



(10) 申请公布号 CN 119256129 A

(43) 申请公布日 2025.01.03

(21) 申请号 202380041055.4

(22) 申请日 2023.05.15

(30) 优先权数据

2022-081667 2022.05.18 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.11.18

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2023/018107 2023.05.15

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/224000 JA 2023.11.23

(71) 申请人 花王株式会社

地址 日本

申请人 株式会社钟化

(72) 发明人 古川淳一 川村光平 大平和宇

(74) 专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司 11322

专利代理师 龙淳 丁哲音

(51) Int.Cl.

*D06M 13/188* (2006.01)

*D01F 4/00* (2006.01)

*D06M 101/14* (2006.01)

权利要求书1页 说明书16页

(54) 发明名称

改性再生胶原纤维及其制造方法以及包含其的头饰制品

(57) 摘要

本发明涉及一种可以改善作为再生胶原纤维的问题的耐水性、耐热性,赋予热形状记忆能力,并且伸缩性(韧性)、表面的触感也优异,而且没有着色的改性再生胶原纤维。本发明的改性再生胶原纤维在再生胶原纤维中以苯甲酸计含有1.0质量%以上的以下的成分(A)。(A)苯甲酸或其盐。

1. 一种改性再生胶原纤维,其中,  
在再生胶原纤维中以苯甲酸计含有1.0质量%以上的以下的成分(A),  
(A) 苯甲酸或其盐。
2. 如权利要求1所述的改性再生胶原纤维,其中,  
成分(A)的含量以苯甲酸计为1.0~50质量%。
3. 如权利要求1所述的改性再生胶原纤维,其中,  
成分(A)的含量以苯甲酸计为5.0~40质量%。
4. 如权利要求1~3中任一项所述的改性再生胶原纤维,其中,  
还含有以下的成分(B),  
(B) 多价金属或其盐或其配合物。
5. 如权利要求4所述的改性再生胶原纤维,其中,  
成分(B)为铝或其盐或其配合物。
6. 一种再生胶原纤维处理方法,其中,  
包括下述工序(i),  
工序(i):在含有以下的成分(A)的纤维处理剂中浸渍再生胶原纤维的工序,  
(A) 苯甲酸或其盐。
7. 如权利要求6所述的再生胶原纤维处理方法,其中,  
所述再生胶原纤维含有以下的成分(B),  
(B) 多价金属或其盐或其配合物。
8. 如权利要求7所述的再生胶原纤维处理方法,其中,  
成分(B)为铝或其盐或其配合物。
9. 一种改性再生胶原纤维的制造方法,其中,  
包括:通过权利要求6~8中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,对再生胶原纤维进行处理的工序。
10. 一种头饰制品的制造方法,其中,  
包括:通过权利要求6~8中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,对再生胶原纤维进行处理的工序。
11. 一种头饰制品,其中,  
包含权利要求1~5中任一项所述的改性再生胶原纤维作为构成要素。

## 改性再生胶原纤维及其制造方法以及包含其的头饰制品

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种赋予了耐水性、耐热性和热形状记忆能力的再生胶原纤维,优选涉及假发、接发等的头饰制品等纤维制品所使用的再生胶原纤维。

### 背景技术

[0002] 再生胶原纤维通常与合成纤维不同,具有来自天然原材料的自然手感和外观。该再生胶原纤维可以通过将酸可溶性胶原或不溶性胶原用碱或酶进行可溶化制成纺丝原液,通过纺丝喷嘴,喷出到凝固浴中进行纤维化而得到。

[0003] 然而,再生胶原纤维通常与合成纤维相比,亲水性更高,因此,吸水率更高,在含有大量水的状态下,机械强度极低。因此,在清洗时由于高的吸水率而机械强度明显下降,之后的干燥时会发生断裂等,导致作为头饰制品等纤维制品的适应性低下。

[0004] 另外,再生胶原纤维还存在耐热性低的问题,例如,在使用了烫发器等的热定型时,在如与人发相同的高的温度下进行定型的情况下,会发生收缩或卷曲而损害外观。

[0005] 此外,在塑料制的合成纤维时,利用烫发器等的热定型时的形状即使经过后续的清洗,也持续被记忆(具有热形状记忆能力),但再生胶原纤维利用烫发器等的热定型时的形状经过后续一次清洗就会丧失(不具有热形状记忆能力),因此,与现有的塑料制的合成纤维相比,在形状设定的自由度的观点上会较差。

[0006] 上述点成为妨碍再生胶原纤维在纤维制品中普及的主要原因。特别是耐水性、即润湿时的机械强度的降低所造成的影响很明显。

[0007] 另一方面,在人发纤维的领域中,已知有对本来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特定的醛衍生物和酚化合物作用的方法(专利文献1)。

[0008] (专利文献1)日本特开2019-143281号公报

### 发明内容

[0009] 本发明提供一种改性再生胶原纤维,其在再生胶原纤维中以苯甲酸计含有1.0质量%以上的以下的成分(A),

[0010] (A) 苯甲酸或其盐。

[0011] 此外,本发明提供一种再生胶原纤维处理方法,其包括下述工序(i),

[0012] 工序(i):在含有以下的成分(A)的纤维处理剂中浸渍再生胶原纤维的工序,

[0013] (A) 苯甲酸或其盐。

[0014] 此外,本发明提供一种改性再生胶原纤维的制造方法,其包括:通过上述的再生胶原纤维处理方法,对再生胶原纤维进行处理的工序。

[0015] 此外,本发明提供一种头饰制品的制造方法,其包括:通过上述的再生胶原纤维处理方法,对再生胶原纤维进行处理的工序。

[0016] 此外,本发明提供一种头饰制品,其包含上述的改性再生胶原纤维作为构成要素。

## 具体实施方式

[0017] 在纤维制品的制造场景中,有时会使纤维强烈伸长,专利文献1所记载的技术中,有时处理后的纤维的伸缩性(韧性)并不充分。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。

[0018] 另外,在专利文献1所记载的技术中,有时纤维发生着色。

[0019] 因此,本发明涉及一种可以改善作为再生胶原纤维的问题的耐水性、耐热性,并赋予热形状记忆能力,并且伸缩性(韧性)、表面的触感也优异,而且没有着色的改性再生胶原纤维。

[0020] 本发明人等深入进行了研究,其结果发现,含有苯甲酸或其盐的改性再生胶原纤维中,所述苯甲酸或其盐的羧基较强地配位于再生胶原纤维中的金属(主要是多价金属),因此,纤维内部被疏水化且苯甲酸或其盐从纤维的漏出也可以被防止。而且其结果,该改性再生胶原纤维的耐水性与干燥时·湿润时这两种情况下的耐热性提高,不仅通过热定型能够赋予形状,而且意外地发现,伸缩性(韧性)比处理前提高,高达接近人发的水平,还发现也没有伴随改性处理的着色,从而完成了本发明。

