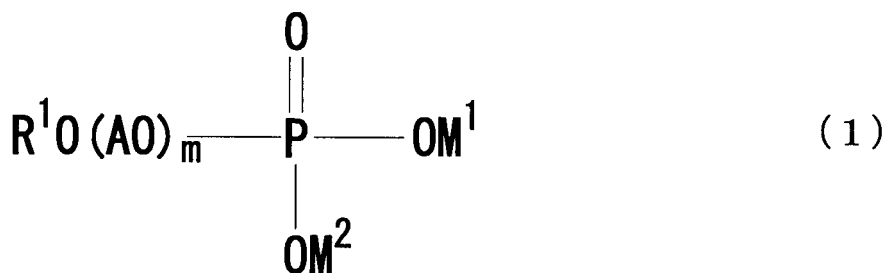
(21) 出願番号	特願2019-232187 (P2019-232187)	(71) 出願人	000188951
(22) 出願日	令和1年12月24日 (2019.12.24)		松本油脂製菓株式会社
(62) 分割の表示	特願2016-83514 (P2016-83514) の分割	(72) 発明者	小南 裕志
原出願日	平成27年10月26日 (2015.10.26)		大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号 松本
(31) 優先権主張番号	特願2014-222160 (P2014-222160)		油脂製菓株式会社内
(32) 優先日	平成26年10月31日 (2014.10.31)	(72) 発明者	北口 英利
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国 (JP)		大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号 松本
(31) 優先権主張番号	特願2014-241068 (P2014-241068)	Fターム(参考)	4L033 AA05 AB01 AC15 BA21 BA39
(32) 優先日	平成26年11月28日 (2014.11.28)		CA48
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国 (JP)		4L047 AA14 AA27 AB02 BA09 CB10
			CC03 CC04 CC05 DA00

(54) 【発明の名称】 繊維処理剤、それが付着した透水性繊維および不織布の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】優れたカード通過性、瞬時透水性及び液戻り防止性を付与できるとともに、不織布製造時に巻付き発生を防止する繊維処理剤、および、不織布の製造方法の提供。

【解決手段】一般式(1)で示される化合物(A)、化合物(B)及び化合物(C)を必須に含有し、一例として、(A)がモノヘキシルホスフェートモノカリウム塩、(B)がジヘキシルホスフェートカリウム塩、(C)がポリヘキシルホスフェートカリウム塩であり、処理剤の不揮発分に占める化合物(C)の重量割合が1~35重量%であり、化合物(A)及び化合物(B)の合計と、化合物(C)との重量比(C/(A+B))が0.01~0.5であり、無機燐酸の重量割合が3重量%以下である、繊維処理剤。



【選択図】なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

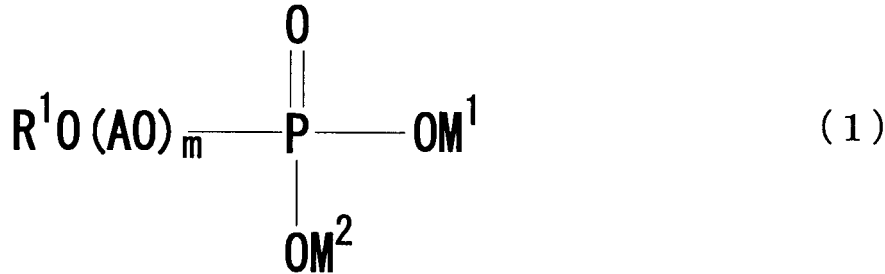
短繊維用繊維処理剤であって、

下記一般式(1)で示される化合物(A)、下記一般式(2)で示される化合物(B)及び下記一般式(3)で示される化合物(C)を必須に含有し、

処理剤の不揮発分に占める前記化合物(C)の重量割合が1~35重量%であり、

前記化合物(A)及び前記化合物(B)の合計と、前記化合物(C)との重量比(C/(A+B))が0.01~0.5であり、無機燐酸の重量割合が3重量%以下である、繊維処理剤。

## 【化1】

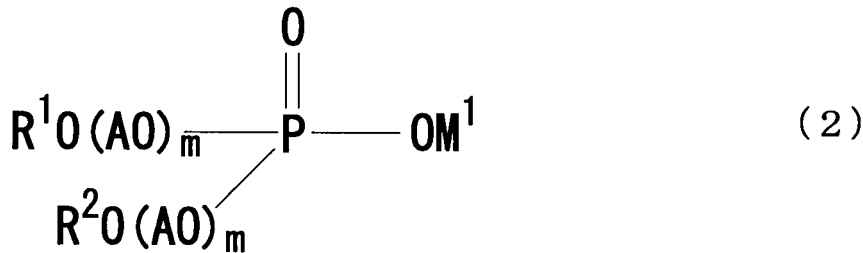


10

20

(式中、R<sup>1</sup>は炭素数6~15の炭化水素基である。R<sup>1</sup>は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。AOは炭素数2~4のオキシアルキレン基であって、mは0~15の整数である。M<sup>1</sup>は、アルカリ金属である。M<sup>2</sup>は、水素原子又はアルカリ金属である。)

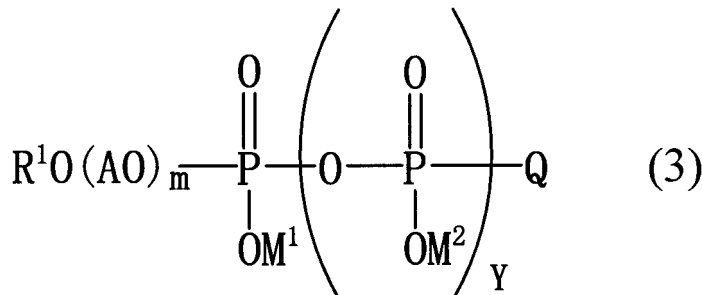
## 【化2】



30

(式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は炭素数6~15の炭化水素基である。R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。AOは炭素数2~4のオキシアルキレン基であって、mは0~15の整数である。M<sup>1</sup>は、アルカリ金属である。分子内に(AO)<sub>m</sub>が2つある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。(R<sup>1</sup>の炭素数)(R<sup>2</sup>の炭素数)を充足する。)

## 【化3】



40

(式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は炭素数6~15の炭化水素基である。R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は直鎖状であ

50

っても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。A Oは炭素数2～4のオキシアルキレン基であって、mは0～15の整数である。M<sup>1</sup>は、アルカリ金属である。M<sup>2</sup>は、水素原子又はアルカリ金属である。Qは、O M<sup>2</sup>又はR<sup>2</sup>O(A O)<sub>m</sub>である。Yは1又は2である。分子内にM<sup>2</sup>又は(A O)<sub>m</sub>が2つ以上ある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。(R<sup>1</sup>の炭素数)(R<sup>2</sup>の炭素数)を充足する。  
)

【請求項2】

前記一般式(1)中のR<sup>1</sup>が炭素数6～10である化合物(A1)、前記一般式(2)中のR<sup>1</sup>が炭素数6～10である化合物(B1)及び前記一般式(3)中のR<sup>1</sup>が炭素数6～10である化合物(C1)の合計重量と、  
前記一般式(1)中のR<sup>1</sup>が炭素数11～15である化合物(A2)、前記一般式(2)中のR<sup>1</sup>が炭素数11～15である化合物(B2)及び前記一般式(3)中のR<sup>1</sup>が炭素数11～15である化合物(C2)の合計重量との重量比(A1+B1+C1)/(A2+B2+C2)が1～20である、請求項1に記載の繊維処理剤。

10

【請求項3】

処理剤の不揮発分に占める前記化合物(A)、前記化合物(B)及び前記化合物(C)の合計が60重量%以上である、請求項1又は2に記載の繊維処理剤。

【請求項4】

ノニオン界面活性剤(D)をさらに含み、処理剤の不揮発分に占める前記ノニオン界面活性剤(D)の重量割合が1～40重量%である、請求項1～3のいずれかに記載の繊維処理剤。

20

【請求項5】

前記ノニオン界面活性剤(D)が、ポリオキシアルキレン基含有ヒドロキシ脂肪酸多価アルコールエステルとジカルボン酸との縮合物の少なくとも1つの水酸基を脂肪酸で封鎖したエステルである化合物(D3)を含む、請求項4に記載の繊維処理剤。

【請求項6】

不織布製造用合成繊維に用いられる、請求項1～5のいずれかに記載の繊維処理剤。

【請求項7】

不織布製造用合成繊維に対して、請求項1～6のいずれかに記載の繊維処理剤を付着させた、透水性繊維。

30

【請求項8】

請求項7に記載の透水性繊維を集積させて繊維ウェブを作製し、得られた繊維ウェブを熱処理する工程を含む、不織布の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、繊維処理剤、それが付着した透水性繊維および不織布の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、紙おむつや合成ナプキンを代表とする生理用品等の吸収性物品は、少なくとも1種の熱可塑性樹脂を含む繊維(ポリオレフィン系繊維、ポリエステル系繊維等)を主材とする各種不織布に親水性を付与したトップシートと、撥水性を付与したバックシートと、トップシートとバックシートの間に綿状パルプや高分子吸収体等からなる材料とを配置した3層から形成される構造になっていることが多い。尿や体液等の液体はトップシートを通過して吸収体に吸収されるが、トップシートには透水性のよいこと、すなわち液体がトップシート上から内部の吸収体に完全に吸収される迄の時間が極めて短い瞬時透水性が必要である。加えて一度吸収体に吸収された液体が再びトップシート上に戻らないようにすること、すなわち液戻り防止性が必要である。

40

また、不織布の製造面からは、シリンダーへの巻付き防止や静電気発生防止といった良好なカード通過性が要求される。また、繊維の製造時にトウがローラーに巻付く事がある

50

が、巻付きが発生すると繊維の品質の低下や、歩留まりが悪くなるため、ローラー巻付きが発生しない事が望まれている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】日本国特開2010-70875号公報

【特許文献2】日本国特開2007-247128号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

10

特許文献1や特許文献2の処理剤を付与した繊維は、不織布の瞬時透水性や液戻り防止性は良好であるが、不織布加工の一工程であるカード工程の通過性は十分ではなく、また繊維製造時において、ローラー巻付きが発生する問題があった。

従って、本願の目的は、繊維に対して、優れたカード通過性、瞬時透水性及び液戻り防止性を付与できるとともに、繊維製造時に巻付き発生を防止する繊維処理剤と、不織布の瞬時透水性や液戻り防止性に優れると同時にカード通過性に優れる透水性繊維と、瞬時透水性や液戻り防止性に優れる不織布の製造方法とを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0005】

20

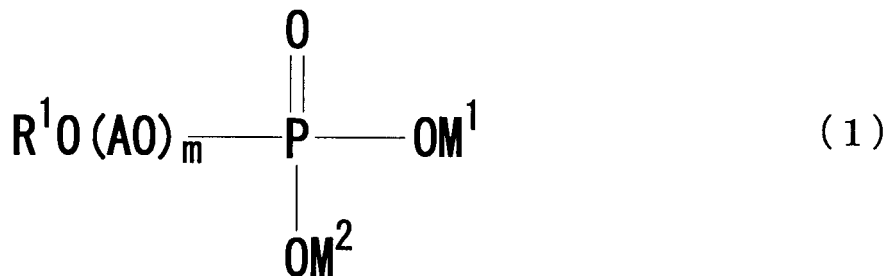
本発明者等は、前記課題を解決するために鋭意検討した結果、特定の燐酸化合物を特定の比率で有する繊維処理剤であれば、上記課題を解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、短繊維用繊維処理剤であって、下記一般式(1)で示される化合物(A)、下記一般式(2)で示される化合物(B)及び下記一般式(3)で示される化合物(C)を必須に含有し、処理剤の不揮発分に占める前記化合物(C)の重量割合が1~35重量%であり、前記化合物(A)及び前記化合物(B)の合計と、前記化合物(C)との重量比(C/(A+B))が0.01~0.5であり、無機燐酸の重量割合が3重量%以下である、繊維処理剤である。

