

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)公開番号
特開2022-103112
(P2022-103112A)

(43)公開日 令和4年7月7日(2022.7.7)

(51)国際特許分類		F I	テーマコード(参考)	
A 6 1 K	8/33 (2006.01)	A 6 1 K	8/33	4 C 0 8 3
D 0 6 M	15/423 (2006.01)	D 0 6 M	15/423	4 L 0 3 3
A 4 1 G	3/00 (2006.01)	A 4 1 G	3/00	A
A 6 1 K	8/49 (2006.01)	A 6 1 K	8/49	
A 6 1 Q	5/06 (2006.01)	A 6 1 Q	5/06	

審査請求 未請求 請求項の数 19 O L (全43頁)

(21)出願番号	特願2021-207575(P2021-207575)	(71)出願人	000000918
(22)出願日	令和3年12月21日(2021.12.21)		花王株式会社
(31)優先権主張番号	特願2020-217990(P2020-217990)		東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番
(32)優先日	令和2年12月25日(2020.12.25)		10号
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)	(74)代理人	1100000084
			特許業務法人アルガ特許事務所
		(72)発明者	古川 淳一
			東京都墨田区文花2-1-3 花王株式
			会社研究所内
		F ターム(参考)	AB012 AB032 AB052 A
			C211
			AC212 AC851 AC852 A
			D042
			AD152 BB53 CC32 DD27
			EE06 EE21 EE25
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 繊維処理剤

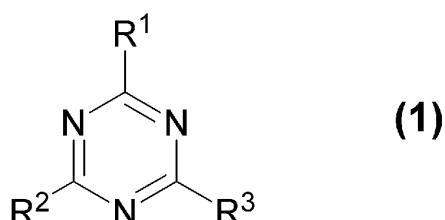
(57)【要約】 (修正有)

【課題】人毛の自然な見た目を保持したまま、形状持続性、引張弾性率に優れ、更には人毛繊維本来の伸縮性(粘り強さ)を高度に維持した頭飾製品用人毛繊維を製造するための繊維処理剤の提供。

【解決手段】成分(A)及び(B)から生成する縮合物、並びに成分(C)を含有し、濁度が1000NTU以下である、人の頭部から分離された人毛繊維を処理するための繊維処理剤。

(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

〔式中、R¹～R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基等を示す。〕

(C) : 水

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

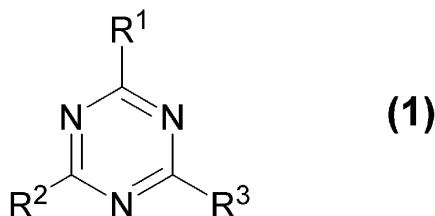
【請求項 1】

人の頭部から分離された人毛纖維を処理するための纖維処理剤であつて、以下の成分(A)及び(B)から生成する縮合物、並びに成分(C)を含有し、濁度が1000NTU以下である、纖維処理剤。

(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【化 1】



10

[式中、R¹～R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

(C) : 水

20

【請求項 2】

纖維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量が0.1質量%以上60質量%以下である請求項1記載の纖維処理剤。

【請求項 3】

纖維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素の含有量が0.1質量%以上60質量%以下である請求項1又は2に記載の纖維処理剤。

【請求項 4】

纖維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が0.1質量%以上80質量%以下である請求項1～3のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

30

【請求項 5】

成分(B)に由来する構成要素に対する成分(A)に由来する構成要素のモル比(A)/(B)が、5未満である請求項1～4のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【請求項 6】

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

(D) : ハンセンの溶解度パラメータのSP値が16 MPa^{1/2}以上40 MPa^{1/2}以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）

【請求項 7】

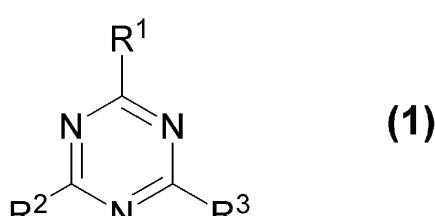
以下の成分(A)～(C)を含有する組成物を、濁度が1000NTU以下となるまで加熱する、人の頭部から分離された人毛纖維を処理するための纖維処理剤の製造方法。

40

(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体との縮合物

【化 2】



50

[式中、R¹～R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

(C) : 水

【請求項8】

下記工程(i)を含む纖維処理方法。

(i) 請求項1～6のいずれか1項に記載の纖維処理剤に、人の頭部から分離された人毛纖維を浸漬し、前記処理剤の濁度が1000NTU以下である状態を維持したまま処理する工程
【請求項9】