[0021] 根据本发明,能够提供一种作为再生胶原纤维的问题的耐水性、耐热性提高,被赋予热形状记忆能力,并且伸缩性(韧性)、表面的触感提高,而且没有着色的改性再生胶原纤维。

[0022] (本发明中作为处理对象的纤维)

[0023] 本发明的作为纤维处理的对象的纤维是以来自胶原的聚合物或寡聚物为原料人工制造的纤维,即以胶原为原料的再生胶原纤维。

[0024] 再生胶原纤维能够通过公知的技术制造,另外,组成也不需要为100%胶原,可以包含用于改良品质的天然或合成聚合物或添加剂。此外,也可以对再生胶原纤维进行后加工。作为再生胶原纤维的形态,优选长丝(filament)。长丝通常从筒管卷绕或盒装的状态取出。另外,也可以直接利用再生胶原纤维的制造工序中从干燥工序得到的长丝。

[0025] 再生胶原纤维的制造中使用的胶原的原料优选使用二层皮(split leather)的部分。二层皮例如可以通过由将牛等家畜动物屠宰得到的新鲜的二层皮或盐渍的生皮而得到。这些二层皮等大部分由不溶性胶原纤维构成,但通常在去除网状附着的肉质部分,除去用于防止腐败、变质而使用的盐分后使用。

[0026] 该不溶性胶原纤维中存在甘油酯、磷脂质、游离脂肪酸等的脂质、糖蛋白、白蛋白等的胶原以外的蛋白质等杂质。这些杂质在进行纤维化时,会对纺丝稳定性、光泽或拉伸度等的品质、气味等造成很大影响。因此,优选例如进行石灰浸泡,将不溶性胶原纤维中的脂肪成分水解,将胶原纤维解开后,实施酸·碱处理、酶处理、溶剂处理等以往通常进行的皮革处理,预先将这些杂质除去。

[0027] 实施了如上所述的处理的不溶性胶原为了将交联的肽部分切断,实施可溶化处理。作为该可溶化处理的方法,可以应用通常所采用的公知的碱可溶化法、酶可溶化法等。此外,也可以并用上述碱可溶化法和酶可溶化法。

[0028] 在应用上述碱可溶化法的情况下,优选例如用盐酸等酸进行中和。此外,作为现有已知的碱可溶化法的改良方法,也可以使用日本特公昭46-15033号公报中记载的方法。

[0029] 上述酶可溶化法具有能够得到分子量均一的可溶化胶原的优点,是能够在本发明

中优选采用的方法。作为该酶可溶化法,能够采用例如日本特公昭43-25829号公报、日本特公昭43-27513号公报等中记载的方法。

[0030] 对这样实施了可溶化处理的胶原进一步实施pH的调节、盐析、水洗、溶剂处理等的操作的情况下,由于能够得到品质等优异的再生胶原纤维,所以优选实施这些处理。

[0031] 所得到的可溶化胶原例如用盐酸、乙酸、乳酸等的酸溶解,进行调节,使得成为pH为2~4.5、胶原的浓度为1质量%以上、优选为2质量%以上,另外为15质量%以下、优选为10质量%以下的胶原水溶液。上述胶原水溶液也可以根据需要为了在减压搅拌下实施脱泡或者将作为水不溶成分的细小垃圾除去而进行过滤。另外,也可以在上述胶原水溶液中,进一步根据需要,例如出于机械强度的提高、耐水·耐热性的提高、光泽性的改良、纺丝性的改良、着色的防止、防腐等的目的,配合适量的稳定剂、水溶性高分子化合物等的添加剂。

[0032] 通过将上述胶原水溶液例如通过纺丝喷嘴或狭缝排出,浸渍在无机盐水溶液中,从而形成再生胶原纤维。作为无机盐水溶液,可以使用例如硫酸钠、氯化钠、硫酸铵等的水溶性无机盐的水溶液。通常这些无机盐水溶液中的无机盐的浓度调整为10~40质量%。无机盐水溶液的pH优选为2以上、更优选为4以上,另外,优选为13以下、更优选为12以下。该pH的调节例如能够使用硼酸钠、乙酸钠等的金属盐、盐酸、硼酸、乙酸、氢氧化钠等。如果无机盐水溶液的pH在上述范围,则胶原的肽键不易受到水解,容易得到目标纤维。另外,无机盐水溶液的温度没有特别限定,但从可溶性胶原也没有变性、纺丝得到的纤维的强度不降低、容易制造稳定的丝的观点出发,通常优选为35°C以下。另外,无机盐水溶液的温度没有特别限定,但通常可以根据无机盐的溶解度适当调整。

[0033] 也可以将上述再生胶原纤维浸渍在环氧化合物或其溶液中,对再生胶原纤维进行前处理(交联处理)。环氧化合物的量相对于通过氨基酸分析法测定得到的再生胶原纤维中的能够与环氧化合物反应的氨基的量,优选为0.1当量以上、更优选为0.5当量以上、进一步优选为1当量以上,另外,优选为500当量以下、更优选为100当量以下、进一步优选为50当量以下。通过环氧化合物的量在上述范围,能够对再生胶原纤维赋予充分的对水的不溶化效果,而且在工业操作性和环境方面也优选。

[0034] 环氧化合物可以直接使用或者溶解于各种溶剂中使用。作为溶剂,可以列举例如,水;甲醇、乙醇、异丙醇等的醇类;四氢呋喃、二噁烷等的醚类;二氯甲烷、氯仿、四氯化碳等的卤素类有机溶剂;二甲基甲酰胺(DMF)、二甲基亚砷(DMSO)等的中性有机溶剂等。这些溶剂可以单独使用,也可以混合两种以上使用。在使用水作为溶剂的情况下,可以根据需要使用硫酸钠、氯化钠、硫酸铵等的无机盐的水溶液。通常,无机盐的水溶液中的无机盐的浓度调整为10~40质量%。另外,可以通过例如硼酸钠、乙酸钠等的金属盐、或盐酸、硼酸、乙酸、氢氧化钠等对水溶液的pH进行调节。该情况下,水溶液的pH从环氧化合物的环氧基与胶原的氨基的反应不会变慢、对水的不溶化充分的观点出发,优选为6以上、更优选为8以上。另外,由于无机盐的水溶液的pH存在随着时间而逐渐降低的趋势,所以根据需要也可以使用缓冲剂。