【0006】

30

【化1】



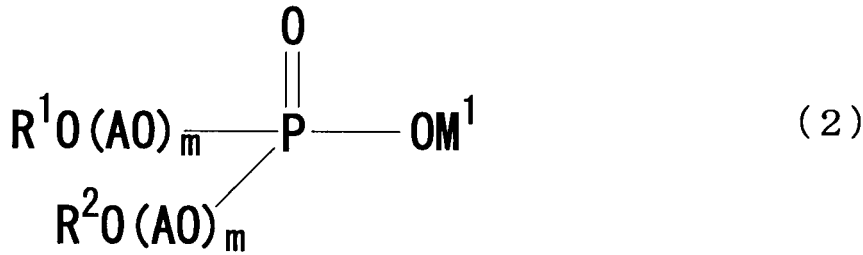
40

【0007】

(式中、R<sup>1</sup>は炭素数6~15の炭化水素基である。R<sup>1</sup>は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。AOは炭素数2~4のオキシアルキレン基であって、mは0~15の整数である。M<sup>1</sup>は、アルカリ金属である。M<sup>2</sup>は、水素原子又はアルカリ金属である。)

【0008】

【化2】



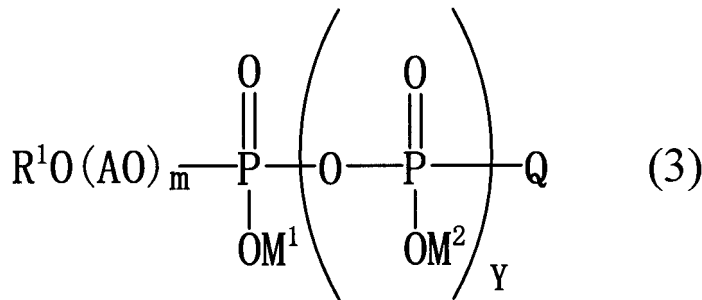
10

【0009】

(式中、 $R^1$  及び  $R^2$  は炭素数 6 ~ 15 の炭化水素基である。 $R^1$  及び  $R^2$  は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。AO は炭素数 2 ~ 4 のオキシアルキレン基であって、 $m$  は 0 ~ 15 の整数である。 $M^1$  は、アルカリ金属である。分子内に  $(\text{AO})_m$  が 2 つある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。(  $R^1$  の炭素数 ) (  $R^2$  の炭素数 ) を充足する。)

【0010】

【化3】



20

【0011】

(式中、 $R^1$  及び  $R^2$  は炭素数 6 ~ 15 の炭化水素基である。 $R^1$  及び  $R^2$  は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。AO は炭素数 2 ~ 4 のオキシアルキレン基であって、 $m$  は 0 ~ 15 の整数である。 $M^1$  は、アルカリ金属である。 $M^2$  は、水素原子又はアルカリ金属である。Q は、 $\text{OM}^2$  又は  $\text{R}^2\text{O}(\text{AO})_m$  である。Y は 1 又は 2 である。分子内に  $M^2$  又は  $(\text{AO})_m$  が 2 つ以上ある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。(  $R^1$  の炭素数 ) (  $R^2$  の炭素数 ) を充足する。)

30

【0012】

前記一般式 ( 1 ) 中の  $R^1$  が炭素数 6 ~ 10 である化合物 ( A 1 ) 、前記一般式 ( 2 ) 中の  $R^1$  が炭素数 6 ~ 10 である化合物 ( B 1 ) 及び前記一般式 ( 3 ) 中の  $R^1$  が炭素数 6 ~ 10 である化合物 ( C 1 ) の合計重量と、  
前記一般式 ( 1 ) 中の  $R^1$  が炭素数 11 ~ 15 である化合物 ( A 2 ) 、前記一般式 ( 2 ) 中の  $R^1$  が炭素数 11 ~ 15 である化合物 ( B 2 ) 及び前記一般式 ( 3 ) 中の  $R^1$  が炭素数 11 ~ 15 である化合物 ( C 2 ) の合計重量との重量比 ( A 1 + B 1 + C 1 ) / ( A 2 + B 2 + C 2 ) が 1 ~ 20 であると好ましい。

40

【0013】

処理剤の不揮発分に占める前記化合物 ( A ) 、前記化合物 ( B ) 及び前記化合物 ( C ) の合計が 60 重量%以上であると好ましい。

ノニオン界面活性剤 ( D ) をさらに含み、処理剤の不揮発分に占める前記ノニオン界面活性剤 ( D ) の重量割合が 1 ~ 40 重量%であると好ましい。

前記ノニオン界面活性剤 ( D ) が、ポリオキシアルキレン基含有ヒドロキシ脂肪酸多価アルコールエステルとジカルボン酸との縮合物の少なくとも 1 つの水酸基を脂肪酸で封鎖

50

したエステルである化合物 ( D 3 ) を含むと好ましい。

不織布製造用合成繊維に用いられると好ましい。

【 0 0 1 4 】

本発明の透水性繊維は、不織布製造用合成繊維に対して、上記繊維処理剤を付着させたものである。

本発明の不織布の製造方法は、上記透水性繊維を集積させて繊維ウェブを作製し、得られた繊維ウェブを熱処理する工程を含む。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 5 】

本発明の繊維処理剤は、繊維に対して、優れたカード通過性、瞬時透水性及び液戻り防止性を付与でき、繊維製造時に巻付き発生を防止することができる。

10

本発明の透水性繊維は、不織布の瞬時透水性や液戻り防止性に優れると同時にカード通過性に優れる。

本発明の不織布の製造方法は、瞬時透水性や液戻り防止性に優れる。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 6 】

本発明の繊維処理剤は、特定の燐酸化合物である、化合物 ( A )、化合物 ( B ) 及び化合物 ( C ) を特定の割合で含み、無機燐酸量が一定量以下である、繊維処理剤である。以下、詳細に説明する。

【 0 0 1 7 】

20

[ 化合物 ( A ) ]

化合物 ( A ) は、本願発明の繊維処理剤に必須に含まれる成分であり、湿潤時の繊維 / 金属間の摩擦を低減し、瞬時透水性に優れる成分である。

化合物 ( A ) は、上記一般式 ( 1 ) で示される。

式中、 $R^1$  は炭素数 6 ~ 15 の炭化水素基である。 $R^1$  は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。炭化水素基としては、アルキル基、アルケニル基又はアリール基が挙げられる。

【 0 0 1 8 】

A O は炭素数 2 ~ 4 のオキシアルキレン基である。オキシアルキレン単位の繰り返し数である m は 0 ~ 15 の整数であり、0 ~ 10 が好ましく、0 ~ 3 がさらに好ましく、m が 0 でポリオキシアルキレン基を含有しない場合、湿潤時の繊維 / 金属間摩擦が低い観点から、特に好ましい。( A O ) m は、オキシアルキレン単位としてオキシエチレン単位を 50 モル % 以上有するポリオキシアルキレン基が好ましい。

30

【 0 0 1 9 】

$M^1$  は、アルカリ金属である。アルカリ金属としては、カリウム、ナトリウム、リチウム等が挙げられ、入手の観点から、カリウム又はナトリウムが好ましい。

$M^2$  は、水素原子又はアルカリ金属である。アルカリ金属としては、カリウム、ナトリウム、リチウム等が挙げられ、入手の観点から、カリウム又はナトリウムが好ましい。

【 0 0 2 0 】

化合物 ( A ) を、 $R^1$  の炭素数が 6 ~ 10 である化合物 ( A 1 ) 及び  $R^1$  の炭素数が 11 ~ 15 である化合物 ( A 2 ) に分類した場合、化合物 ( A 1 ) は瞬時透水性に非常に優れ、化合物 ( A 2 ) は湿潤時の繊維 / 金属間の摩擦低減性に優れる。

40

前記  $R^1$  は、湿潤時の繊維 / 金属間の摩擦低減性の観点から、6 ~ 13 がより好ましい。

化合物 ( A ) の具体例としては、特に限定されないが、モノヘキシルホスフェートモノカリウム塩、モノヘキシルホスフェートジカリウム塩、モノヘキシルホスフェートモノナトリウム塩、モノヘキシルホスフェートジナトリウム塩、モノオクチルホスフェートモノカリウム塩、モノオクチルホスフェートジカリウム塩、モノオクチルホスフェートモノナトリウム塩、モノオクチルホスフェートジナトリウム塩、モノデシルホスフェートモノカリウム塩、モノデシルホスフェートジカリウム塩、モノデシルホスフェートモノナトリウム

50

ム塩、モノデシルホスフェートジナトリウム塩、モノラウリルホスフェートモノカリウム塩、モノラウリルホスフェートジカリウム塩、モノラウリルホスフェートモノナトリウム塩、モノラウリルホスフェートジナトリウム塩、モノトリデシルホスフェートモノカリウム塩、モノトリデシルホスフェートモノナトリウム塩、モノトリデシルホスフェートジカリウム塩、モノトリデシルホスフェートジナトリウム塩、ポリオキシエチレン3モル付加モノオクチルホスフェートモノカリウム塩、ポリオキシエチレン3モル付加モノオクチルホスフェートジカリウム塩、モノミリスチルホスフェートモノカリウム塩、モノミリスチルホスフェートジカリウム塩、モノミリスチルホスフェートモノナトリウム塩、モノミリスチルホスフェートジナトリウム塩等が挙げられる。中でも、モノオクチルホスフェートモノカリウム塩、モノオクチルホスフェートジカリウム塩、モノデシルホスフェートモノカリウム塩、モノデシルホスフェートジカリウム塩、モノラウリルホスフェートモノカリウム塩、モノラウリルホスフェートジカリウム塩が好ましい。

10

## 【0021】

化合物(A)は、 ${}_{31}\text{P}$ -NMRの方法で検出することができる。

測定試料不揮発分約30mgを直径5mmのNMR用試料管に秤量し、重水素化溶媒として約0.5mlの重水( $\text{D}_2\text{O}$ )を加え溶解させて、 ${}_{31}\text{P}$ -NMR測定装置(BRUKER社製AVANCE400, 162MHz)で測定した。

化合物(A)に由来する燐元素のピークは、+4~-1ppmにて検出される。化合物(A)、後述する化合物(B)及び後述する無機燐酸に由来する燐元素のピークは、いずれも+4~-1ppmにて検出されるが、低磁場側から、無機燐酸、化合物(A)、化合物(B)の順に帰属が決定される。

20

## 【0022】

## [化合物(B)]

化合物(B)は、本願発明の繊維処理剤に必須に含まれる成分であり、化合物(A)と併用することにより、化合物(C)の湿潤時の繊維/金属間の摩擦適正化の効果を高める性能を有する。化合物(B)は、液戻り防止の性能を有する。

化合物(B)は、上記一般式(2)で示される。

式中、 $\text{R}^1$ 及び $\text{R}^2$ は炭素数6~15の炭化水素基である。 $\text{R}^1$ 及び $\text{R}^2$ は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。炭化水素基としては、アルキル基、アルケニル基又はアリール基が挙げられる。炭素数が異なる2種以上のアルコールを燐酸化して得られる化合物(B)は、 $\text{R}^1$ と $\text{R}^2$ が異なるものができることがあるが、その場合には、 $\text{R}^1$ の炭素数) $\text{R}^2$ の炭素数)を充足するものとする。

30

## 【0023】

AOは炭素数2~4のオキシアルキレン基である。オキシアルキレン単位の繰り返し数であるmは0~15の整数であり、0~10が好ましく、0~3がさらに好ましく、mが0でポリオキシアルキレン基を含有しない場合が、カード通過性の観点から、特に好ましい。(AO)<sub>m</sub>は、オキシアルキレン単位としてオキシエチレン単位を50モル%以上有するポリオキシアルキレン基が好ましい。分子内に(AO)<sub>m</sub>が2つある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。

40

## 【0024】

化合物(B)を、 $\text{R}^1$ の炭素数が6~10である化合物(B1)及び $\text{R}^1$ の炭素数が11~15である化合物(B2)に分類した場合、化合物(B1)は瞬時透水性に優れ、化合物(B2)はカード通過性に優れる。

前記 $\text{R}^1$ は、湿潤時の繊維/金属間の摩擦低減性の観点から、6~13がより好ましい。

## 【0025】

$\text{M}^1$ は、アルカリ金属である。アルカリ金属としては、カリウム、ナトリウム、リチウム等が挙げられ、入手の観点から、カリウム又はナトリウムが好ましい。