工程(i)の前に下記工程(0)を行う、請求項8に記載の纖維処理方法。
10

(0) 纖維処理剤を加熱する工程

【請求項10】

工程(0)における加熱時間が、調製直後の濁度1000NTU以下の処理剤を加熱して処理剤が再び濁度1000NTUを超えるまでの加熱時間をTと定義した場合、0.2T以上0.8T以下である、請求項9に記載の纖維処理方法。

【請求項11】

工程(i)の後に下記工程(ii)を行い、工程(i)と工程(ii)を2回以上繰り返す、請求項8～10のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

(ii) 処理剤の濁度が1000NTUを超える前に人毛纖維を処理剤から取り出す工程
20

【請求項12】

工程(ii)の後に下記工程(iii)を行う、請求項11に記載の纖維処理方法。

(iii) 取り出した人毛纖維をすすぐ工程

【請求項13】

工程(iii)のすすぎが成分(D)を含有する組成物を用いて行われる、請求項12に記載の纖維処理方法。

(D) : ハンセンの溶解度パラメータのSP値が16MPa^{1/2}以上40MPa^{1/2}以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）

【請求項14】

工程(i)～(iii)の後、更に下記工程(iv)を行う、請求項8～13のいずれか1項に記載の纖維処理方法。
30

(iv) 成分(E)及び(C)を含有する後架橋剤に人毛纖維を浸漬する工程

(E) : ホルムアルデヒド、ホルムアルデヒドの水和物、グリオキシル酸、グリオキシル酸の水和物、グリオキシル酸塩、グリオキサール、グリオキサールの水和物、グルタルアルデヒド、及びグルタルアルデヒドの水和物から選ばれる少なくとも1種のホルムアルデヒド誘導体

(C) : 水

【請求項15】

工程(i)～(iii)又は工程(iv)の後で、更に、以下の成分(G)及び(C)を含有する表面仕上げ剤に人毛纖維を浸漬する工程を行う、請求項8～14のいずれか1項に記載の纖維処理方法。
40

(G) 以下の化合物(a)～(d)の反応産物であるエポキシアミノシランコポリマー

(a) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリシロキサン

(b) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリエーテル

(c) アミノプロピルトリアルコキシラン

(d) 以下の第一級及び第二級アミンからなる群より選択される化合物

・第一級アミン：メチルアミン、エチルアミン、プロピレンアミン、エタノールアミン、イソプロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシルアミン、ドデシルアミン、オレイルアミン、アニリン、アミノプロピルトリメチルシラン、アミノプロピルトリエチルシラン、アミノモルホリン、アミノプロピルジエチルアミン、ベンジルアミン、ナ

フチルアミン、3-アミノ-9-エチルカルバゾール、1-アミノヘプタフルオロヘキサン、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペンタデカフルオロ-1-オクタンアミン

・第二級アミン：メチルエチルアミン、メチルオクタデシルアミン、ジエタノールアミン、ジベンジルアミン、ジヘキシリルアミン、ジシクロヘキシリルアミン、ピペリジン、ピロリジンフタルイミド、ポリマーAミン

(C) 水

【請求項 16】

請求項 8 ~ 15のいずれか 1 項に記載の纖維処理方法によって、人毛纖維を処理する工程を含む、頭飾製品用人毛纖維の製造方法。

【請求項 17】

請求項 8 ~ 15のいずれか 1 項に記載の纖維処理方法によって、人毛纖維を処理する工程を含む、頭飾製品の製造方法。

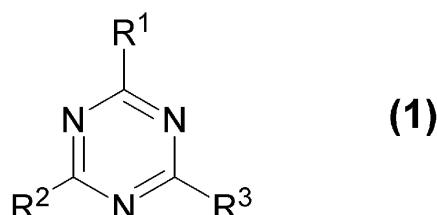
【請求項 18】

成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する頭飾製品用人毛纖維。

(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【化 3】



20

[式中、R¹ ~ R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

【請求項 19】

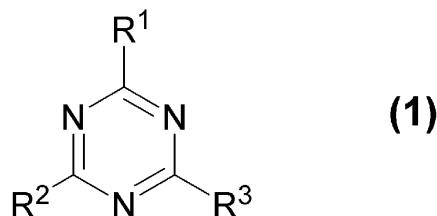
成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する人毛纖維を構成要素とする頭飾製品。