[0035] 利用上述环氧化合物的再生胶原纤维的处理温度从再生胶原纤维不变性、所得到的纤维的强度不降低、稳定的丝的制造变得容易的观点出发,优选为50°C以下。

[0036] 再生胶原纤维也可以接着进行水洗、注油、干燥。水洗例如能够通过流水水洗10分钟~4小时来进行。作为注油中使用的油剂,可以使用例如由氨基改性硅酮、环氧改性硅酮、

聚醚改性硅酮等的乳液和普朗尼克(Pluronic)型聚醚类抗静电剂构成的油剂等。干燥温度优选为100°C以下,更优选为75°C以下。

[0037] 作为要处理的再生胶原纤维,从提高耐水性的观点出发,优选含有多价金属或其盐或其配合物。作为多价金属,可以列举钙、镁、锶、钡、锌、铬、铝、钛、锆、锡、铅、铋、铁、铜等,从提高耐水性、和降低纤维的着色、降低对环境的影响、提高经济性的观点出发,优选使用铝、锆、钛,更优选使用铝。再生胶原纤维中的多价金属或其盐或其配合物的含量从提高耐水性的观点出发,以金属元素量计,优选为1.0质量%以上、更优选为2.0质量%以上、进一步优选为3.0质量%以上、进一步更优选为5.0质量%以上,另外,从提高纤维表面的触感的观点出发,优选为40质量%以下、更优选为30质量%以下、进一步优选为20质量%以下、进一步更优选为10质量%以下。

[0038] 即,要处理的再生胶原纤维中的多价金属或其盐或其配合物的含量从上述观点出发,以金属元素量计,优选为1.0~40质量%、更优选为2.0~30质量%、进一步优选为3.0~20质量%、进一步更优选为5.0~10质量%。

[0039] (纤维处理方法)

[0040] (基本的处理)

[0041] 本发明的纤维处理方法包括下述工序(i),由此,能够制造作为再生胶原纤维的问题的耐水性、耐热性提高,被赋予热形状记忆能力,并且伸缩性(韧性)、表面的触感提高,而且没有着色的改性再生胶原纤维。

[0042] 工序(i):在含有以下的成分(A)的纤维处理剂中浸渍再生胶原纤维的工序,

[0043] (A) 苯甲酸或其盐。

[0044] 工序(i)中使用的纤维处理剂中的成分(A)的含量根据纤维处理剂的pH范围而不同,但优选以下所示的范围。

[0045] 在纤维处理剂的pH为2.0以上且低于6.5的情况下,从通过处理后的改性再生胶原纤维赋予高的形状持续性、耐水性、伸缩性(韧性、即纤维拉伸时的高的断裂伸长率)和耐热性的观点出发,纤维处理剂中的成分(A)的含量以苯甲酸计,优选为0.8质量%以上、更优选为3.0质量%以上、进一步优选为5.0质量%以上、进一步更优选为10质量%以上、进一步更优选为15质量%以上、进一步更优选为20质量%以上,另外,从提高纤维表面的触感的观点出发,优选为90质量%以下、更优选为80质量%以下、进一步优选为70质量%以下、进一步更优选为50质量%以下、进一步更优选为40质量%以下、进一步更优选为35质量%以下。

[0046] 即,在纤维处理剂的pH为2.0以上且低于6.5的情况下,纤维处理剂中的成分(A)的含量从上述观点出发,以苯甲酸计,优选为0.8~90质量%、更优选为3.0~80质量%、进一步优选为5.0~70质量%、进一步更优选为10~50质量%、进一步更优选为15~40质量%、进一步更优选为20~35质量%。

[0047] 另外,在纤维处理剂的pH为6.5以上11.0以下的情况下,从通过处理后的改性再生胶原纤维赋予高的形状持续性、和耐水性、伸缩性(韧性、即纤维拉伸时的高的断裂伸长率)和耐热性的观点出发,纤维处理剂中的成分(A)的含量以苯甲酸计,优选为0.8质量%以上、更优选为3.0质量%以上、进一步优选为5.0质量%以上、进一步更优选为10质量%以上、进一步更优选为15质量%以上、进一步更优选为20质量%以上、进一步更优选为25质量%以上、进一步更优选为26质量%以上、进一步更优选为28质量%以上、进一步更优选为30质

量%以上,另外,从提高纤维表面的触感的观点出发,优选为90质量%以下、更优选为80质量%以下、进一步优选为70质量%以下、进一步更优选为50质量%以下、进一步更优选为45质量%以下、进一步更优选为40质量%以下。

[0048] 即,在纤维处理剂的pH为6.5以上且11.0以下的情况下,纤维处理剂中的成分(A)的含量从上述观点出发,以苯甲酸计,优选为0.8~90质量%、更优选为3.0~80质量%、进一步优选为5.0~70质量%、进一步更优选为10~70质量%、进一步更优选为15~50质量%、进一步更优选为20~50质量%、进一步更优选为25~45质量%、进一步更优选为26~45质量%、进一步更优选为28~40质量%、进一步更优选为30~40质量%。

[0049] 工序(i)中使用的纤维处理剂以水为介质。纤维处理剂中的水的含量优选为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、进一步更优选为40质量%以上,另外,优选为95质量%以下、更优选为90质量%以下、进一步优选为85质量%以下。

[0050] 即,纤维处理剂中的水的含量优选为10~95质量%、更优选为20~90质量%、进一步优选为30~85质量%、进一步更优选为40~85质量%。

[0051] 工序(i)中使用的纤维处理剂的pH从再生胶原纤维的损伤抑制和耐久性提高的观点出发,优选为2.0以上、更优选为3.0以上、进一步优选为3.5以上、进一步更优选为4.0以上,另外,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。此外,本发明中的pH为25°C时的值。

[0052] 即,纤维处理剂的pH从再生胶原纤维的损伤抑制和耐久性提高的观点出发,优选为2.0~11.0、更优选为3.0~10.0、进一步优选为3.5~9.0、进一步更优选为4.0~9.0。

[0053] 在工序(i)中,供于纤维处理的再生胶原纤维可以进行干燥,也可以润湿。例如,可以在再生胶原纤维制造时的干燥前的状态下进行直接处理。浸渍再生胶原纤维的纤维处理剂的量以相对于再生胶原纤维的质量的浴比(纤维处理剂的质量/再生胶原纤维的质量)计,优选为2.0以上、更优选为3.0以上、进一步优选为5.0以上、进一步更优选为10以上、进一步更优选为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。