$\text{M}^2$ は、水素原子又はアルカリ金属である。アルカリ金属としては、カリウム、ナトリウム、リチウム等が挙げられ、入手の観点から、カリウム又はナトリウムが好ましい。

50

## 【 0 0 2 6 】

化合物 ( B ) の具体例としては、特に限定されないが、ジヘキシルホスフェートカリウム塩、ジヘキシルホスフェートナトリウム塩、ジオクチルホスフェートカリウム塩、ジオクチルホスフェートナトリウム塩、ジデシルホスフェートカリウム塩、ジデシルホスフェートナトリウム塩、ジラウリルホスフェートカリウム塩、ジラウリルホスフェートナトリウム塩、ジトリデシルホスフェートカリウム塩、ジトリデシルホスフェートナトリウム塩、ジポリオキシエチレン 3 モル付加オクチルホスフェートカリウム塩、ジポリオキシエチレン 3 モル付加ヘキシルホスフェートカリウム塩、ジミリスチルホスフェートカリウム塩、ジミリスチルホスフェートナトリウム塩等が挙げられる。中でも、ジオクチルホスフェートカリウム塩、ジデシルホスフェートカリウム塩、ジラウリルホスフェートカリウム塩が好ましい。

10

## 【 0 0 2 7 】

化合物 ( B ) は、化合物 ( A ) と同様に、 ${}^3_1\text{P-NMR}$  の方法で検出することができる。

化合物 ( B ) に由来する燐元素のピークは、 $+4 \sim -1 \text{ ppm}$  にて検出される。化合物 ( A )、化合物 ( B ) 及び無機燐酸に由来する燐元素のピークは、いずれも  $+4 \sim -1 \text{ ppm}$  にて検出されるが、低磁場側から、無機燐酸、化合物 ( A )、化合物 ( B ) の順に帰属が決定される。

## 【 0 0 2 8 】

## [ 化合物 ( C ) ]

化合物 ( C ) は、本願発明の繊維処理剤に必須に含まれる成分であり、繊維に付与した場合、

20

不織布の液戻りが低減でき、湿潤時の繊維 / 金属間の摩擦が適正な成分である。化合物 ( C ) は、湿潤時の繊維 / 金属間の摩擦が適正な成分であるため、繊維製造時の延伸ローラーへの巻付きをヤスリップを防止でき、かつ、捲縮付与工程において、捲縮が均一に行われることで捲縮斑が低減される。

化合物 ( C ) が湿潤時の繊維 / 金属間の摩擦が適正な理由は明確ではないが、概ね次のように推定している。

水酸基部位又は水酸基がアルカリ金属で置換された部位が湿潤時にはイオン解離し、当該解離部分が金属表面に配向する傾向にあり、アルキル基部位 ( 式 1 中の  $R^1$  ) が疎水性の繊維へ配向する傾向にある。

30

化合物 ( C ) は、分子内に水酸基部位又は水酸基がアルカリ金属で置換された部位が 2 箇所あり、かつ、離れた位置にあるため、金属表面及び繊維表面へ配向傾向が強くなることで、繊維 / 金属間の潤滑が適正となっている。

## 【 0 0 2 9 】

化合物 ( C ) は、上記一般式 ( 3 ) で示される。

式中、 $R^1$  及び  $R^2$  は炭素数 6 ~ 15 の炭化水素基である。 $R^1$  及び  $R^2$  は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。 $AO$  は炭素数 2 ~ 4 のオキシアルキレン基であって、 $m$  は 0 ~ 15 の整数である。 $M^1$  は、アルカリ金属である。 $M^2$  は、水素原子又はアルカリ金属である。 $Q$  は、 $OM^2$  又は  $R^2O(AO)_m$  である。 $Y$  は 1 又は 2 である。分子内に  $M^2$ 、 $(AO)_m$  が 2 つある場合には、お互い同じでも異なってもよい。炭素数が異なる 2 種以上のアルコールを燐酸化して得られる化合物 ( C ) は、 $R^1$  と  $R^2$  が異なるものができることがあるが、その場合には、 $(R^1 \text{ の炭素数}) (R^2 \text{ の炭素数})$  を充足するものとする。

40

## 【 0 0 3 0 】

化合物 ( C ) を、 $R^1$  の炭素数が 6 ~ 10 である化合物 ( C 1 ) 及び  $R^1$  の炭素数が 11 ~ 15 である化合物 ( C 2 ) に分類した場合、化合物 ( C 1 ) は瞬時透水性に優れ、化合物 ( C 2 ) は液戻り防止性が非常に優れる。

前記  $R^1$  は、湿潤時の繊維 / 金属間の摩擦低減性の観点から、6 ~ 13 がより好ましい。

50

## 【0031】

化合物(C)の具体例としては、特に限定されないが、ポリヘキシルホスフェートカリウム塩、ポリヘキシルホスフェートナトリウム塩、ポリオクチルホスフェートカリウム塩、ポリオクチルホスフェートナトリウム塩、ポリデシルホスフェートカリウム塩、ポリデシルホスフェートナトリウム塩、ポリラウリルホスフェートカリウム塩、ポリラウリルホスフェートナトリウム塩、ポリトリデシルホスフェートカリウム塩、ポリトリデシルホスフェートナトリウム塩、ポリオキシエチレン3モル付加ポリオクチルホスフェートカリウム塩、ポリオキシエチレン3モル付加ポリオクチルホスフェートナトリウム塩、ポリミリスチルホスフェートカリウム塩、ポリミリスチルホスフェートナトリウム塩等が挙げられる。中でも、ポリオクチルホスフェートカリウム塩、ポリデシルホスフェートカリウム塩、ポリラウリルホスフェートカリウム塩が好ましい。

10

## 【0032】

化合物(C)は、次のようにして検出することができる。

〔<sub>31</sub>P-NMR法〕

測定試料不揮発分約30mgを直径5mmのNMR用試料管に秤量し、重水素化溶媒として約0.5mlの重水(D<sub>2</sub>O)を加え溶解させて、<sub>31</sub>P-NMR測定装置(BRUKER社製AVANCE400, 162MHz)で測定した。

化合物(C)に由来する燐元素のピークは、-5~-15ppmにて検出される。

## 【0033】

## (ノニオン界面活性剤(D))

20

本発明の繊維処理剤は、ノニオン界面活性剤(D)をさらに含むと、瞬時透水性及び耐久透水性が向上するために好ましい。

ノニオン界面活性剤(D)としては、特に限定されるものではないが、瞬時透水性を向上させる成分として、PEGエステル(D1)、POEアルキルエーテル(D2)等が挙げられる。耐久透水性を向上させる成分として、(D3)又は(D4)等が挙げられる。

なお、PEGとは、ポリエチレングリコールを意味し、POEとはポリオキシアルキレンを意味する。

PEGエステル(D1)としては、PEGの水酸基と1価の脂肪酸とがエステル化した構造を有するポリエチレングリコールのエステル(以下、PEGエステル)が挙げられる。

30

1価の脂肪酸の炭素数については、特に限定はないが、好ましくは4~24、より好ましくは12~22、さらに好ましくは16~20である。脂肪酸は、飽和と不飽和とを問わない。

PEGの重量平均分子量については、特に限定はないが、200~600が好ましい。

PEGエステルの重量平均分子量については、特に限定はないが、好ましくは300~1000、より好ましくは400~900、さらに好ましくは500~800である。

## 【0034】

PEGエステルの具体例としては、たとえば、PEG(200)モノラウレート、PEG(200)ジラウレート、PEG(300)モノラウレート、PEG(300)ジラウレート、PEG(400)モノラウレート、PEG(400)ジラウレート、PEG(600)モノラウレート、PEG(600)ジラウレート、PEG(200)モノオレート、PEG(200)ジオレート、PEG(300)モノオレート、PEG(300)ジオレート、PEG(400)モノオレート、PEG(400)ジオレート、PEG(600)モノオレート、PEG(600)ジオレート、PEG(200)モノイソステアレート、PEG(200)ジイソステアレート、PEG(300)モノイソステアレート、PEG(300)ジイソステアレート、PEG(400)モノイソステアレート、PEG(400)ジイソステアレート、PEG(600)モノイソステアレート、PEG(600)ジイソステアレート等が挙げられる。

40

## 【0035】

POEアルキルエーテル(D2)は、1価の脂肪族アルコールをポリオキシエチレン化

50

して得られる構造を有するアルキルエーテル（以下、POEアルキルエーテル）である。

1価の脂肪族アルコールの炭素数については、特に限定はないが、好ましくは8～24、より好ましくは10～20、さらに好ましくは12～18である。

ポリオキシエチレン基1モルを構成するエチレンオキシドの平均付加モル数については、特に限定はないが、好ましくは3～20モル、より好ましくは5～16モル、さらに好ましくは8～12モルである。3モル未満及び20モル超では、瞬時透水性が低下する可能性がある。

#### 【0036】

POEアルキルエーテル(D2)の重量平均分子量については、特に限定はないが、好ましくは240～1300、より好ましくは350～1000、さらに好ましくは450～700である。

POEアルキルエーテル(D2)の具体例としては、たとえば、POEオクチルエーテル、POEエチルヘキシルエーテル、POEデシルエーテル、POEラウリルエーテル、POEオレイルエーテル、POEステアリルエーテル、POEイソステアリルエーテル等が挙げられる。

#### 【0037】

(化合物(D3))

ポリオキシアルキレン基含有ヒドロキシ脂肪酸多価アルコールエステル（以下、ポリヒドロキシエステルということがある）とジカルボン酸との縮合物の少なくとも1つの水酸基を脂肪酸で封鎖したエステルである化合物(D3)は、本発明の繊維処理剤に含まれると、前記化合物(C)との相互作用により、耐久透水性が向上する。

化合物(D3)は、ポリオレフィンとの親和性が高いので、繊維に付着した繊維処理剤は水と接触しても繊維から脱落し難くなる。その結果、耐久透水性を維持できる成分であるが、含水時の粘度が高く摩擦が高くなるために、製綿時のローラー巻付きが発生し易くなる。化合物(C)と化合物(D3)が共存すると化合物(C)が湿潤時の繊維/金属間の摩擦を適切にするので、製綿時のローラー巻付きを抑制する事ができ、かつ、耐久透水性を維持できる。

#### 【0038】

(化合物(D4))

ポリグリセリン脂肪酸エステルとは、グリセリン縮合物と脂肪酸をエステル化した化合物である。グリセリンの縮合物としては、例えばジグリセリン、トリグリセリン、テトラグリセリン、ペンタグリセリン、ヘキサグリセリン、ヘプタグリセリン、オクタグリセリン、ノナグリセリン、デカグリセリン、ウンデカグリセリン、トリデカグリセリン、デトラデカグリセリン、ペンタデカグリセリン、ヘキサデカグリセリン、ヘプタデカグリセリン、オクタデカグリセリン等が挙げられる。

脂肪酸の炭素数には分布があってもよい。また、脂肪酸は、飽和であっても不飽和であってもよく、直鎖状であってもよく、分岐を有していてもよい。飽和脂肪酸としては、例えば、カブロン酸、カプリル酸、カプリン酸、ウンデカン酸、ラウリン酸、トリデカン酸、ミリスチン酸、ペンタデカン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキジン酸、ベヘン酸、セロチン酸、モンタン酸、メリシン酸等が挙げられる。不飽和脂肪酸としては、例えば、オレイン酸、エライジン酸、エルカ酸、リノール酸、リノレン酸等が挙げられる。

ポリグリセリン脂肪酸エステルとしては、特に限定されないが、例えば、ヘキサグリセリンモノオレエート、ジグリセリンモノラウレート、ジグリセリンモノオレエート、テトラグリセリンモノラウレート、テトラグリセリンモノステアレート、テトラグリセリンジステアレート、ヘキサグリセリンモノラウレート、ヘキサグリセリンモノミリステート、ヘキサグリセリンモノステアレート、ヘキサグリセリンジステアレート、ヘキサグリセリンジオレエート、デカグリセリントリステアレート等が挙げられる。

#### 【0039】

ポリヒドロキシエステルは、構造上、ポリオキシアルキレン基含有ヒドロキシ脂肪酸と

10

20

30

40

50

多価アルコールとのエステルであり、多価アルコールの水酸基のうち、2個以上（好ましくは全部）の水酸基がエステル化されている。したがって、ポリオキシアルキレン基含有ヒドロキシ脂肪酸多価アルコールエステルは、複数の水酸基を有するエステルである。