30

(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【化 4】



40

[式中、R¹ ~ R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、工業素材としての人毛纖維の形状を半永久的又は永久的に変形する纖維処理剤に関する。

【背景技術】

50

【 0 0 0 2 】

従来、かつら等の頭飾製品に植毛する纖維として、人工毛を用いたものと人毛を用いたものが広く知られている。

【 0 0 0 3 】

人工毛を用いた頭飾製品の利点としては、耐熱性が高くカールアイロンなどの熱器具により容易にストレート毛に対してカールを形成したりカール毛をストレート化したりすることができ（以下、「形状付与性」という）、また、入浴や洗髪等の高温多湿の条件下においても熱器具で形成したカール又はストレートの形状を保持する（以下、「形状持続性」という）ことが挙げられる。更に、人工毛を用いた頭飾製品は、人毛に比べて剛直で強度が高いという点でも優れている。一方で人工毛を用いた頭飾製品には欠点があり、表面が平滑なため光沢が強く、風合いが不自然であるため、自然に髪を装うという頭飾製品本来の目的が達成されづらい。

【 0 0 0 4 】

人毛を用いた頭飾製品の利点としては、風合いや光沢が自毛に近く、装着時に自然な外観が得られることが挙げられる。頭飾製品を装着する人の多くは、装着していることを周囲に知られたくないという事情があるため、自然な外観が得られることは大きな利点である。

【 0 0 0 5 】

しかし、人毛を用いた頭飾製品にも欠点があり、頭飾製品に使用されている人毛は、均一な形状や色を付与するために、キューティクルを化学処理により除去することに始まり、脱色、染色など多くの処理工程を経るため、その間に損傷する場合があり（特許文献1）、耐久性に問題があることが知られている（特許文献2）。また、近年、美意識の高まりから見た目を重視する人が増え、1つの頭飾製品で様々なヘアスタイルを楽しむ人が増えてきたが、人毛に対してはカールアイロンなどの熱器具により容易にストレート毛に対してカールを形成したりカール毛をストレート化したりすることができる（形状付与性がある）一方で、入浴や洗髪等の高温多湿の条件下においても熱器具で形成したカール又はストレートの形状を保持することができず（形状持続性がない）、こういった半永久的又は永久的な変形を実現するには、パーマメントウェーブのような特別な化学処理が毎回必要となってしまっていた。

【 0 0 0 6 】

こうした人毛の欠点を補うため、例えば、特許文献1には、人毛と特定の物性を有するポリエステル系纖維とを混合することで、人毛の優れた特性を損なうことなく、形状持続性に劣る人毛の欠点を改善した毛髪用纖維束が開示されている。また、特許文献2には、再生コラーゲン纖維と人毛とをブレンドすることで、人毛製品の欠点であるフリットの蓄積が改善されると共に、再生コラーゲン纖維の欠点であるパーマメントウェーブ性能を併せ持った頭飾製品が開示されている。

【先行技術文献】**【特許文献】****【 0 0 0 7 】**

【特許文献1】国際公開第2005/037000号パンフレット

【特許文献2】特開2007-177370号公報

【特許文献3】特開2019-143282号公報

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【 0 0 0 8 】**

しかしながら、特許文献1及び2に記載の技術は、人毛と人工毛とを混合したものである以上、見た目が不自然であるという欠点は依然として存在しており、見た目の自然さという点において十分とはいえないものであった。

【 0 0 0 9 】

このような課題を解決するものとして特許文献3では、ホルムアルデヒドとメラミン誘導

10

20

30

40

50

体を含有する、人毛の自然な見た目を保持したまま、形状持続性、耐久性（弹性率）に優れるかつら用人毛纖維を製造するための纖維処理剤及び人毛纖維処理方法が開示されている。

【0010】

しかしながら、頭飾製品の製造場面においては毛髪を強く伸長する場合もあり、特許文献3に記載の技術では処理後の人毛纖維の伸縮性（粘り強さ）が十分とはならないこともあった。このため、伸長時の破断を防ぐため、更に処理後の人毛纖維の伸縮性を高める要求があった。

【0011】

したがって本発明は、人毛の自然な見た目を保持したまま、形状持続性、引張弾性率に優れ、更には人毛纖維の伸縮性（粘り強さ）をより高度に維持した頭飾製品用人毛纖維を製造するための纖維処理剤及び纖維処理方法に関する。 10