[0054] 即,上述浴比优选为2.0~500、更优选为3.0~250、进一步优选为5.0~100、进一步更优选为10~100、进一步更优选为20~100。

[0055] 另外,在工序(i)中,可以预先将再生胶原纤维用卷发器等固定,接着在加热下,供于本发明的纤维处理。通过这样操作,能够对再生胶原纤维,赋予热形状记忆能力和高的耐久性,同时赋予所希望的形状。

[0056] 工序(i)中的纤维处理剂中的再生胶原纤维的浸渍优选在加热下进行,该加热通过对纤维处理剂进行加温来进行。此外,该加热可以通过在加热状态的纤维处理剂中浸渍再生胶原纤维来进行,但也可以通过在低温的纤维处理剂中浸渍再生胶原纤维后加热来进行。对于纤维处理剂的温度,通过增大成分(A)与再生胶原纤维内的纤维构成分子、例如蛋白质分子的相互作用来得到本发明的效果,因此,优选为20°C以上、更优选为35°C以上、进一步优选为45°C以上,另外,为了防止再生胶原纤维由于热而发生变性并劣化,优选低于100°C、更优选为80°C以下、进一步优选为70°C以下、进一步优选为60°C以下。

[0057] 工序(i)中的浸渍时间根据加热温度适当调整,例如,从表现出对再生胶原纤维的伸缩性提高效果的观点出发,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,另外,为了抑制再生胶原纤维的损伤,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。

[0058] 工序(i)优选在抑制水分的蒸发的环境下进行。作为抑制水分的蒸发的具体的手段,可以列举将浸渍有再生胶原纤维的纤维处理剂的容器用由不透过水蒸气的材料构成的膜状物质、帽、盖等覆盖的方法。

[0059] 在工序(i)之后,也可以对再生胶原纤维进行冲洗,另外,也可以不冲洗,但从防止剩余的成分(A)造成的再生胶原纤维表面的触感降低的观点出发,优选进行冲洗。

[0060] 通过工序(i)的处理,被认为成分(A)浸透到再生胶原纤维内,与纤维内的金属、例如多价金属强力配位,由此产生各种效果。即,通过包括工序(i)的再生胶原纤维处理方法,能够制造在纤维内含有成分(A)的改性再生胶原纤维,所得到的改性再生胶原纤维能够通过热定型赋予形状,成为耐水性、耐热性、拉伸弹性模量优异、再生胶原纤维的伸缩性(韧性)被高度改善的纤维。

[0061] (改性再生胶原纤维)

[0062] 以下,对通过上述方法得到的本发明的改性再生胶原纤维进行说明。

[0063] (成分(A):苯甲酸或其盐)

[0064] 本发明的改性再生胶原纤维含有成分(A)的苯甲酸或其盐。作为成分(A)为盐时的例子,可以列举钠盐、钾盐等的碱金属盐。

[0065] 本发明的改性再生胶原纤维中的成分(A)的含量从制成具有更高的形状持续性、耐水性和耐热性的改性再生胶原纤维的观点出发,以苯甲酸计,为1.0质量%以上,优选为5.0质量%以上、更优选为10质量%以上、进一步优选为12质量%以上、进一步更优选为15质量%以上,另外,从提高纤维表面的触感的观点出发,优选为50质量%以下、更优选为40质量%以下、进一步优选为30质量%以下。

[0066] 即,本发明的改性再生胶原纤维中的成分(A)的含量从上述观点出发,以苯甲酸计,优选为1.0~50质量%、更优选为5.0~40质量%、进一步优选为10~40质量%、进一步更优选为12~40质量%、进一步更优选为15~30质量%。

[0067] (成分(B):多价金属或其盐或其配合物)

[0068] 本发明的改性再生胶原纤维从提高耐水性的观点出发,优选还含有(B)多价金属或其盐或其配合物。作为多价金属,可以列举:钙、镁、锶、钡、锌、铬、铝、钛、锆、锡、铅、铋、铁、铜等,从提高耐水性、和降低纤维的着色、降低对环境的影响、提高经济性的观点出发,优选使用铝、锆、钛,更优选使用铝。这些均可以单独使用,或将2种以上组合使用。

[0069] 本发明的改性再生胶原纤维中的成分(B)的含量从提高耐水性的观点出发,以金属元素量计,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1.0质量%以上、进一步更优选为2.0质量%以上、进一步更优选为5.0质量%以上,另外,从提高纤维表面的触感的观点出发,优选为40质量%以下、更优选为30质量%以下、进一步优选为20质量%以下、进一步更优选为10质量%以下、进一步更优选为7.0质量%以下。

[0070] 即,本发明的改性再生胶原纤维中的成分(B)的含量从上述观点出发,以金属元素量计,优选为0.1~40质量%、更优选为0.5~30质量%、进一步优选为1.0~20质量%、进一步更优选为2.0~10质量%、进一步更优选为5.0~7.0质量%。

[0071] 本发明的改性再生胶原纤维中的成分(A)的以苯甲酸计的含量(成分(A)<sub>苯甲酸量</sub>)相对于成分(B)的以金属元素计的含量(成分(B)<sub>金属元素量</sub>)的质量比(成分(A)<sub>苯甲酸量</sub>)/(成分

(B)<sub>金属元素量</sub>)从制成具有更高的形状持续性、耐水性和耐热性的纤维的观点出发,优选为0.025以上、更优选为0.2以上、进一步优选为0.5以上、进一步更优选为1.0以上、进一步更优选为2.0以上、进一步更优选为2.5以上,另外,从制成具有高耐久性的纤维观点和提高纤维表面的触感的观点出发,优选为100以下、更优选为50以下、进一步优选为20以下、进一步更优选为10以下、进一步更优选为8以下、进一步更优选为6以下、进一步更优选为4以下。

[0072] 即,本发明的改性再生胶原纤维中的质量比(成分(A)<sub>苯甲酸量</sub>)/(成分(B)<sub>金属元素量</sub>)从上述观点出发,优选为0.025~100、更优选为0.2~50、进一步优选为0.5~20、进一步更优选为1.0~10、进一步更优选为2.0~8、进一步更优选为2.5~6、进一步更优选为2.5~4。

[0073] 本发明的改性再生胶原纤维是能够通过热定型来赋予形状,耐水性、耐热性、拉伸弹性模量优异、高度改善了再生胶原纤维的伸缩性(韧性)的纤维。因此,本发明的改性再生胶原纤维能够适合作为头饰制品用纤维利用,另外,使用该纤维能够制造各种头饰制品。