#### 【0040】

ポリオキシアルキレン基含有ヒドロキシ脂肪酸は、脂肪酸の炭化水素基に酸素原子を介してポリオキシアルキレン基が結合した構造を有し、ポリオキシアルキレン基の脂肪酸の炭化水素基と結合していない片末端が水酸基となっている。

ポリヒドロキシエステルとしては、たとえば、炭素数6～22（好ましくは12～22）のヒドロキシ脂肪酸と多価アルコールとのエステル化物のアルキレンオキシド付加物を挙げることができる。ヒドロキシ脂肪酸の炭素数が6未満であると、親水性が強くなり、一方、22を超えると疎水性が強くなる。いずれの場合も他の成分との相溶性が悪くなるため、十分な耐久透水性を得られないことがある。

#### 【0041】

アルキレンオキシドの付加モル数は、上記ヒドロキシ脂肪酸多価アルコールエステルの水酸基1モル当量当り、好ましくは80以下、さらに好ましくは5～30である。付加モル数が80を超えると液戻り量が増加することがあるので好ましくない。高い耐久透水性を得るためには、親水基と疎水基のバランスを調整することが重要である。アルキレンオキシドに占めるエチレンオキシドの割合は、好ましくは50モル%以上、さらに好ましくは80モル%以上である。エチレンオキシドの割合が50モル%未満では、疎水性が強くなるために十分な耐久透水性を得られないことがある。

#### 【0042】

ポリヒドロキシエステルは、たとえば、多価アルコールとヒドロキシ脂肪酸（ヒドロキシモノカルボン酸）を通常の方法でエステル化してエステル化物を得て、次いでこのエステル化物にアルキレンオキシドを付加反応させることによって製造できる。ポリヒドロキシエステルは、ひまし油などの天然から得られる油脂やこれに水素を添加した硬化ひまし油を用い、さらにアルキレンオキシドを付加反応させることによっても、好適に製造できる。

ポリヒドロキシエステルを製造する場合、多価アルコールの水酸基1モル当量あたりのヒドロキシ脂肪酸のカルボキシル基モル当量は、0.5～1の範囲であることが好ましい。

#### 【0043】

ポリヒドロキシエステルとジカルボン酸との縮合物において、ジカルボン酸の炭素数は、2～10が好ましく、2～8がさらに好ましい。ジカルボン酸の炭素数が10を超えると十分な親水性を付与できないことがある。このようなジカルボン酸としては、たとえば、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、マレイン酸、フタル酸等が挙げられる。ジカルボン酸と共に、ラウリン酸、オレイン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、安息香酸等のジカルボン酸以外のカルボン酸を20%以下（好ましくは10%以下）含有しても良い。ポリヒドロキシエステルとジカルボン酸との縮合物を製造する場合、ポリヒドロキシエステルの水酸基1モル当量あたりのジカルボン酸のカルボキシル基モル当量は、0.2～1の範囲であることが好ましく、0.4～0.8がさらに好ましい。エステル化の反応は通常の方法で良く、特に限定はない。

#### 【0044】

化合物(D3)は、上述のポリオキシアルキレン基含有ヒドロキシ脂肪酸多価アルコールエステルとジカルボン酸との縮合物（以下、縮合物ということがある）において、少なくとも1つの水酸基を脂肪酸で封鎖したエステルである。脂肪酸で封鎖していないエステルでは、耐久透水性能が不足し、また化合物が経時的に増粘し水不溶物が増加するので、繊維処理剤の溶液安定性が低下する。

縮合物の少なくとも1つ以上の水酸基を封鎖する脂肪酸の炭素数について、10～22の範囲だけでなく、10～50の範囲においても使用することが可能である。すなわち、

10

20

30

40

50

封鎖する脂肪酸の炭素数は10～50が好ましく、12～36がさらに好ましい。また、脂肪酸の炭素数が10未満であると親水性が強くなり、一方、50を超えると疎水性が強くなる。このように、親水性と疎水性とがアンバランスであると、十分な耐久透水性を得ることができないことがある。このような脂肪酸としては、たとえば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イコサン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸、ネルボン酸、セロチン酸、モンタン酸、メリシン酸、ラノリン脂肪酸等が挙げられるが、ベヘン酸やウールグリースを精製したラノリン誘導体である炭素数12～36のラノリン脂肪酸が好ましい。縮合物と脂肪酸とのエステルを製造する場合、縮合物の水酸基1モル当量あたりの脂肪酸のカルボキシル基モル当量は0.2～1の範囲であることが好ましく、0.4～1がさらに好ましい。エステル化の反応条件については特に限定はない。

10

## 【0045】

(化合物(E))

また、本発明の繊維処理剤は、耐久透水性を付与する観点から、下記の化合物(E1)、化合物(E2)および化合物(E3)から選ばれる少なくとも1種の化合物(E)成分をさらに含むと好ましい。

化合物(E1)：ポリオキシアルキレン変性シリコーン

化合物(E2)：スルホン酸塩、スルホコハク酸塩から選ばれる少なくとも1種

化合物(E3)：第4級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤、イミダゾリニウム型カチオン界面活性剤、アルキルベタイン界面活性剤、アルキルイミダゾール型ベタイン界面活性剤、アミド基含有ベタイン界面活性剤から選ばれる少なくとも1種

20

## 【0046】

化合物(E1)は、ポリオキシアルキレン変性シリコーンである。

化合物(E1)としては、ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシエチレン)シロキサン共重合体、ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシプロピレン)シロキサン共重合体、ジメチルシロキサン・メチル(ポリオキシエチレン/ポリオキシプロピレン)シロキサン共重合体、メチル(ポリオキシエチレン)ポリシロキサン共重合体、メチル(ポリオキシプロピレン)ポリシロキサン共重合体、メチル(ポリオキシエチレン/ポリオキシプロピレン)ポリシロキサン共重合体、メチル(ポリオキシエチレン/ポリオキシブチレン)ポリシロキサン共重合体等が挙げられる。

30

## 【0047】

ポリオキシアルキレン変性シリコーン中のSi元素含有率(化合物中にSi元素が占める重量%)は5～40%である。Si元素含有率が40%超であると、本発明の繊維処理剤を付着させて得られる透水性繊維の安定性が低下し、製造コストが高くなる。一方、Si元素含有率が5%未満であると、耐久透水性が得られないことがある。

ポリオキシアルキレン変性シリコーン中のポリオキシアルキレン基としては、たとえば、オキシエチレン基、オキシプロピレン基、オキシブチレン基、これらの基を構成する単量体から2種以上を選び重合して得られる基等を挙げることができる。オキシアルキレン基を2種類以上選んだ場合、それらの付加順序は特に限定されるものでなく、付加形態はブロック状、ランダム状のいずれでもよい。ポリオキシアルキレン基全体のうちオキシエチレン基が占める割合が20重量%以上であることが好ましく、20重量%未満では透水性が低下することがある。

40

## 【0048】

ポリオキシアルキレン変性シリコーンの重量平均分子量については特に限定はないが、1,000～100,000であると好ましく、2,000～80,000であるとさらに好ましい。重量平均分子量がこの範囲を外れると透水性が低下し、特に1,000未満の場合にこの傾向が著しい。

本発明においては、これらポリオキシアルキレン変性シリコーンは、それぞれ単独で用いることができるし、また2種以上混合して用いることができる。

## 【0049】

50

前記化合物（E 2）は、スルホン酸塩（化合物（E 2 a））、およびスルホコハク酸塩（化合物（E 2 b））から選ばれる少なくとも１種である。

【0050】

前記のスルホン酸塩（化合物（E 2 a））は、オクチルスルホン酸塩、デシルスルホン酸塩、ラウリルスルホン酸塩、ミリスチルスルホン酸塩、セチルスルホン酸塩、ステアリルスルホン酸塩等の炭素数 8 ~ 18 のアルキルスルホン酸エステル塩、オクチルベンゼンスルホン酸塩、ドデシルベンゼンスルホン酸塩等の炭素数 8 ~ 12 のアルキル基を有するアルキルベンゼンスルホン酸エステル塩、が挙げられるが、なかでも炭素数 12 ~ 18 のアルキルスルホン酸エステル塩、炭素数 8 ~ 12 のアルキル基を有するアルキルベンゼンスルホン酸エステル塩が好ましい。なお、化合物（E 2 a）は 1 種または 2 種以上を使用してもよい。

10

【0051】

前記のジアルキルスルホサクシネート塩（化合物（E 2 b））は、位にスルホン酸塩の基を有するコハク酸のジアルキルエステルである。ジアルキルエステルを構成するアルキル基の炭素数は分布があってもよく、アルキル基は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。アルキル基の炭素数は 6 ~ 22 が好ましく、6 ~ 18 がより好ましく、8 ~ 18 がさらに好ましく、8 ~ 14 が特に好ましい。アルキル基の炭素数が 6 未満ではカード通過性が低下することがある。一方、アルキル基の炭素数が 22 超であると、瞬時透水性が低下することがある。

20

【0052】

化合物（E 2 b）としては、たとえば、ジヘキシルスルホサクシネート塩、ジ - 2 - エチルヘキシルスルホサクシネート塩、ジラウリルスルホサクシネート塩、ジ椰子アルキルスルホサクシネート塩、ジトリデシルスルホサクシネート塩、ジミリスチルスルホサクシネート塩、ジステアリルスルホサクシネート塩等が挙げられる。これらのジアルキルスルホサクシネート塩は、1 種または 2 種以上を使用してもよい。

【0053】

以上説明した化合物（E 2 b）において、それを構成する塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属塩、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等のアルカノールアミン塩等が挙げられるが、なかでもアルカリ金属塩が好ましく、ナトリウム塩、カリウム塩がより好ましい。ナトリウム塩および/またはカリウム塩であると、繊維処理剤が付着した繊維に液体が速やかに浸透するので好ましい。

30

【0054】

化合物（E 3）は、第 4 級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤（化合物（E 3 a））、イミダゾリニウム型カチオン界面活性剤（化合物（E 3 b））、アルキルベタイン界面活性剤（化合物（E 3 c））、アルキルイミダゾール型ベタイン界面活性剤（化合物（E 3 d））、アミド基含有ベタイン界面活性剤（化合物（E 3 e））から選ばれる少なくとも 1 種である。

【0055】

第 4 級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤（化合物（E 3 a））としては、特に限定はないが、例えば、ジオクチルジメチルアンモニウムクロライド塩、ジデシルジメチルアンモニウムクロライド塩、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド塩、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド塩、ジ椰子アルキルジメチルアンモニウムクロライド塩、ジ硬化牛脂アルキルジメチルアンモニウムクロライド塩、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロライド塩、ジラウリルジメチルアンモニウムメトサルフェート塩、ジラウリルメチルエチルアンモニウムエトサルフェート塩、ジステアリルジメチルアンモニウムメトサルフェート塩、ジ（オレイロキシエチル）ヒドロキシエチルメチルアンモニウムメトサルフェート塩、ジ（ステアリン酸アミドエチル）ヒドロキシエチルメチルアンモニウムメトサルフェート塩等が挙げられる。これらのなかでも、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド塩やジステアリルジメチルアンモニウムクロライド塩、ジ硬化牛脂アルキルジメチルアンモニウムクロライド塩が好ましい。なお、化合物（E 3 a）は 1 種または 2 種以