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明者は、特許文献3に記載の纖維処理剤を同文献の人毛纖維処理方法に基づいて扱った場合に、人毛纖維が浸漬されている組成物が三段階のフェーズを経て変化していくことを見出した。すなわち、フェーズ1において、組成物はホルムアルデヒドとメラミン誘導体とが互いにフリーの反応で存在しており、濁度が高い状態にある。フェーズ2においては、ホルムアルデヒドとメラミン誘導体とが反応し水溶性の縮合物をつくることで組成物が透明化する。フェーズ3においては、水溶性縮合物同士が更に連結することで水不溶性の縮合物となり、再び組成物の濁度が上昇する。 20

【0013】

そして本発明者は、フェーズ1の組成物に人毛纖維を接触させた場合、フリーのホルムアルデヒドが直接人毛纖維に作用して組織を架橋してしまい、人毛纖維の伸縮性（粘り強さ）を維持しづらることを見出した。その一方、フェーズ3の組成物に人毛纖維を接触させた場合でも、人毛纖維の表面に硬い樹脂の層が形成されることで、人毛纖維の屈曲や延伸といった運動が制限され、やはり人毛纖維の伸縮性（粘り強さ）を維持しづらくなること、さらには、人毛纖維表面の感触も悪化することを見出した。

【0014】

そして本発明者らは、前記知見を元に更に研究を進めた結果、人の頭部から分離された人毛纖維を、ホルムアルデヒドと特定のトリアジン誘導体との縮合物を含有する濁度1000以下の組成物を用いて、処理剤の濁度が1000NTU以下である状態を維持しながら処理することによって、人毛纖維に形状持続性を与えること、引張弾性率を向上させるばかりでなく、伸縮性（粘り強さ）を高度に維持すること、さらには人毛纖維表面の感触を向上することも可能となることを見出し、発明を完成した。 30

【0015】

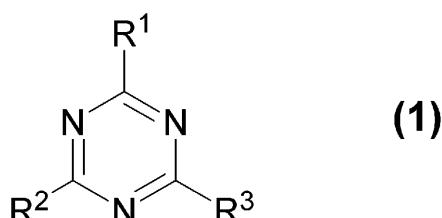
本発明は、人の頭部から分離された人毛纖維を処理するための纖維処理剤であって、以下の成分(A)及び(B)から生成する縮合物、並びに成分(C)を含有し、濁度が1000NTU以下である、纖維処理剤を提供するものである。

(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【0016】

【化1】



40

50

【 0 0 1 7 】

[式中、R¹～R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

(C)：水

【 0 0 1 8 】

更に本発明は、前記成分(A)～(C)を含有する組成物を、濁度が1000NTU以下となるまで加熱する、人の頭部から分離された人毛纖維を処理するための纖維処理剤の製造方法を提供するものである。

10

【 0 0 1 9 】

更に本発明は、下記工程(i)を含む纖維処理方法を提供するものである。

(i) 前記纖維処理剤に、人の頭部から分離された人毛纖維を浸漬し、前記処理剤の濁度が1000NTU以下である状態を維持したまま処理する工程

【 0 0 2 0 】

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

【 0 0 2 1 】

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

20

【 0 0 2 2 】

更に本発明は、前記成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する頭飾製品用人毛纖維を提供するものである。

【 0 0 2 3 】

更に本発明は、前記成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する人毛纖維を構成要素とする頭飾製品を提供するものである。

【 発明の効果 】**【 0 0 2 4 】**

本発明によれば、人毛の自然な見た目を保持したまま、形状持続性、引張弾性率に優れ、更には人毛纖維本来の伸縮性（粘り強さ）を高度に維持した頭飾製品用人毛纖維を製造するための纖維処理剤を提供することができる。

30

【 発明を実施するための形態 】**【 0 0 2 5 】****〔 成分(A)及び(B)から生成する縮合物 〕**

本発明の纖維処理剤には、成分(A)のホルムアルデヒド又はその水和物と成分(B)の一般式(1)で表されるトリアジン誘導体との縮合物を含有する。この縮合物には、前述した水溶性の縮合物のほか、纖維処理剤の濁度が1000NTU以下である限りにおいて、水溶性縮合物同士が更に連結して生成する水不溶性の縮合物も含まれてもよく、本明細書において、単に「縮合物」というときは、水溶性、水不溶性のいずれのものも含む。また、本発明の纖維処理剤中には、濁度が1000NTU以下である限りにおいて、これらの縮合物のほか、未反応の成分(A)、成分(B)が残存していてもよい。