[0074] 此外,作为本发明中优选的头饰制品,可以列举例如假发套、假发片、挑染发、接发、假发辫、发饰和玩偶头发等。

[0075] 本发明的改性再生胶原纤维可以单独作为头饰制品使用,也可以与其他纤维混合制成头饰制品。作为其他纤维,只要是能够在头饰制品中使用的纤维,就没有特别限定。作为其他纤维,可以列举例如聚酯类纤维、人发、兽毛、聚氯乙烯类纤维、改性聚丙烯腈纤维(modacrylic fiber)、聚酰胺类纤维、聚烯烃类纤维等,其中,从耐热性、阻燃性和卷曲保持性优异的观点出发,优选聚酯类纤维,更优选阻燃性聚酯类纤维。

[0076] 上述阻燃性聚酯类纤维没有特别限定,从阻燃性的观点出发,优选相对于选自聚对苯二甲酸亚烷基酯、和以聚对苯二甲酸亚烷基酯为主体的共聚聚酯中的一种以上的聚酯树脂100质量份,包含5~40质量份的溴化环氧类阻燃剂。在本发明中,“为主体”是指含有50摩尔%以上,“以聚对苯二甲酸亚烷基酯为主体的共聚聚酯”是指含有50摩尔%以上的聚对苯二甲酸亚烷基酯的共聚聚酯。优选“以聚对苯二甲酸亚烷基酯为主体的共聚聚酯”含有60摩尔%以上、更优选为70摩尔%以上、进一步优选为80摩尔%以上的聚对苯二甲酸亚烷基酯。上述阻燃性聚酯类纤维优选相对于聚酯树脂100质量份还含有0~5质量份的锑化合物。通过含有锑化合物,聚酯类纤维的阻燃性提高。

[0077] 关于以上所述的实施方式,以下进一步公开本发明的优选方式。

[0078] <1>

[0079] 一种改性再生胶原纤维,其中,在再生胶原纤维中以苯甲酸计含有1.0质量%以上的以下的成分(A):

[0080] (A) 苯甲酸或其盐。

[0081] <2>

[0082] 如<1>所述的改性再生胶原纤维,其中,成分(A)的含量以苯甲酸计,优选为5.0质量%以上、更优选为10质量%以上、进一步优选为12质量%以上、进一步更优选为15质量%以上,另外,优选为50质量%以下、更优选为40质量%以下、进一步优选为30质量%以下。

[0083] <3>

[0084] 如<1>或<2>所述的改性再生胶原纤维,其中,优选还含有以下的成分(B):

[0085] (B) 多价金属或其盐或其配合物。

[0086] <4>

[0087] 如<3>所述的改性再生胶原纤维,其中,成分(B)优选为选自钙、镁、锶、钡、锌、铬、铝、钛、锆、锡、铅、铋、铁和铜中的1种以上的多价金属或其盐或其配合物,更优选为选自铝、锆和钛中的1种以上的多价金属或其盐或其配合物,进一步优选为铝或其盐或其配合物。

[0088] <5>

[0089] 如<3>或<4>所述的改性再生胶原纤维,其中,成分(B)的含量以金属元素量计,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1.0质量%以上、进一步更优选为2.0质量%以上、进一步更优选为5.0质量%以上,另外,优选为40质量%以下、更优选为30质量%以下、进一步优选为20质量%以下、进一步更优选为10质量%以下、进一步更优选为7.0质量%以下。

[0090] <6>

[0091] 如<1>~<5>中任一项所述的改性再生胶原纤维,其中,成分(A)的以苯甲酸计的含相对于成分(B)的以金属元素计的含量的质量比(成分(A)<sub>苯甲酸量</sub>)/(成分(B)<sub>金属元素量</sub>)优选为0.025以上、更优选为0.2以上、进一步优选为0.5以上、进一步更优选为1.0以上、进一步更优选为2.0以上、进一步更优选为2.5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、进一步更优选为10以下、进一步更优选为8以下、进一步更优选为6以下、进一步更优选为4以下。

[0092] <7>

[0093] 一种再生胶原纤维处理方法,其包括:下述工序(i),

[0094] 工序(i):在含有以下的成分(A)的纤维处理剂中浸渍再生胶原纤维的工序,

[0095] (A) 苯甲酸或其盐。

[0096] <8>

[0097] 如<7>所述的再生胶原纤维处理方法,其中,在工序(i)之前,包括:对以家畜动物的二层皮为原料的不溶性胶原纤维进行可溶化处理,将得到的可溶化胶原水溶液通过纺丝喷嘴或狭缝喷出,在无机盐水溶液中浸渍的再生胶原纤维制造工序。

[0098] <9>

[0099] 如<8>所述的再生胶原纤维处理方法,其中,优选在所述再生胶原纤维制造工序之后,包括将再生胶原纤维在环氧化合物或其溶液中浸渍的交联处理工序。

[0100] <10>

[0101] 如<7>~<9>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,所述再生胶原纤维含有以下的成分(B):

[0102] (B) 多价金属或其盐或其配合物。

[0103] <11>

[0104] 如<10>所述的再生胶原纤维处理方法,其中,成分(B)优选为选自钙、镁、锶、钡、锌、铬、铝、钛、锆、锡、铅、铋、铁和铜中的1种以上的多价金属或其盐或其配合物,更优选为选自铝、锆和钛中的1种以上的多价金属或其盐或其配合物,进一步优选为铝或其盐或其配合物。

[0105] <12>

[0106] 如<7> ~ <11>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,工序(i)中使用的纤维处理剂在25℃下的pH优选为2.0以上、更优选为3.0以上、进一步优选为3.5以上、进一步更优选为4.0以上,另外,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。

[0107] <13>

[0108] 如<7> ~ <12>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,工序(i)中使用的纤维处理剂的pH为2.0以上且低于6.5,纤维处理剂中的成分(A)的含量以苯甲酸计,优选为0.8质量%以上、更优选为3.0质量%以上、进一步优选为5.0质量%以上、进一步更优选为10质量%以上、进一步更优选为15质量%以上、进一步更优选为20质量%以上,另外,优选为90质量%以下、更优选为80质量%以下、进一步优选为70质量%以下、进一步更优选为50质量%以下、进一步更优选为40质量%以下、进一步更优选为35质量%以下。

[0109] <14>

[0110] 如<7> ~ <12>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,工序(i)中使用的纤维处理剂的pH为6.5以上11.0以下,纤维处理剂中的成分(A)的含量以苯甲酸计,优选为0.8质量%以上、更优选为3.0质量%以上、进一步优选为5.0质量%以上、进一步更优选为10质量%以上、进一步更优选为15质量%以上、进一步更优选为20质量%以上、进一步更优选为25质量%以上、进一步更优选为26质量%以上、进一步更优选为28质量%以上、进一步更优选为30质量%以上,另外,优选为90质量%以下、更优选为80质量%以下、进一步优选为70质量%以下、进一步更优选为50质量%以下、进一步更优选为45质量%以下、进一步更优选为40质量%以下。