40

50

上を使用してもよい。

【0056】

イミダゾリニウム型カチオン界面活性剤（化合物（E3b））としては特に限定はないが、イミダゾリニウム環の2位の置換基が炭素数11～21の脂肪族炭化水素基であって、アニオン基がメチル硫酸イオン、エチル硫酸イオンおよびジメチルリン酸イオンからなる群から選択されるイオン性残基である場合のものが好ましい。かかるイミダゾリニウム型カチオン界面活性剤としては、例えば1-ヒドロキシエチル-1-エチル-2-ラウリルイミダゾリニウムエチルサルフェート塩、1-ヒドロキシエチル-1-エチル-2-オレイルイミダゾリニウムエチルサルフェート塩、1-ヒドロキシエチル-1-エチル-2-ステアリルイミダゾリニウムエチルサルフェート塩、1-ヒドロキシエチル-1-メチル-2-テトラデシルイミダゾリニウムメチルサルフェート塩、1-ヒドロキシエチル-1-メチル-2-ラウリルイミダゾリニウムメチルサルフェート塩、1-ヒドロキシエチル-1-メチル-2-オレイルイミダゾリニウムメチルサルフェート塩、1-ヒドロキシエチル-1-メチル-2-ステアリルイミダゾリニウムメチルサルフェート塩、1-ヒドロキシエチル-1-メチル-2-オレイルイミダゾリニウムジメチルホスフェート塩等が挙げられる。これらのなかでも、1-ヒドロキシエチル-1-エチル-2-オレイルイミダゾリニウムエチルサルフェート塩が好ましい。なお、化合物（E3b）は1種または2種以上を使用してもよい。

10

【0057】

アルキルベタイン界面活性剤（化合物（E3c））としては特に限定はないが、例えば、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ステアリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ラウリルジメチルアミノスルホプロピルベタイン、ラウリルジメチルヒドロキシスルホベタイン等が挙げられる。これらのなかでも、ステアリルジメチルアミノ酢酸ベタインが好ましい。なお、化合物（E3c）は1種または2種以上を使用してもよい。

20

【0058】

アルキルイミダゾール型ベタイン界面活性剤（化合物（E3d））としては特に限定はないが、例えば、2-ラウリル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、2-オレイル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン等が挙げられる。これらのなかでも、2-ラウリル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタインが好ましい。なお、化合物（E3d）は1種または2種以上を使用してもよい。

30

【0059】

アミド基含有ベタイン界面活性剤（化合物（E3e））としては特に限定はないが、例えば、ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、オレイン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ステアリン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン等が挙げられ、これらのなかでも、ステアリン酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタインが好ましい。なお、化合物（E3e）は1種または2種以上を使用してもよい。

【0060】

さらに、本発明の繊維処理剤は、本発明の効果を阻害しない範囲で、前述以外のその他の界面活性剤を含有してもよい。その他の界面活性剤としては、上記の化合物（A）、化合物（B）、化合物（C）及び化合物（E2）を除くアニオン活性剤、上記ノニオン活性剤（D）を除くノニオン界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤が挙げられる。

40

その他の界面活性剤としては、例えば、オクチルアミン、デシルアミン、ラウリルアミン、ミリスチルアミン、パルミチルアミン、ステアリルアミン等の高級アルキルアミンのアルキレンオキサイド付加物；モノラウリン酸グリセリド、モノミリスチン酸グリセリド、モノパルミチン酸グリセリド、モノステアリン酸グリセリド、モノオレイン酸グリセリド、ポリグリセリンステアレート、ポリグリセリンラウレート、ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリラウレート、ソルビタントリパルミテート、ソルビタントリステア

50

レート、ソルビタントリオレートなどの多価アルコール脂肪酸エステルやそのアルキレンオキサイド付加物等が挙げられる。

#### 【0061】

##### [繊維処理剤]

本発明の繊維処理剤は、特定の燐酸化合物を特定の割合で含むことにより、繊維に対して、優れた瞬時透水性及び液戻り防止性を付与できるとともに、繊維製造時に巻付き発生を防止することができる。

本発明の繊維処理剤は、繊維に対して透水性を付与できる「透水性付与剤」と表現することもできる。本発明の繊維処理剤は、後述する不織布製造用合成繊維に好適に用いられる。

処理剤の不揮発分に占める前記化合物(C)の重量割合は1~35重量%であり、2~30重量%が好ましく、3~25重量%がより好ましく、4~23重量%がさらに好ましく、5~20重量%が特に好ましい。1重量%未満では、液戻り防止性が不足する。35重量%超ではカード通過性が不足する。

前記化合物(A)及び前記化合物(B)の合計と、前記化合物(C)との重量比(C/(A+B))は0.01~0.5であり、0.02~0.45が好ましく、0.03~0.4がより好ましく、0.04~0.35がさらに好ましく、0.05~0.25が特に好ましい。0.01未満では、液戻り防止性が不足する。0.5超ではカード通過性や瞬時透水性が不足する。

#### 【0062】

処理剤の不揮発分に占める前記化合物(A)、前記化合物(B)及び前記化合物(C)の合計は15重量%超が好ましく、25重量%以上がより好ましく、60重量%以上がさらに好ましい。

上限値は、100重量%が好ましく、90重量%がより好ましく、80重量%がさらに好ましい。

#### 【0063】

本発明の繊維処理剤は、無機燐酸の重量割合が3重量%以下である。

本発明の短繊維用繊維処理剤は、処理剤の不揮発分全体に占める無機燐酸の重量割合が3重量%以下であり、2重量%以下が好ましく、1重量%以下がさらに好ましく、0.5重量%未満が特に好ましい。好ましい下限値は0重量%である。無機燐酸が3重量%超であると、湿潤時の繊維/金属間の摩擦が非常に高くなり、繊維製造時に巻付きが発生する。又、カード通過性が悪くなる。当該無機燐酸は、繊維処理剤中において、水酸基の一部又は全てがカリウムやナトリウムなどのアルカリ金属塩として存在していると考えられる。

#### 【0064】

無機燐酸は、化合物(A)と同様に、 ${}^3_1\text{P-NMR}$ の方法で検出することができる。

無機燐酸に由来する燐元素のピークは、+4~-1ppmにて検出される。化合物(B)、化合物(A)及び無機燐酸に由来する燐元素のピークは、いずれも+4~-1ppmにて検出されるが、低磁場側から、無機燐酸、化合物(A)、化合物(B)の順に帰属が決定される。

#### 【0065】

なお、本発明の繊維処理剤の不揮発分とは、水分などを除くための熱乾燥工程後においても繊維表面に残存する繊維処理剤中の成分を意味し、繊維処理剤を105で熱処理して水や溶剤などの揮発分を除去し、恒量に達したときの揮発せずに残存した成分を意味する。

#### 【0066】

本発明の繊維処理剤がノニオン界面活性剤(D)をさらに含む場合、処理剤の不揮発分に占めるノニオン界面活性剤(D)の重量割合は、1~40重量%が好ましく、3~35重量%がより好ましく、4~30重量%がさらに好ましく、5~25重量%が特に好ましい。ノニオン界面活性剤(D)の重量割合が1重量%未満の場合、瞬時透水性が不足する

10

20

30

40

50

ことがある。一方、ノニオン界面活性剤(D)の重量割合が40重量%超の場合、湿潤時の繊維/金属間の摩擦が高くなる可能性がある。

【0067】

本発明の繊維処理剤が前記化合物(E)をさらに含む場合、処理剤の不揮発分に占める前記化合物(E)の重量割合は、3~30重量%が好ましく、5~28重量%がより好ましく、7~27重量%がさらに好ましく、10~25重量%が特に好ましい。前記化合物(E)の重量割合が3重量%未満の場合、耐久透水性が不足することがある。一方、前記化合物(E)の重量割合が30重量%超の場合、液戻り性の低下やローラー巻付きが発生する可能性がある。

特に処理剤の不揮発分に占める前記化合物(E2)の重量割合が高いと液戻り性の低下やローラー巻付きが発生する可能性が高くなるので、前記化合物(E2)の重量割合は5重量%未満が好ましく、4重量%未満がより好ましく、3重量%未満がさらに好ましく、0重量%が特に好ましい。

【0068】

前記一般式(1)中のR<sup>1</sup>が炭素数6~10である化合物(A1)、前記一般式(2)中のR<sup>1</sup>が炭素数6~10である化合物(B1)及び前記一般式(3)中のR<sup>1</sup>が炭素数6~10である化合物(C1)の合計重量と、

前記一般式(1)中のR<sup>1</sup>が炭素数11~15である化合物(A2)、前記一般式(2)中のR<sup>1</sup>が炭素数11~15である化合物(B2)及び前記一般式(3)中のR<sup>1</sup>が炭素数11~15である化合物(C2)の合計重量との重量比(A1+B1+C1)/(A2+B2+C2)は1~20が好ましく、1.1~1.5がより好ましく、1.2~1.0がさらに好ましく、1.5~5が特に好ましい。1未満では瞬時透水性が低下する可能性があり、20超では、湿潤時の繊維/金属間の摩擦が適切でなくなったり、カード通過性が不足したりすることがある。

【0069】

本発明の繊維処理剤は、必要に応じて水及び/又は溶剤を含有していてもよく、水を含有することが好ましい。本発明に使用する水としては、純水、蒸留水、精製水、軟水、イオン交換水、水道水等のいずれであってもよい。繊維処理剤を製造する際の繊維処理剤全体に占める不揮発分の重量割合は、10~60重量%が好ましく、18~50重量%が特に好ましい。

【0070】

また、本発明の繊維処理剤は、必要に応じて、抗菌剤、酸化防止剤、防腐剤、艶消し剤、顔料、防錆剤、芳香剤、消泡剤等をさらに含有してもよい。また、pH調整として、硫酸等の無機酸、乳酸やクエン酸等の有機酸を含有してもよい。

【0071】

本発明の繊維処理剤の製造方法としては、公知の方法を採用できる。例えば、化合物(A)、化合物(B)及び化合物(C)の水溶液と必要に応じてノニオン界面活性剤(D)及び/又は化合物(E)を配合し、約70℃の温度で攪拌する。次いで、攪拌しながら所定量の水を注入し希釈すると不揮発分が10~60重量%の繊維処理剤を得ることができる。

【0072】

本発明の繊維処理剤の電気伝導率は、耐久親水性の観点から、1300µS/cm未満が好ましく、1000µS/cm以下がより好ましく、800µS/cm以下がさらに好ましい。好ましい下限値は、0µS/cmである。

[電気伝導度の測定]

繊維処理剤をそれぞれ約60℃のイオン交換水で不揮発分の重量割合が1重量%の濃度になるよう希釈して希釈液を得た。希釈液を25℃に調温して電気伝導度計(京都電子工業株式会社 CONDUCTIVITY METER CM-07)にて電気伝導度を測定した。

実施例15の処理剤の電気伝導度は、300µS/cmであった。実施例16の処理剤の

10

20

30

40

50

電気伝導度は、500  $\mu\text{S}/\text{cm}$ であった。

【0073】

〔透水性繊維〕

本発明の透水性繊維は、不織布製造用合成繊維（繊維本体）とこれに付着した上記繊維処理剤とから構成される繊維をいい、一般的には所定の長さに切断した短繊維である。繊維処理剤の不揮発分の付着率は、前記透水性繊維に対して0.1～2重量%であり、好ましくは0.3～1重量%である。該付着率が0.1重量%未満では、繊維や不織布の瞬時透水性、カードにおける制電性が不足することがある。一方、該付着率が2重量%を超えると、繊維をカード処理する時に巻付きが多くなって生産性が大幅に低下し、乾式法等の方法により得られた不織布等の繊維製品が透水後にベトツキが大きくなることがある。

10

【0074】

本発明の透水性繊維の繊維長は、2～100mmが好ましく、10～64mmがより好ましく、20～60mmがさらに好ましく、31～55mmが特に好ましい。繊維長が2mm未満及び100mm超であると、カード通過性が低下する可能性がある。

本発明の透水性繊維の太さは、一般にデシテックス（以後、 $\text{d tex}$ で表現する）という単位で表されるが、0.7～4.0 $\text{d tex}$ が好ましく、0.8～3.0 $\text{d tex}$ がより好ましく、0.9～2.0 $\text{d tex}$ がさらに好ましく、1.0～1.5 $\text{d tex}$ が特に好ましい。0.7 $\text{d tex}$ 未満では、カード通過性が低下する可能性がある。4.0 $\text{d tex}$ 超では、集束性が低下するために、カード通過性が低下する可能性がある。