40

【 0 0 2 6 】**〔 成分(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物 〕**

ホルムアルデヒドの水和物としてはホルムアルデヒドー水和物（メタンジオール）が挙げられる。処理後の人毛纖維により高い形状持続性と耐久性を付与する観点から、これらのうちホルムアルデヒドが好ましい。

【 0 0 2 7 】

本発明の纖維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量は、処理後の人毛纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは1質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以

50

上であり、また、上述の観点に加え、処方適合性の観点から、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、更により好ましくは35質量%以下、更により好ましくは30質量%以下である。

すなわち、本発明の纖維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量は、処理後の人毛纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点及び処方適合性の観点から、好ましくは0.1～60質量%、より好ましくは1～50質量%、更に好ましくは2.5～40質量%、更により好ましくは5～35質量%、更により好ましくは5～30質量%である。

なお、本明細書において、「成分(A)に由来する構成要素」とは、前記縮合物のうち成分(A)に由来する構成部分と残存する成分(A)の合計含有量をいうものとする。

【0028】

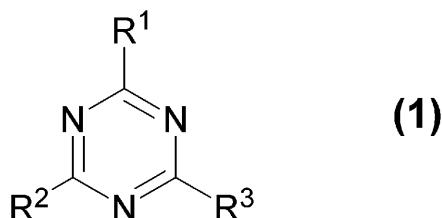
10

(成分(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体)

本発明で用いられるトリアジン誘導体は次の一般式(1)で表される。

【0029】

【化2】



20

【0030】

[式中、R¹～R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

【0031】

一般式(1)で表されるトリアジン誘導体としては、メラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン、トリメチロールメラミン、ベンゾグアナミン、アセトグアナミン、2,4-ジアミノ-1,3,5-トリアジン、アンメリリン、2-クロロ-4,6-ジアミノ-1,3,5-トリアジン等が挙げられ、処理後の人毛纖維により高い形状持続性と耐久性を付与する観点から、メラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン及びトリメチロールメラミンから選ばれる少なくとも1種が好ましく、メラミンがより好ましい。成分(B)は単独で又は2種類以上を組み合わせて用いることができる。

【0032】

本発明の纖維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素の含有量は、処理後の人毛纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは1質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上であり、また、上記の観点に加え、人毛纖維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、更により好ましくは35質量%以下、更により好ましくは30質量%以下である。

すなわち、本発明の纖維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素の含有量は、処理後の人毛纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点及び人毛纖維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは0.1～60質量%、より好ましくは1～50質量%、更に好ましくは2.5～40質量%、更により好ましくは5～35質量%、更により好ましくは5質量%以上30質量%以下である。

なお、本明細書において、「成分(B)に由来する構成要素」とは、前記縮合物のうち成分(B)に由来する構成部分と残存する成分(B)の合計含有量をいうものとする。

【0033】

本発明の纖維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素と成分(B)に由来する構成要

40

50

素の含有量の合計は、処理後の人毛纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、好ましくは1質量%超、より好ましくは2.5質量%以上、更に好ましくは5質量%以上、更により好ましくは10質量%以上であり、また、人毛纖維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは80質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは60質量%以下、更により好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下である。

【0034】

本発明の纖維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素に対する成分(A)に由来する構成要素のモル比(A)/(B)は、人毛纖維内で水溶性縮合物同士が縮合して形成する、より分子量の大きな縮合物により、処理後の人毛纖維の形状持続性と強度をより一層優れたものとする観点から、好ましくは0.005以上、より好ましくは0.01以上、更に好ましくは0.05以上、更により好ましくは0.1以上であり、また、良好な感触の観点から、好ましくは5未満、より好ましくは4以下、更に好ましくは3以下、更により好ましくは2以下である。

10

すなわち、成分(B)に由来する構成要素に対する成分(A)に由来する構成要素のモル比(A)/(B)は、人毛纖維内で水溶性縮合物同士が縮合して形成するより分子量の大きな縮合物により、処理後の人毛纖維の形状持続性と強度をより一層優れたものとする観点、及び良好な感触の観点から、好ましくは0.005以上5未満、より好ましくは0.01~4、更に好ましくは0.05~3、更により好ましくは0.1~2である。