[0111] <15>

[0112] 如<7> ~ <14>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,工序(i)中使用的纤维处理剂以水为介质,纤维处理剂中的水的含量优选为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、进一步更优选为40质量%以上,另外,优选为95质量%以下、更优选为90质量%以下、进一步优选为85质量%以下。

[0113] <16>

[0114] 如<7> ~ <15>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,工序(i)中浸渍再生胶原纤维的纤维处理剂的量以相对于再生胶原纤维的质量的浴比(纤维处理剂的质量/再生胶原纤维的质量)计,优选为2以上、更优选为3以上、进一步优选为5以上、进一步更优选为10以上、进一步更优选为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。

[0115] <17>

[0116] 如<7> ~ <16>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,工序(i)中的浸渍再生胶原纤维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,另外,优选低于100℃、更优选为80℃以下、进一步优选为70℃以下、进一步优选为60℃以下。

[0117] <18>

[0118] 如<7> ~ <17>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,工序(i)中的浸渍时间优选为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,另外,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。

[0119] <19>

[0120] 如<7> ~ <18>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,其中,优选工序(i)在抑制水分的蒸发的环境下进行。

[0121] <20>

[0122] 一种改性再生胶原纤维的制造方法,其包括:通过<7> ~ <19>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,对再生胶原纤维进行处理的序。

[0123] <21>

[0124] 一种头饰制品的制造方法,其包括:通过<7> ~ <19>中任一项所述的再生胶原纤维处理方法,对再生胶原纤维进行处理的工序。

[0125] <22>

[0126] 一种头饰制品,其包括<1> ~ <6>中任一项所述的改性再生胶原纤维作为构成要素。

[0127] <23>

[0128] 如<22>所述的头饰制品,其中,所述头饰制品选自假发套、假发片、挑染发、接发、假发辫、发饰和玩偶头发。

[0129] 实施例

[0130] 实施例1 ~ 11、比较例1 ~ 3

[0131] 使用表1所示的配方的组合物,按照下述方法处理再生胶原纤维,并进行各种评价。另外,对于制备的组合物,在室温(25°C)下直接用pH计(HORIBA公司制、F-52)测定各组合物的pH。

[0132] <处理方法>

[0133] 1.将再生胶原纤维(※)0.50g的长度22cm的发束,浸渍到盛有成为表中所示的浴比的量的纤维处理剂的容器中,将容器口密闭,连同容器浸渍到表中所示的温度的水浴(制造商:株式会社东洋制作所/型号:TBS221FA)中,加热表中所示的时间。

[0134] ※:KANEKA公司制再生胶原纤维以市售接发制品的形态购入,从其中剪下纤维,分成小的发束用于评价。在本次的评价中,使用了接发制品中作为纤维种类有使用Ultima100%的标记、色号为30的白色、形状为直发的制品。

[0135] 2.将装有发束的容器从水浴中取出,恢复至室温。

[0136] 3.将发束从容器中取出,用自来水的30°C流水冲洗30秒,用评价用洗发剂起泡60秒,用自来水的30°C流水冲洗30秒,用毛巾轻轻擦去水分后,将发束用暖风吹风机(TESCOM公司制、Nobby White NB3000)一边梳理一边吹干。

[0137] <评价用洗发剂的配方>

成分	(质量%)
月桂醇聚醚硫酸钠	15.5
月桂酰胺 DEA	1.5
[0138] EDTA-2Na	0.3
磷酸	调节至 pH7 的量
离子交换水	余量
合计	100

[0139] <纤维拉伸时的平均断裂伸长率的增加>

[0140] 作为纤维拉伸时的耐水性和伸缩性(韧性)的指标,使用了平均断裂伸长率、即对于通过拉伸使纤维延伸时相对于原纤维长度延伸了多少%时发生断裂,用多根(10根)纤维评价时的平均值。评价使用刚由上述<处理方法>处理后的发束,按照以下的步骤进行。

[0141] 1.从发束的根部,剪下10根纤维。从各个纤维的根部与发梢的中间附近采取3cm的纤维片,合计得到10个3cm的头发片。

[0142] 2.将纤维片设置于DIA-STRON limited公司制“MTT690纤维自动拉伸试验机”。以浸渍在水中的状态放置30分钟后开始自动测定,求出纤维浸渍在水中的状态下的平均断裂伸长率。数值越高,则表示伸缩性越高,韧性越优异,耐久性也越优异。

[0143] 按照下式,以直接从市售品剪下的状态(未处理;比较例1)下的纤维拉伸时的平均断裂伸长率(A%)为基准,将处理后的发束的平均断裂伸长率(B%)从未处理的状态增加了何种程度(C%),在表中记作“纤维拉伸时的平均断裂伸长率的增加率[%]”。

[0144]  $C(\%) = B(\%) - A(\%)$

[0145] <纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加>

[0146] 作为纤维拉伸时的耐水性的指标,使用纤维拉伸时的平均断裂负荷。评价使用刚通过上述<处理方法>处理后的发束进行。另外,作为数值,使用用多根(10根)纤维评价时的平均值。评价按照以下的步骤进行。

[0147] 1.从发束的根部,剪下10根纤维。从各个纤维的根部与发梢的中间附近采取3cm的纤维片,合计得到10个3cm的头发片。

[0148] 2.将纤维片设置于DIA-STRON limited公司制“MTT690纤维自动拉伸试验机”。在浸渍于水中的状态下放置30分钟后开始自动测定,求出纤维浸渍在水中的状态下拉伸时的断裂负荷。数值越高,则表示越具有弹韧性且越能够抵抗对外力的拉伸,耐久性也越优异。

[0149] 按照下式,以直接从市售品剪下的状态(未处理;比较例1)下的纤维拉伸时的平均断裂负荷( $W_0$ (gf))为基准,将处理后的发束的平均断裂负荷( $W_1$ (gf))从未处理的状态增加了何种程度(Y(gf)),在表中记作“纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加量[gf]”。

[0150]  $Y(\text{gf}) = W_1(\text{gf}) - W_0(\text{gf})$

[0151] <高温烫发器定型时的收缩率>

[0152] 作为耐热性的指标,使用高温烫发器定型时的收缩率。评价使用刚通过上述<处理方法>处理后的发束来进行。另外,作为数值,使用用多根(5根)纤维评价时的平均值。评价按照以下的步骤进行。