20

【0075】

不織布製造用合成繊維（繊維本体）としては、たとえば、ポリオレフィン繊維、ポリエステル繊維、ナイロン繊維、ポリ塩化ビニル繊維、2種類以上の熱可塑性樹脂からなる複合繊維等であり、複合繊維の組み合わせとしては、ポリオレフィン系樹脂/ポリオレフィン系樹脂の場合、例えば、高密度ポリエチレン/ポリプロピレン、直鎖状高密度ポリエチレン/ポリプロピレン、低密度ポリエチレン/ポリプロピレン、プロピレンと他の - オレフィンとの二元共重合体または三元共重合体/ポリプロピレン、直鎖状高密度ポリエチレン/高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン/高密度ポリエチレン等が挙げられる。また、ポリオレフィン系樹脂/ポリエステル系樹脂の場合、例えば、ポリプロピレン/ポリエチレンテレフタレート、高密度ポリエチレン/ポリエチレンテレフタレート、直鎖状高密度ポリエチレン/ポリエチレンテレフタレート、低密度ポリエチレン/ポリエチレンテレフタレート等が挙げられる。また、ポリエステル系樹脂/ポリエステル系樹脂の場合、例えば、共重合ポリエステル/ポリエチレンテレフタレート等が挙げられる。さらにポリアミド系樹脂/ポリエステル系樹脂、ポリオレフィン系樹脂/ポリアミド系樹脂等からなる繊維も例示することができる。繊維処理剤が付着される前の不織布製造用合成繊維は、疎水性合成繊維ということもできる。

30

これら不織布製造用合成繊維（繊維本体）のなかでも、付着した繊維処理剤が尿や体液等の液体で濡れても繊維表面に残り易いという理由から、ポリオレフィン系繊維（ポリオレフィン繊維やポリオレフィン繊維を含む複合繊維）、ポリエステル系繊維（ポリエステル繊維やポリエステル繊維を含む複合繊維）等の不織布製造用合成繊維に本発明の繊維処理剤は好適である。

40

【0076】

繊維の断面構造は鞘芯型、並列型、偏心鞘芯型、多層型、放射型あるいは海鳥型が例示できるが、繊維製造工程での生産性や、不織布加工の容易さから、偏心を含む鞘芯型または並列型が好ましい。また、断面形状は円形または異形状とすることができる。異形状の場合、例えば扁平型、三角形～八角形等の多角型、T字型、中空型、多葉型等の任意の形状とすることができる。

【0077】

本発明の繊維処理剤は、そのまま希釈等せずに繊維本体に付着させてもよく、水等で不揮発分全体の重量割合が0.5～5重量%となる濃度に希釈してエマルジョンとして繊維本体に付着させてもよい。繊維処理剤を繊維本体へ付着させる工程は、繊維本体の紡糸工

50

程、延伸工程、捲縮工程等のいずれであってもよい。本発明の繊維処理剤を繊維本体に付着させる手段については、特に限定はなく、ローラー給油、ノズルスプレー給油、ディップ給油等の手段を使用してもよい。繊維の製造工程やその特性に合わせ、より均一に効率よく目的の付着量が得られる方法を採用すればよい。また、繊維処理剤が付与された繊維の乾燥の方法としては、熱風および赤外線により乾燥させる方法、熱源に接触させて乾燥させる方法等を用いてよい。

#### 【0078】

〔不織布の製造方法〕

不織布の製造方法として、特に限定なく、公知の方法を採用できる。原料繊維としては短繊維や長繊維を用いることができる。原料繊維が短繊維のウェブ形成方式としては、カード方式やエアレイド方式等の乾式法や抄紙方式等の湿式法が挙げられる。また原料繊維が長繊維のウェブ形成方式としては、スパンボンド法、メルトブロー法、フラッシュ紡糸法等が挙げられる。また、繊維間結合方式としては、ケミカルボンド法、サーマルボンド法、ニードルパンチ法、スパンレース法、スティッチボンド法等が挙げられる。

本発明の不織布の製造方法は、本発明の透水性繊維（例えば短繊維）をカード機等に通し繊維ウェブを作製し、得られた繊維ウェブを熱処理する工程を含むものが好ましい。すなわち、本発明の繊維処理剤は、不織布の製造において繊維ウェブを熱処理する工程を有する場合に、特に好適に使用されるものである。繊維ウェブを熱処理して接合させる方法としては、加熱ロールまたは超音波による熱圧着、加熱空気による熱融着、熱圧着点（ポイントボンディング）法等の熱融着法が挙げられる。

繊維ウェブを熱処理して接合させる一例としては、芯に高融点の樹脂を使用し鞘に低融点の樹脂を使用する鞘芯型の複合繊維の場合、低融点の樹脂の融点付近で熱処理することで、繊維交点の熱接着を容易に行なうことができる。

熱接着させる工程を含む不織布の製造方法としては、繊維処理剤が付与された短繊維をカード機等に通しウェブとしたものを上述のように熱処理して接合させ一体化する方法、エアレイド法でパルプ等を積層する際に本発明の透水性繊維（短繊維）と混綿して、上述のように熱処理して接合させる方法等も挙げられる。その他、スパンボンド法、メルトブロー法、フラッシュ紡糸法等により得られた繊維成形体に対して、本発明の繊維処理剤を付着させたものを加熱ロールまたは加熱空気等で熱処理して、または加熱ロールまたは加熱空気等で熱処理したものに本発明の繊維処理剤を付着させて、不織布を製造する方法も挙げられる。

#### 【0079】

スパンボンド法の一例としては、複合繊維樹脂を紡糸し、次に、紡出された複合長繊維フィラメントを冷却流体により冷却し、延伸空気によってフィラメントに張力を加えて所期の織度とする。その後、紡糸されたフィラメントを捕集ベルト上に捕集し、接合処理を行ってスパンボンド不織布を得る。接合手段としては、加熱ロールまたは超音波による熱圧着、加熱空気による熱融着、熱圧着点（ポイントボンディング）法等がある。

得られたスパンボンド不織布に本発明の繊維処理剤を付与する方法としては、グラビア法、フレキソ法、ゲートロール法等のロールコーティング法、スプレーコーティング法等で行うことができるが、不織布への塗布量を片面ずつ調節できるものであれば特に限定されるものではない。また、繊維処理剤が付与された不織布の乾燥の方法としては、熱風および赤外線により乾燥させる方法、熱源に接触させて乾燥させる方法等を用いてよい。

#### 【0080】

本発明の不織布において、透水性を発揮する対象の液体としては、尿、軟便、泥状便、水様便、血液、体液、滲出液等が挙げられる。本発明の不織布の用途としては、乳児用使い捨ておむつ、介護用使い捨ておむつ、生理用品、包帯、絆創膏、消毒布、サージカルテープ等の衛生材料用途、ペット用排泄シート、芳香剤の吸液芯、液体防虫剤の吸液芯、清掃布等の日用品用途、コーヒーフィルター、水切りシート等の食品関連用途等が挙げられる。

#### 【実施例】

10

20

30

40

50

## 【0081】

以下に本発明を実施例によって説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、各実施例および比較例における評価項目と評価方法は以下の通りである。なお、例中の「部」および「%」とあるのは、それぞれ「重量部」および「重量%」を表す。

## 【0082】

〔 $^{31}\text{P}$ -NMR測定方法〕

リン酸化合物中の化合物(A)、化合物(B)、化合物(C)及び無機リン酸の比率を、 $^{31}\text{P}$ -NMR測定方法により測定した。

測定試料不揮発分約30mgを直径5mmのNMR用試料管に秤量し、重水素化溶媒として約0.5mlの重水( $\text{D}_2\text{O}$ )を加え溶解させて、 $^{31}\text{P}$ -NMR測定装置(BRUKER社製AVANCE400, 162MHz)で測定した。

化合物(C)に由来するリン元素のピークは、-5~-15ppmにて検出される。

化合物(B)、化合物(A)及び無機リン酸に由来するリン元素のピークは、いずれも+4~-1ppmにて検出されるが、低磁場側から、無機リン酸、化合物(A)、化合物(B)の順に帰属が決定される。

帰属後、積分比率から化合物(C)、無機リン酸、化合物(A)及び化合物(B)の重量比率を計算した。

## 【0083】

(実施例1)

まず、化合物(A)、化合物(B)、化合物(C)及び無機リン酸の混合物である有機リン酸化合物を次のように製造した。

POE(3)オクチルエーテル250gを1リットルフラスコに仕込み、攪拌しながら徐々に無水リン酸55g(POE(3)オクチルエーテル1モルに対して $\text{P}_2\text{O}_5$ として0.4モルに相当)を投入し、80℃を保持したまま、3時間攪拌した。微褐色透明未中和物が得られた。

イオン交換水280g及び50%重量濃度KOH溶液90gを別の1リットルフラスコに仕込み、攪拌しながら、前記未中和物を徐々に投入し、微黄色半透明ペースト物(不揮発分50%、水分50%)を得た。微黄色半透明ペースト物の組成を $^{31}\text{P}$ -NMRで確認すると、化合物(A)が微黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して39.9重量%、化合物(B)が微黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して50重量%、化合物(C)が微黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して10重量%、無機リン酸が微黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して0.1重量%であることが確認された。

## 【0084】

(実施例2~7)

実施例1と同様にして、表1に示す化合物(A)~(C)及び無機リン酸の混合物である、実施例2~7の繊維処理剤を得た。

(実施例8~16)

実施例1と同様にして、表1に示す化合物(A)~(C)及び無機リン酸の混合物を得た後、表1に示す化合物(D)又は化合物(E)を混合して、実施例8~16の繊維処理剤を得た。

(比較例1)

POE(3)オクチルエーテル250gを1リットルフラスコに仕込み、攪拌しながら徐々に無水リン酸55gを投入し、80℃を保持したまま、3時間攪拌した。イオン交換水を10g添加して更に1時間攪拌した。微褐色透明未中和物が得られた。イオン交換水270g及び50%重量濃度KOH溶液90gを別の1リットルフラスコに仕込み、攪拌しながら、前記未中和物を徐々に投入し、微黄色半透明ペースト物(不揮発分50%、水分50%)を得た。微黄色半透明ペースト物の組成を $^{31}\text{P}$ -NMRで確認すると、化合物(A)が微黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して59.8重量%、化合物(B)が微黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して40重量%、化合物(C)が微黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して0.1重量%、無機リン酸が微黄色半透明ペースト

10

20

30

40

50

物の不揮発分全体に対して 0.1 重量%であることが確認された。

【0085】

(比較例2)

POE(3)オクチルエーテル250gを1リットルフラスコに仕込み、攪拌しながら徐々に無水燐酸90gを投入し、80℃を保持したまま、3時間攪拌した。褐色透明未中和物が得られた。イオン交換水310g及び50%重量濃度KOH溶液90gを別の1リットルフラスコに仕込み、攪拌しながら、前記未中和物を徐々に投入し、黄色半透明ペースト物(不揮発分50%、水分50%)を得た。黄色半透明ペースト物の組成を<sup>31</sup>P-NMRで確認すると、化合物(A)が黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して23重量%、化合物(B)が黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して23重量%、化合物(C)が黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して50重量%、無機燐酸が黄色半透明ペースト物の不揮発分全体に対して4重量%であることが確認された。

10

【0086】

(比較例3~7)

比較例1及び2と同様にして、表1に示す繊維処理剤を得た。

【0087】

繊維処理剤全体に占める不揮発分の重量割合が25重量%の実施例1~16、比較例1~7の繊維処理剤をそれぞれ調製した。得られた繊維処理剤をそれぞれ約60℃の温水で不揮発分の重量割合が0.9重量%の濃度になるよう希釈して希釈液を得た。

次に、繊維本体300gに対しそれぞれの繊維処理剤の希釈液150gをディップ給油法で付着させ、透水性繊維に付着する繊維処理剤の不揮発分の付着量を0.45重量%にした。繊維本体は、繊維処理剤が付着していない、ポリプロピレン(芯)-ポリエチレン(鞘)系複合繊維であり、単繊維織度が2.2Dtex、繊維長が38mmのものであった。それぞれの繊維処理剤の希釈液を付着させた繊維を、80℃の温風乾燥機の中に2時間入れた後、室温で8時間以上放置して乾燥させて、透水性繊維を得た。