20

【0035】

成分(A)と成分(B)との縮合物は、成分(A)~(C)を含有する組成物を加熱することによって、組成物中に生成させることができる。成分(A)~(C)を含有する組成物は、調製した当初は成分(A)と成分(B)とが互いにフリーの反応で存在しているが、この組成物を加熱することによって、両者が反応し水溶性の縮合物を生成する。

20

【0036】

本発明の纖維処理剤中における成分(A)及び(B)から生成する縮合物の含有量は、処理後の人毛纖維により高い形状持続性と強度を付与する観点から、好ましくは1質量%超、より好ましくは1.5質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上、更により好ましくは10質量%以上であり、また、上記の観点に加え、人毛纖維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは80質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは60質量%以下、更により好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下である。

30

【0037】

[成分(C)：水]

本発明の纖維処理剤は、水を媒体とする。本発明の纖維処理剤中における成分(C)の含有量は、好ましくは10質量%以上、より好ましくは20質量%以上、更に好ましくは30質量%以上、更により好ましくは40質量%以上であり、また好ましくは99質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下、更により好ましくは90質量%以下である。

30

すなわち、本発明の纖維処理剤中における成分(C)の含有量は、好ましくは10~99質量%、より好ましくは20~97質量%、更に好ましくは30~95質量%、更により好ましくは40~90質量%である。

40

【0038】

[成分(D)：ハンセンの溶解度パラメータのSP値が16~40 MPa^{1/2}である有機化合物] 成分(A)及び(B)から生成した水溶性縮合物同士は徐々に連結して分子量が大きくなることで水溶性が低下していくが、本発明の纖維処理剤中に分子量の大きな不溶性の縮合物が生成すると、人毛纖維の表面に硬い樹脂の層が形成されることで、人毛纖維の屈曲や延伸といった運動が制限され、人毛纖維の伸縮性(粘り強さ)を妨げてしまうのみならず、人毛纖維表面の感触も悪化してしまう場合もある。本発明の纖維処理剤は、反応の過程で生成し濁度上昇の原因となる成分(A)及び(B)からなる縮合体オリゴマーの凝集を防ぎ溶解

50

させやすくする観点から、ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）を含有することが好ましい。電荷を有する有機塩は、系中に共存すると濁度が急上昇してしまい、またグルタルアルデヒドのようなアルデヒド基を有する化合物は、トリアジン誘導体同士を多点で架橋して濁度を急上昇させるため、成分(D)からは除外される。

【0039】

本発明において、ハンセンの溶解度パラメータのSP値とは、Hansen Solubility Parameters: A User's Handbook, CRC Press, Boca Raton FL, 2007を元にしたソフトウェアパッケージHSPiP 4th Edition 4.1.07を用いて、DIYプログラムにおいて25で計算される $\text{Tot} (\text{MPa}^{1/2})$ をいう。

10

【0040】

成分(D)のハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物としては、一価アルコール、二価アルコール、二価アルコール誘導体、三価以上の多価アルコール、ラクタム、イミダゾリジノン、ピリミジノン、ラクトン、アルキレンカーボネート、その他汎用有機溶剤であって、SP値が前記範囲内であるものが挙げられる。

【0041】

以下に、ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40.0 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である化合物の具体例を挙げる。各例示中のかっこ内の数値は、前述の方法で計算されるSP値である。

20

- ・一価アルコールの例： エタノール (25.4)、1-プロパノール (22.9)、イソプロピルアルコール (22.3)、1-ブタノール (22.9)

- ・二価アルコールの例： エチレングリコール (31.6)、ジエチレングリコール (29.2)、トリエチレングリコール (26.1)、テトラエチレングリコール (24.3)、ペンタエチレングリコール (23.1)、ヘキサエチレングリコール (22.2)、プロピレングリコール (31.7)、1-ジプロピレングリコール (26.0)、トリプロピレングリコール (23.4)

30

- ・二価アルコール誘導体の例： ジプロピレングリコールモノメチルエーテル (21.1)、ジプロピレングリコールジメチルエーテル (17.8)、ジプロピレングリコールジアセテート (19.0)、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート (18.5)

30

- ・三価以上の多価アルコールの例： グリセリン (35.7)、ソルビトール (35.8)

- ・ラクタムの例： 2-ピロリドン (24.8)、N-メチルピロリドン (22.0)

- ・イミダゾリジノンの例： エチレン尿素 (28.5)、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン (22.3)、ジヒドロキシメチルエチレン尿素 (31.3)、N,N'-ジヒドロキシメチル-4,5-ジヒドロキシエチレン尿素 (34.7)、DMMDMヒダントイン (28.1)