[0153] 1.从刚通过上述<处理方法>处理后的发束的根部,剪下5根纤维,标注印记。测定这些处理后5根纤维的长度,记录平均值(作为长度 $L_1$ )。接着,将这些标注了印记的处理后5根纤维,以夹在另外准备的未处理的再生胶原纤维0.5g的发束2根(计1g)中的方式一起捆扎,制成新的发束(以下称为大发束),将大发束整体用设定为180°C的直发器(三木电器产业株式会社制/型号:AHI-938)以5cm/秒的速度熨烫3次。

[0154] 2.烫发操作后,从大发束中将标注了印记的处理后5根纤维取出,重新测定这些标注了印记的处理后纤维各5根的长度,记录平均值(作为长度 $L_2$ )。

[0155] 3.将高温烫发器定型时的收缩率定义为 $S_{dry} = \{1 - (L_2/L_1)\} \times 100[\%]$ 。 $S_{dry}$ 越接近0%,则表示越不易发生因干热引起的收缩,耐热性越优异。

[0156] <热水加热时的收缩率>

[0157] 作为耐水性、耐热性的指标,使用热水加热时的收缩率。评价使用刚由上述<处理方法>处理后的发束来进行。另外,作为数值,使用用多根(5根)的纤维评价时的平均值。评价按照以下的步骤进行。

[0158] 1.从发束的根部,剪下5根纤维,记录各纤维的长度的平均值(作为长度 $L_1$ ),并且浸渍到90°C的水浴(制造商:株式会社东洋制作所/型号:TBS221FA)中加热1分钟。

[0159] 2.在加热操作后,取出5根纤维,用毛巾轻轻擦去水分,在常温常湿下干燥30分钟后,重新记录各纤维的长度的平均值(作为长度 $L_2$ )。

[0160] 3.将热水加热时的收缩率定义为 $S_{wet} = \{1 - (L_2/L_1)\} \times 100[\%]$ 。 $S_{wet}$ 越接近0%,则表示越不易发生因湿热引起的收缩,耐热性越优异。

[0161] <热形状记忆能力>

[0162] 热形状记忆能力的评价使用刚通过上述<处理方法>处理后的发束进行。另外,“I:形状赋予(卷发)”的结果的值为5%以下的情况下,设为无效,不进行以后的处理、评价。

[0163] • I:形状赋予(卷发)

[0164] 1.将再生胶原纤维0.5g的长度22cm的发束用30°C的自来水润湿30秒钟后,将润湿的发束缠绕到直径14mm的塑料制棒上,并用夹子固定。

[0165] 2.连同缠绕到棒上的发束一起浸渍到60°C的水浴(制造商:株式会社东洋制作所/型号:TBS221FA)中加热1分钟。

[0166] 3.将发束从水浴中取出,在25°C的水中浸渍1分钟,从水中取出,恢复至室温。

[0167] 4.将发束从棒取下,梳子梳三次后,在从水中取出3分钟后,以吊着的状态从正侧面拍摄照片。

[0168] (评价基准)

[0169] 将未处理的发束长度设为 $L_0$ (22cm),将处理后的发束长度设为 $L$ ,将按照下式求出的卷曲增加率=发束长度减少率(I)(%)定义为卷发的卷曲强度。

[0170]  $I = [(L_0 - L) / L_0] \times 100$

[0171] • II:形状再次赋予(直发)

[0172] 1.对于I中评价后的发束,用梳子梳通后,用设定为180°C的直发器(三木电器产业株式会社制/型号:AHI-938)以5cm/秒的速度滑动熨6次。

[0173] 2.用自来水的30°C流水冲洗30秒,用评价用洗发剂起泡60秒后,用自来水的30°C流水冲洗30秒,用毛巾擦干。

[0174] 3.吊起来,在20°C65%RH下自然干燥12小时,用梳子梳理后,以吊着的状态从正侧面目测观察。

[0175] (评价基准)

[0176] 将未处理的发束长度设为 $L_0$  (22cm),将处理后的发束长度设为 $L$ ,将按照下式求出的直发率(ST) (%)定义为直发的实现程度。 $ST=100\%$ 时,发束完全被直发化。

[0177]  $ST = [1 - (L_0 - L) / L_0] \times 100$

[0178] • III:形状再再次赋予(卷发)

[0179] 1.将II中评价后的发束用30°C的自来水润湿30秒钟后,将润湿的发束缠绕到直径14mm的塑料制棒上,用夹子固定。

[0180] 2.连同缠绕到棒上的发束一起浸渍到60°C的水浴(制造商:株式会社东洋制作所/型号:TBS221FA)中加热1分钟。

[0181] 3.将发束从水浴中取出,在25°C的水中浸渍1分钟,从水中取出,恢复到室温。

[0182] 4.将发束从棒取下,使梳子梳通3次后,从水中取出3分钟后,以吊着的状态从正侧面拍摄照片。

[0183] (评价基准)

[0184] 将未处理的发束长度设为 $L_0$  (22cm),将处理后的发束长度设为 $L$ ,将按照下式求出的卷曲增加率=发束长度减少率(I) (%)定义为卷发的卷曲强度。

[0185]  $I = [(L_0 - L) / L_0] \times 100$

[0186] <表面触感的优良性>

[0187] 关于表面触感的评价,使用刚用<处理方法>处理后的发束,对于用手触摸时的触感的光滑度,由5名专业评价人员按照下述基准进行评价,将5人的合计值作为评价结果。

[0188] (评价基准)

[0189] 5:与未处理纤维(比较例1)相比,是非常光滑的手感

[0190] 4:与未处理纤维(比较例1)相比,是光滑的手感

[0191] 3:与未处理纤维(比较例1)相比,是稍微光滑的手感

[0192] 2:与未处理纤维(比较例1)的手感相同

[0193] 1:比未处理纤维(比较例1)更粗涩·毛糙,手感差

[0194] <对纤维的着色抑制>

[0195] 1.关于发束的正面、背面各自,用测色器(柯尼卡美能达公司制测色计CR-400)对根部附近、中间附近、发梢附近进行测色,将合计6点的平均值作为测色值(L,a,b)。

[0196] 2.着色的程度以未处理的色号30白色的发束(※)(比较例1)为基准用 $\Delta E^*ab$ 进行评价。另外,在进行了处理的当天进行测色。

[0197] (※)未处理的色号30白色的发束

[0198] 以市售接发制品的形式购入KANEKA公司制再生胶原纤维,从其中剪下纤维,分成小发束,用于评价。在本次评价中,接发制品使用作为纤维种类有使用Ultima100%的标记、色号为30的白色、形状为直发的制品。