20

【0088】

得られた透水性繊維をそれぞれ開織工程およびカード試験機を用いたカード工程に通し、目付25g/m<sup>2</sup>のウェブを作製した。その際、それぞれの透水性繊維について、下記に示す評価方法でカード工程における物性(制電性、シリンダー巻付き、スカム発生の有無、ネップ数)を評価した。得られたウェブをエアスルー型熱風循環乾燥機中135℃で熱処理してウェブを固定し、不織布を得た。得られた不織布について、下記に示す評価方法で物性(瞬時透水性、液戻り防止性)をそれぞれ評価した。その結果を表4~6に示す。また、耐久透水性評価結果は、以下の(4)不織布の耐久透水性に示す。

30

【0089】

(1)製綿工程評価

製綿工程時のローラー巻付きの代用評価として、湿潤時の繊維/金属間の摩擦を測定した。湿潤時の繊維/金属間の摩擦が低いほど、製綿工程での巻付きが低減されることが確認されている。次の評価方法で、40g以下であれば製綿工程で巻付きが低減することが経験的に知見として得られている。そのため、湿潤時の繊維/金属間の摩擦が40g以下で指標を○とし、合格とした。

40

○：湿潤時の繊維/金属間の摩擦が40g以下

×：湿潤時の繊維/金属間の摩擦が40g超

(湿潤時の繊維/金属間の摩擦の測定方法)

脱脂したポリエステルマルチフィラメント(トータル167dex、48本)を摩擦体(直径3cmの梨地ピン)に接触角450°になるように巻き先端に20gの荷重を付ける、ここに有効成分が1.0重量%の繊維処理剤のエマルジョンを滴下しながら3cm/minの速度で引っ張り、そのときの摩擦力(単位:g)を測定した。その際の温度条件は20℃である。

【0090】

(2)カード工程評価

50

## (2-1) 制電性

カード試験機を用いて20 × 45%RHの条件で試料透水性繊維40gをシリンダー回転数970rpm(設定可能な最高回転数)でミニチュアカード機に通す。発生した静電気の電圧を測定し、以下の基準で評価する。なお、5が最も良い評価であり、1.0kV以下であれば実用に供し得る。

5...0.5kV未満、4...0.5~1.0kV、3...1.0kV超~1.5kV、  
2...1.5kV超~2.0kV、1...2.0kVより大

## (2-2) シリンダー巻付き

カード試験機を用いて30 × 70%RHの条件で試料短繊維40gをカーディングした後にシリンダーを観察し、以下の基準で評価した。なお、5が最も良い評価である。4以上であると実用に供し得る。

5...巻付きなし  
4...巻付いているが、巻付がシリンダー面の1/10以下に巻付きあり  
3...巻付がシリンダー面の1/10超かつ1/5以下に巻付きあり  
2...巻付がシリンダー面の1/5超かつ1/3以下に巻付きあり  
1...巻付がシリンダー面の1/3超~全面に巻付きあり

## (2-3) スカム発生の有無

カード試験機を用いて30 × 70%RHの条件で試料透水性繊維200gをカーディングした後にローラーに付着したスカムを観察し、スカム発生の有無を評価した。

5...スカム見られない、4...スカムが少ない、3...スカムが見られる、2...スカムが多く見られる、1...スカムが非常に多く見られる。

4以上であると実用に供し得る。

## (2-4) ネップ数

カード試験機を用いて30 × 70%RHの条件で試料透水性繊維40gをカーディングしたウェブを目視判定にてネップ数を判定した。ネップが少ない方が良い評価となる。

5...ネップが見られない、4...ネップが少ない、3...ネップが見られる、2...ネップが多く見られる、1...ネップが非常に多く見られる。4以上であると実用に供し得る。

## 【0091】

## (3) 不織布の瞬時透水性

不織布を濾紙(東洋濾紙、No.5)の上に重ね、不織布表面から10mmの高さに設置したビューレットより1滴(約0.05ml)の生理食塩水を滴下して、不織布表面から水滴が消失するまでの時間を測定する。不織布表面の20箇所での測定を行って5秒未満の個数を表示する。この個数が16個以上であれば瞬時透水性は良好となり実用に供し得る。

## (4) 不織布の耐久透水性

不織布(10cm×10cm)を市販の紙おむつに重ね、その上に内径60mmの円筒を置き、生理食塩水80mlを円筒内に注入して不織布を通して紙おむつに吸収させた。注水後3分間放置した後に、不織布を2枚の濾紙(東洋濾紙、No.5)の間に挟み、その上に板(10cm×10cm)と重り(合計3.5Kg)を乗せて3分間放置して脱水し、その後さらに5分間風乾した。風乾後の試料不織布に上記円筒内で生理食塩水が通過した箇所について、不織布の瞬時透水性の試験方法によって、生理食塩水の消失時間を20箇所測定し、消失時間5秒未満の個数を表示した。この個数が18個以上であれば耐久透水性は良好である。試験に供した不織布について、同様の作業を繰り返して行う。この繰り返し試験では回数を重ねても生理食塩水の消失個数(消失時間5秒未満となる箇所の個数)が多い方が良い。

実施例12は、1回目が20個、2回目が3個、3回目が0個であった。

実施例13は、1回目が20個、2回目が10個、3回目が2個であった。

実施例14は、1回目が20個、2回目が5個、3回目が0個であった。

実施例1~11及び比較例1~7の結果は、いずれも1回目で0個であった。

実施例12~14は、本願課題を解決するのみならず、耐久透水性が良好であることが

判明した。

(5) 不織布の液戻り防止性

市販の紙おむつの上に不織布(10cm×10cm)を置き、さらにその上に内径60mmの円筒を置き、生理食塩水100mlを円筒内に注入して不織布を通して紙おむつに吸収させた。生理食塩水が全て紙おむつに吸収されたら円筒を取り除き、予め秤量した濾紙(東洋濾紙、No.5)を20枚重ね、これに5Kgの荷重を乗せた。5分間放置後、濾紙の重さを計り、重量増加分を測定して液戻り量(g)とした。1.2g以下を許容範囲としているが、1.0g以下が望ましい。

【0092】

なお、表1における各成分は以下の通りである。

- 化合物A1-1:モノ-オクチル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物A1-2:モノ-ポリオキシエチレン(3モル)オクチル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物A2:モノ-ラウリル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物B1-1:ジ-オクチル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物B1-2:ジ-ポリオキシエチレン(3モル)オクチル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物B2:ジ-ラウリル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物C1-1:ポリ-オクチル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物C1-2:ポリ-ポリオキシエチレン(3モル)オクチル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物C2:ポリ-ラウリル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物D1:PEG(400)モノオレエート  
 化合物D2:ポリオキシエチレン(20モル)ラウリルエーテル  
 化合物D3-1:ポリオキシエチレン(20モル)カスターワックスのマレイン酸縮合物の水酸基1モル当量あたりステアリン酸1モル当量で封鎖したエステル  
 化合物D3-2:ポリオキシエチレン(20モル)カスターワックスのマレイン酸縮合物の水酸基1モル当量あたりベヘン酸1モル当量で封鎖したエステル  
 化合物D4:ヘキサグリセリンモノステアレート  
 化合物E1:ポリオキシエチレン/ポリオキシプロピレン変性シリコーン(Si元素含有率:20%、POE含有率:100%、分子量:10000)  
 化合物E2a-1:セチルスルホネートナトリウム塩  
 化合物E2b-1:ジオクチルスルホサクシネートナトリウム塩  
 化合物F1:モノ-ステアリル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物F2:ジ-ステアリル燐酸エステルカリウム塩  
 化合物F3:ポリ-ステアリル燐酸エステルカリウム塩

【0093】

10

20

30

【表 1】

		実施例							
		1	2	3	4	5	6	7	8
繊維処理剤 の不揮発分 に対する 重量%	化合物A 1-1			29.9		10	25		27.9
	化合物A 1-2	39.9	34.9					10	
	化合物A 2				39.9	30	9.9	24.9	
	化合物B 1-1			40		10	30		35
	化合物B 1-2	50	45					20	
	化合物B 2				50	30	20	30	
	化合物C 1-1			30		5	10		7
	化合物C 1-2	10	20					5	
	化合物C 2				10	14.9	5	10	
	化合物D 1								30
	化合物D 2								
	化合物D 3-1								
	化合物D 3-2								
	化合物D 4								
	化合物E 1								
	化合物E 2 a-1								
化合物E 2 b-1									
無機リン酸	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
C / (A+B) (重量比)	0.11	0.25	0.43	0.11	0.25	0.18	0.18	0.11	
(A 1+B 1+C 1) / (A 2+B 2+C 2) (重量比)	—	—	—	0.0	0.3	1.9	0.5	—	

10

20

【0094】

【表 2】

		実施例							
		9	10	11	12	13	14	15	16
繊維処理剤 の不揮発分 に対する 重量%	化合物A 1-1	24				15	15	2.9	3
	化合物A 1-2		24	7	24				
	化合物A 2	7.9	7.9	2.9	7.9	9.9	12.9		2.9
	化合物B 1-1	30				20	20	4	4
	化合物B 1-2		30	15	30				
	化合物B 2	10	10	10	10	13	18		4
	化合物C 1-1	6				5	5	3	3
	化合物C 1-2		6	3	6				
	化合物C 2	2	2	2	2	7	4		3
	化合物D 1			60					
	化合物D 2	20						10	
	化合物D 3-1				20		15		
	化合物D 3-2					20			
	化合物D 4							40	60
	化合物E 1		20				10	40	20
	化合物E 2 a-1					5			
化合物E 2 b-1					5				
無機リン酸	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
C / (A+B) (重量比)	0.11	0.11	0.14	0.11	0.21	0.14	0.43	0.43	
(A 1+B 1+C 1) / (A 2+B 2+C 2) (重量比)	3.0	3.0	1.7	3.0	1.3	1.1	—	1.0	

30

40

【0095】

50

【表 3】

		比較例						
		1	2	3	4	5	6	7
繊維処理剤 の不揮発分 に対する 重量%	化合物A 1-1			20	70		9.9	4
	化合物A 1-2	59.8	23					
	化合物A 2			9.9				
	化合物B 1-1			25	20		20	5
	化合物B 1-2	40	23					
	化合物B 2			10				
	化合物C 1-1			5	5			0.9
	化合物C 1-2	0.1	50					
	化合物C 2			30				
	化合物D 1					100		
	化合物D 2						70	10
	化合物F 1							30
	化合物F 2							35
	化合物F 3							15
	無機磷酸	0.1	4	0.1	5	0	0.1	0.1
C / (A+B) (重量比)		0.001	1.1	0.54	0.06	—	0	0.10
(A 1+B 1+C 1) / (A 2+B 2+C 2) (重量比)		—	—	1.0	—	—	—	—

10

20

【0096】

【表 4】

評価項目			実施例							
			1	2	3	4	5	6	7	8
製綿	製綿工程	指標	○	○	○	○	○	○	○	○
		湿潤時の繊維/金属摩擦	32	30	30	28	26	29	27	33
綿	カード工程 評価	制電性	5	5	5	5	5	5	5	5
		シリンダー巻付き	5	5	5	5	5	5	5	5
		スカム発生の有無	4	4	4	5	5	5	5	4
		ネップ数	5	5	5	5	5	5	5	5
不織布	瞬時透水性	指標	○	○	○	○	○	○	○	○
		5秒未満の個数(個)	20	20	20	16	17	20	17	16
	液戻り防止性	指標	○	○	○	○	○	○	○	○
		液戻り量(g)	0.8	0.8	0.5	0.3	0.5	0.9	0.5	0.8

30

【0097】

40

【表 5】

評価項目			実施例							
			9	10	11	12	13	14	15	16
製綿	製綿工程	指標	○	○	○	○	○	○	○	○
		湿潤時の繊維／金属摩擦	31	31	38	33	32	35	39	39
綿	カード工程 評価	制電性	5	5	4	5	5	5	5	5
		シリンダー巻付き	5	5	5	5	5	5	4	5
		スカム発生の有無	5	5	5	5	5	5	4	5
		ネップ数	5	5	4	5	5	5	4	4
不織布	瞬時透水性	指標	○	○	○	○	○	○	○	○
		5秒未満の個数(個)	20	20	16	20	20	20	18	19
	液戻り防止性	指標	○	○	○	○	○	○	○	○
		液戻り量(g)	0.4	0.4	0.8	0.8	0.9	0.7	1.2	1.2