- ・ピリミジノンの例： N,N'-ジメチルプロピレン尿素 (21.3)

- ・ラクトンの例： -ブチロラクトン (24.6)

- ・アルキレンカーボネートの例： エチレンカーボネート (29.2)、プロピレンカーボネート (27.1)

40

- ・汎用有機溶剤の例： DMF (N,N-ジメチルホルムアミド) (24.2)、DMAc (N,N-ジメチルアセトアミド) (23.0)、DMSO (ジメチルスルホキシド) (23.6)、THF (テトラヒドロフラン) (18.2)、1,4-ジオキサン (20.5)、アセトニトリル (23.9)

【0042】

これらのうち、反応の過程で生成し濁度上昇の原因となる成分(A)及び(B)からなる縮合体オリゴマーの凝集を防ぎ溶解させやすくする観点から、ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $35.8 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下であるものが好ましく、 $34.7 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下であるものがより好ましく、 $29.2 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下であるものが更に好ましい。同様の観点から、 $17.8 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上であるものが好ましく、 $21.1 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上であるものがより好ましく、 22.0 M

50

$\text{Pa}^{1/2}$ 以上であるものが更に好ましい。

【0043】

なかでも、二価アルコール、ラクタム及びイミダゾリジノンが好ましく、ジエチレングリコール(29.2)、トリエチレングリコール(26.1)、N-メチルピロリドン(22.0)、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン(22.3)及びDMDMヒダントイン(28.1)から選ばれる少なくとも1種がより好ましい。

【0044】

成分(D)は、いずれかを単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。本発明の繊維処理剤中における成分(D)の含有量は、繊維処理剤の濁度が1000NTU以下である状態をより長く維持する観点から、好ましくは10質量%以上、より好ましくは15質量%以上、更に好ましくは25質量%以上であり、また、効率よく縮合反応を進め、人毛繊維内で水溶性縮合物同士が結合して形成するより分子量の大きな縮合物により、処理後の人毛繊維に高い形状持続性と強度を付与する観点から、好ましくは80質量%以下、より好ましくは60質量%以下、更に好ましくは45質量%以下である。

10

【0045】

[カチオン性界面活性剤]

本発明の繊維処理剤は、本発明の効果を損なわない範囲で、カチオン性界面活性剤を含有することができる。カチオン性界面活性剤は1個の炭素数8~24のアルキル基及び3個の炭素数1~4のアルキル基を有するモノ長鎖アルキル四級アンモニウム塩が好ましい。

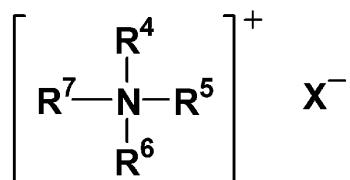
20

【0046】

好ましくは、少なくとも1種のモノ長鎖アルキル四級アンモニウム界面活性剤は、下記一般式で表される化合物から選択される。

【0047】

【化3】



30

【0048】

[式中、R⁴は炭素数8~22の飽和若しくは不飽和の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、R⁸-CO-NH-(CH₂)_m-又はR⁸-CO-O-(CH₂)_m- (R⁸は炭素数7~21の飽和又は不飽和の直鎖又は分岐鎖のアルキル鎖を示し、mは1~4の整数を示す)を示し、R⁵、R⁶及びR⁷は独立して、炭素数1~4のアルキル基、炭素数1~4のヒドロキシルアルキル基を示し、X⁻は塩化物イオン、臭化物イオン、メトサルフェートイオン又はエトサルフェートイオンを示す。]

【0049】

好適なカチオン性界面活性剤としては、例えば、セチルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘントリモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムプロミド、ステアラミドプロピルトリモニウムクロリド等の長鎖四級アンモニウム化合物が挙げられ、これらは単独で使用することもでき、これらの混合物として使用することもできる。

40

【0050】

本発明の繊維処理剤中におけるカチオン性界面活性剤の含有量は、処理後の人毛繊維の感触を改善し、本発明の効果を一層向上させる観点から、好ましくは0.05質量%以上、より好ましくは0.10質量%以上であり、また、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5質量%以下である。

【0051】

[シリコーン]

50

また、本発明の纖維処理剤は、処理後の人毛纖維の感触を改善し、まとまりを良くする観点からシリコーンを含むことができる。シリコーンとしてはジメチルポリシロキサン、アミノ変性シリコーンから選ばれる1種以上が好ましい。