[0199] 此外,这些KANEKA公司制再生胶原纤维含有铝,通过上述的分析法得到的铝含量均为6.8质量%。

[0200]  $\Delta E^*ab$ 在将未处理的色号30白色的发束的测定值设为( $L_0, a_0, b_0$ )、处理发束的测

定值设为  $(L_1, a_1, b_1)$  时, 用  $((L_1 - L_0)^2 + (a_1 - a_0)^2 + (b_1 - b_0)^2)^{1/2}$  定义, 用以下的基准判定着色抑制效果。

[0201] 5:  $\Delta E^*ab \leq 5.0$

[0202] 4:  $5.0 < \Delta E^*ab \leq 10.0$

[0203] 3:  $10.0 < \Delta E^*ab \leq 15.0$

[0204] 2:  $15.0 < \Delta E^*ab \leq 20.0$

[0205] 1:  $20.0 < \Delta E^*ab$

[0206] < 苯甲酸的定量 >

[0207] 通过以下的方法对处理后的再生胶原纤维中所含有的苯甲酸量进行定量, 在表中表示为“成分(A)<sub>苯甲酸量</sub>”(关于比较例2和3未进行测定)。

[0208] • 试剂

[0209] 6N盐酸: 容量分析用滴定液、关东化学株式会社制

[0210] 乙酸钠: 特级、富士胶片和光纯药株式会社制

[0211] 乙酸: 特级、富士胶片和光纯药株式会社制

[0212] 乙腈: LC/MS用、关东化学株式会社制

[0213] 苯甲酸钠: 特级、富士胶片和光纯药株式会社制

[0214] 超纯水: 超纯水制造装置Milli Q制造水、Millipore公司制

[0215] • 定量法

[0216] 将试样裁碎, 精密称量约10mg, 添加6N盐酸3mL, 在50°C下加热15小时使其溶解。放冷后, 进行过滤, 将过滤物作为试样溶液。另外将苯甲酸钠溶解于流动相, 制备成以苯甲酸计成为0.1 ~ 100 $\mu$ g/mL的浓度的溶液, 将其作为用于制作标准曲线的标准溶液。通过液相色谱对试样溶液和标准溶液进行试验, 测定试样溶液的峰面积以及标准溶液的峰面积。

[0217] • 测定条件

[0218] 检测器: 紫外可见光光度计

[0219] 测定波长: 230nm

[0220] 色谱柱: 在内径21mm、长度150mm的不锈钢管中填充5 $\mu$ m的液相色谱用十八烷基甲基硅烷化硅胶。

[0221] 柱温: 40°C附近的一定温度

[0222] 流动相: 在乙酸钠约0.68g和乙酸0.91g加入超纯水750mL溶解后, 加入乙腈250mL, 进行混合。

[0223] • HPLC/UV条件

[0224] 装置: UltiMate3000系统(Thermo Fisher Scientific Inc.制)

[0225] 色谱柱: L柱20DS5 $\mu$ m 2.1 $\times$ 150mm(化学物质评价研究机构)

[0226] 柱温: 40°C

[0227] 流动相: 20mM乙酸铵25%乙腈缓冲液

[0228] 分析时间: 10分钟

[0229] 检测器: DAD(二极管阵列检测器)

[0230] 检测波长: 230nm

[0231] 流速: 0.3mL/min(等度洗脱)

- [0232] 注入量:10 $\mu$ L
- [0233] <铝定量法>
- [0234] 通过以下的方法对处理后的再生胶原纤维中所含有的铝量进行定量,在表中表示为“成分(B)<sub>Al量</sub>”(关于比较例2和3,未进行测定)。
- [0235] • 试剂
- [0236] 硫酸:精密分析用、富士胶片和光纯药株式会社制
- [0237] 盐酸:金属分析用、关东化学公司制
- [0238] 碳酸钠:特级、富士胶片和光纯药株式会社制
- [0239] 硼酸:特级、富士胶片和光纯药株式会社制
- [0240] 铝标准液:原子吸光分析用1000mg/L、关东化学公司制
- [0241] 超纯水:超纯水制造装置Milli Q制造水、Millipore公司制
- [0242] • 试样前处理方法
- [0243] 在铂坩埚中精确称量试样0.1g,加热到没有白烟冒出后,添加硫酸数滴,再次加热到没有白烟冒出,用550 $^{\circ}$ C电炉进行充分灰化处理。然后,添加碱熔剂(碳酸钠:硼酸=1:0.4)1g,用950 $^{\circ}$ C的电炉熔融。盖上表面皿,添加超纯水和盐酸(6mol/L)5mL,用70~80 $^{\circ}$ C的加热板加热溶解,冷却后,用超纯水定容为50mL,将得到的液体作为测定溶液。
- [0244] • 标准曲线溶液制备
- [0245] 使用铝标准液(1000mg/L),制备0.1~20mg/L的标准曲线溶液。在各个溶液中以与试样相同的程度添加碱熔剂和盐酸。
- [0246] • 测定
- [0247] 将制备好的试样通过ICP发光分光分析装置在以下条件下进行各元素的测定。
- [0248] 分析装置:iCAP6500Duo(Thermo Fisher Scientific Inc.制)波长:Al 396.152nm RF功率:1150W冷却气体流量:12L/min喷雾器流量:0.70L/min辅助气体:0.5L/min泵流量:50rpm

[0249]

[表 1]

	实施例											比较例		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	1	2	3
处理剂 (质量%)	苯甲酸钠 (苯甲酸换算量)													
	2,3-萘二甲酸													
	没食子酸													
pH 调节剂 (质量%)	水													
	盐酸或氢氧化钠													
合计														
pH (25°C)														
浴比	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
处理	50°C													
	lh													
处理后的纤维	成分(A) <sub>苯甲酸量</sub> [质量%]													
	成分(B) <sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub> [质量%]													
	质量比(成分(A) <sub>苯甲酸量</sub> )/(成分(B) <sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub> )													
效果	纤维拉伸时的平均断裂伸长率的增加率[%]													
	纤维拉伸时的平均断裂负荷的增加量[gf]													
	高温烫发器定型时的收缩率[%]													
热形状记忆	热水加热时的收缩率[%]													
	I: 形状赋予(卷发)													
	II: 形状再次赋予(直发)													
表面触感的优良性 对纤维的着色抑制	III: 形状再次赋予(卷发)													

\*: pH 调节量

[0250] 此外,以上的实施例中处理后的发束均能够通过发卡等固定于头发上,由此能够直接作为接发使用,在人的头上也能够发挥充分的性能。