10

【0098】

【表 6】

評価項目			比較例						
			1	2	3	4	5	6	7
製綿	製綿工程	指標	○	○	○	○	×	×	○
		湿潤時の繊維／金属摩擦	35	28	29	28	63	49	36
綿	カード工程 評価	制電性	5	4	4	5	3	4	4
		シリンダー巻付き	5	5	5	4	5	5	5
		スカム発生の有無	5	5	5	3	4	4	5
		ネップ数	5	3	3	3	4	4	5
不織布	瞬時透水性	指標	○	○	×	○	×	×	×
		5秒未満の個数(個)	20	16	15	20	0	12	2
	液戻り防止性	指標	×	○	○	×	○	○	○
		液戻り量(g)	1.4	0.6	0.6	1.2	0.4	0.8	0.4

20

30

【0099】

表4～6から明らかなように、実施例1～16の繊維処理剤は、化合物(A)、化合物(B)及び化合物(C)を含有し、化合物(C)の重量割合が1～35重量%であり、化合物(A)及び化合物(B)の合計と、化合物(C)との重量比( $C/(A+B)$ )が0.01～0.5であり、無機燐酸の重量割合が3重量%以下を充足するために、湿潤時の繊維／金属間摩擦が低いことで製綿性に優れ、当該処理剤が付与された透水性繊維は、カード通過性に優れ、瞬時透水性に優れ、本願の課題が解決できた。又、実施例12～14の繊維処理剤は、化合物(D3)を含んでいるため、本願の課題達成に加えて、耐久透水性が優れることが確認できた。

40

一方、 $C/(A+B)$ が0.01未満の場合(比較例1、5及び6)、 $C/(A+B)$ が0.5超の場合(比較例3)、前記化合物(C)の重量割合が1重量%未満の場合(比較例5～7)、前記化合物(C)の重量割合が35重量%超の場合(比較例2)、無機燐酸の重量割合が3重量%超の場合(比較例4)には、本願の課題のうち、少なくとも1つを解決することができなかった。

【手続補正書】

【提出日】令和2年1月17日(2020.1.17)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

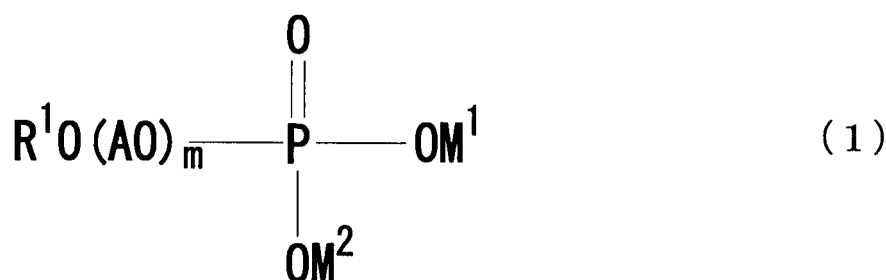
不織布製造用合成繊維に用いられ、合成繊維に透水性を付与する短繊維用繊維処理剤であって、

下記一般式(1)で示される化合物(A)、下記一般式(2)で示される化合物(B)及び下記一般式(3)で示される化合物(C)を必須に含有し、

処理剤の不揮発分に占める前記化合物(C)の重量割合が1～35重量%であり、

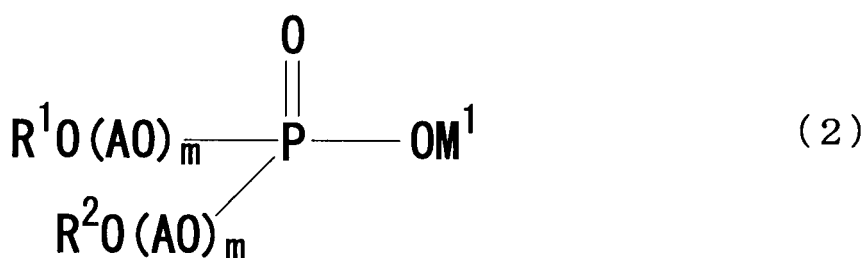
前記化合物(A)及び前記化合物(B)の合計と、前記化合物(C)との重量比(C/(A+B))が0.01～0.5であり、無機燐酸の重量割合が3重量%以下である、繊維処理剤。

【化1】



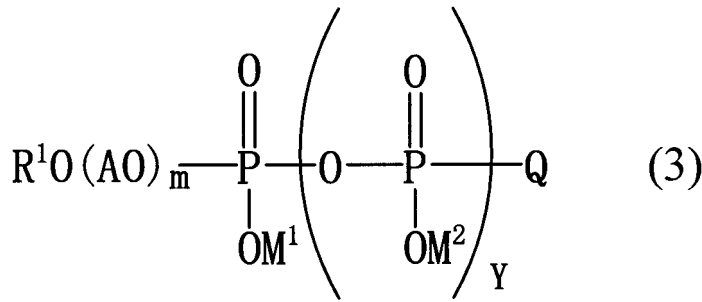
(式中、R<sup>1</sup>は炭素数6～12の炭化水素基である。R<sup>1</sup>は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。AOは炭素数2～4のオキシアルキレン基であって、mは0～15の整数である。M<sup>1</sup>は、アルカリ金属である。M<sup>2</sup>は、水素原子又はアルカリ金属である。)

【化2】



(式中、R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は炭素数6～12の炭化水素基である。R<sup>1</sup>及びR<sup>2</sup>は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。AOは炭素数2～4のオキシアルキレン基であって、mは0～15の整数である。M<sup>1</sup>は、アルカリ金属である。分子内に(AO)<sub>m</sub>が2つある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。(R<sup>1</sup>の炭素数)(R<sup>2</sup>の炭素数)を充足する。)

【化 3】



(式中、 $R^1$  及び  $R^2$  は炭素数 6 ~ 12 の炭化水素基である。 $R^1$  及び  $R^2$  は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。AO は炭素数 2 ~ 4 のオキシアルキレン基であって、 $m$  は 0 ~ 15 の整数である。 $M^1$  は、アルカリ金属である。 $M^2$  は、水素原子又はアルカリ金属である。Q は、 $M^2$  又は  $R^2O(AO)_m$  である。Y は 1 又は 2 である。分子内に  $M^2$  又は  $(AO)_m$  が 2 つ以上ある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。(  $R^1$  の炭素数 ) (  $R^2$  の炭素数 ) を充足する。)

【請求項 2】

前記一般式 ( 1 ) 中の  $R^1$  が炭素数 6 ~ 10 である化合物 ( A 1 )、前記一般式 ( 2 ) 中の  $R^1$  が炭素数 6 ~ 10 である化合物 ( B 1 ) 及び前記一般式 ( 3 ) 中の  $R^1$  が炭素数 6 ~ 10 である化合物 ( C 1 ) の合計重量と、

前記一般式 ( 1 ) 中の  $R^1$  が炭素数 11 ~ 12 である化合物 ( A 2 )、前記一般式 ( 2 ) 中の  $R^1$  が炭素数 11 ~ 12 である化合物 ( B 2 ) 及び前記一般式 ( 3 ) 中の  $R^1$  が炭素数 11 ~ 12 である化合物 ( C 2 ) の合計重量との重量比 ( A 1 + B 1 + C 1 ) / ( A 2 + B 2 + C 2 ) が 1 ~ 20 である、請求項 1 に記載の繊維処理剤。

【請求項 3】

下記化合物 ( E 1 )、下記化合物 ( E 2 ) および下記化合物 ( E 3 ) から選ばれる少なくとも 1 種の化合物 ( E ) 成分をさらに含む、請求項 1 又は 2 に記載の繊維処理剤。

化合物 ( E 1 ) : ポリオキシアルキレン変性シリコン

化合物 ( E 2 ) : スルホン酸塩及びスルホコハク酸塩から選ばれる少なくとも 1 種

化合物 ( E 3 ) : 第 4 級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤、イミダゾリニウム型カチオン界面活性剤、アルキルベタイン界面活性剤、アルキルイミダゾール型ベタイン界面活性剤及びアミド基含有ベタイン界面活性剤から選ばれる少なくとも 1 種

【請求項 4】

不織布製造用合成繊維に対して、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の繊維処理剤を付着させた、透水性繊維。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0005

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0005】

本発明者等は、前記課題を解決するために鋭意検討した結果、特定の燐酸化合物を特定の比率で有する繊維処理剤であれば、上記課題を解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、不織布製造用合成繊維に用いられ、合成繊維に透水性を付与する短繊維用繊維処理剤であって、

下記一般式 ( 1 ) で示される化合物 ( A )、下記一般式 ( 2 ) で示される化合物 ( B ) 及び下記一般式 ( 3 ) で示される化合物 ( C ) を必須に含有し、

処理剤の不揮発分に占める前記化合物 ( C ) の重量割合が 1 ~ 35 重量 % であり、

前記化合物 ( A ) 及び前記化合物 ( B ) の合計と、前記化合物 ( C ) との重量比 ( C / (

A + B) ) が 0.01 ~ 0.5 であり、無機燐酸の重量割合が 3 重量% 以下である、繊維処理剤である。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

(式中、 $R^1$  は炭素数  $6 \sim \underline{12}$  の炭化水素基である。 $R^1$  は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。 $AO$  は炭素数  $2 \sim 4$  のオキシアルキレン基であって、 $m$  は  $0 \sim 15$  の整数である。 $M^1$  は、アルカリ金属である。 $M^2$  は、水素原子又はアルカリ金属である。)

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

(式中、 $R^1$  及び  $R^2$  は炭素数  $6 \sim \underline{12}$  の炭化水素基である。 $R^1$  及び  $R^2$  は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。 $AO$  は炭素数  $2 \sim 4$  のオキシアルキレン基であって、 $m$  は  $0 \sim 15$  の整数である。 $M^1$  は、アルカリ金属である。分子内に  $(AO)_m$  が 2 つある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。(  $R^1$  の炭素数 ) (  $R^2$  の炭素数 ) を充足する。)

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0011】

(式中、 $R^1$  及び  $R^2$  は炭素数  $6 \sim \underline{12}$  の炭化水素基である。 $R^1$  及び  $R^2$  は直鎖状であっても分岐を有していてもよく、飽和であっても不飽和であってもよい。 $AO$  は炭素数  $2 \sim 4$  のオキシアルキレン基であって、 $m$  は  $0 \sim 15$  の整数である。 $M^1$  は、アルカリ金属である。 $M^2$  は、水素原子又はアルカリ金属である。 $Q$  は、 $OM^2$  又は  $R^2O(AO)_m$  である。 $Y$  は 1 又は 2 である。分子内に  $M^2$  又は  $(AO)_m$  が 2 つ以上ある場合には、お互いに同じでも異なってもよい。(  $R^1$  の炭素数 ) (  $R^2$  の炭素数 ) を充足する。)

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

前記一般式 ( 1 ) 中の  $R^1$  が炭素数  $6 \sim 10$  である化合物 ( A 1 )、前記一般式 ( 2 ) 中の  $R^1$  が炭素数  $6 \sim 10$  である化合物 ( B 1 ) 及び前記一般式 ( 3 ) 中の  $R^1$  が炭素数  $6 \sim 10$  である化合物 ( C 1 ) の合計重量と、  
前記一般式 ( 1 ) 中の  $R^1$  が炭素数  $11 \sim \underline{12}$  である化合物 ( A 2 )、前記一般式 ( 2 ) 中の  $R^1$  が炭素数  $11 \sim \underline{12}$  である化合物 ( B 2 ) 及び前記一般式 ( 3 ) 中の  $R^1$  が炭素数  $11 \sim \underline{12}$  である化合物 ( C 2 ) の合計重量との重量比 ( A 1 + B 1 + C 1 ) / ( A 2 + B 2 + C 2 ) が  $1 \sim 20$  であると好ましい。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

下記化合物（E1）、下記化合物（E2）および下記化合物（E3）から選ばれる少なくとも1種の化合物（E）成分をさらに含むと好ましい。

化合物（E1）：ポリオキシアルキレン変性シリコーン

化合物（E2）：スルホン酸塩及びスルホコハク酸塩から選ばれる少なくとも1種

化合物（E3）：第4級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤、イミダゾリニウム型カチオン界面活性剤、アルキルベタイン界面活性剤、アルキルイミダゾール型ベタイン界面活性剤及びアミド基含有ベタイン界面活性剤から選ばれる少なくとも1種