【0052】

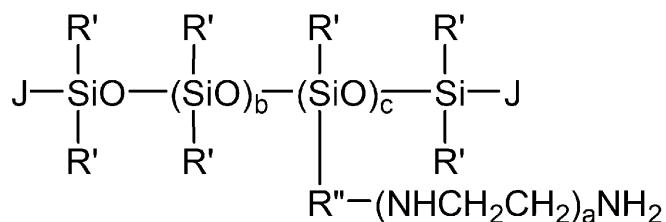
ジメチルポリシロキサンとしては、いずれの環状又は非環状のジメチルポリシロキサンポリマーを用いることもでき、その例としてSH200シリーズ、BY22-019、BY22-020、BY11-026、B22-029、BY22-034、BY22-050A、BY22-055、BY22-060、BY22-083、FZ-4188（いずれも東レ・ダウコーニング株式会社）、KF-9088、KM-900シリーズ、MK-15H、MK-88（いずれも信越化学工業株式会社）が挙げられる。

【0053】

アミノ変性シリコーンとしては、アミノ基又はアンモニウム基を有するあらゆるシリコーンを用いることができ、その例として、全部又は一部の末端ヒドロキシル基がメチル基等で末端封止されたアミノ変性シリコーンオイル及び末端封止されていないアモジメチコンが挙げられる。処理後の人毛纖維の感触を改善し、まとまりを良くする観点から、好ましいアミノ変性シリコーンとして、例えば次式で示される化合物が挙げられる。

【0054】

【化4】



【0055】

〔式中、R'は水素原子、水酸基又はRXを示し、RXは置換又は非置換の炭素数1～20の一価炭化水素基を示し、JはRX、R''-(NHCH₂CH₂)_aNH₂、ORX又は水酸基を示し、R''は炭素数1～8の二価炭化水素基を示し、aは0～3の数を示し、b及びcはその和が数平均で、10以上2000未満、好ましくは20以上3000未満、より好ましくは30以上1000未満、更に好ましくは40以上800未満となる数を示す。〕

【0056】

好適なアミノ変性シリコーンの市販品の具体例としては、SF8452C、SS3551（いずれも東レ・ダウコーニング株式会社）、KF-8004、KF-867S、KF-8015（いずれも信越化学工業株式会社）等のアミノ変性シリコーンオイル、SM8704C、SM8904、BY22-079、FZ-4671、FZ4672（いずれも東レ・ダウコーニング株式会社）等のアモジメチコンエマルションが挙げられる。

【0057】

本発明の纖維処理剤におけるシリコーンの含有量は、処理後の人毛纖維の感触を改善し、本発明の効果を一層向上させる観点から、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.2質量%以上、更に好ましくは0.5質量%以上であり、また、好ましくは20質量%以下、より好ましくは10質量%以下、更に好ましくは5質量%以下である。

【0058】

〔カチオン性ポリマー〕

また、本発明の纖維処理剤は、処理後の人毛纖維の感触を改善する観点からカチオン性ポリマーを含有することができる。

【0059】

カチオン性ポリマーは、カチオン基又はカチオン基にイオン化され得る基を有するポリマーをいい、全体としてカチオン性となる両性ポリマーも含まれる。すなわち、ポリマー鎖の側鎖にアミノ基若しくはアンモニウム基を含むか、又はジアリル4級アンモニウム塩を構成単位として含む水溶液のもの、例えばカチオン化セルロース誘導体、カチオン性澱粉

10

20

30

40

50

、カチオン化グアガム誘導体、ジアリル4級アンモニウム塩の重合体又は共重合体、4級化ポリビニルピロリドン誘導体等が挙げられる。これらのうち、すすぎ時やシャンプー時の感触の柔らかさ、滑らかさ及び指の通り易さ、乾燥時のまとまり易さ及び保湿性という効果及び剤の安定性を向上させる観点から、ジアリル4級アンモニウム塩を構成単位として含むポリマー、4級化ポリビニルピロリドン誘導体、カチオン化セルロース誘導体から選ばれる1種又は2種以上が好ましく、ジアリル4級アンモニウム塩の重合体又は共重合体、カチオン化セルロース誘導体から選ばれる1種又は2種以上がより好ましい。

【0060】

好適なジアリル4級アンモニウム塩の重合体又は共重合体の具体例としては、塩化ジメチルジアリルアンモニウム重合体（ポリクオタニウム-6、例えばマーコート100；ループリゾール・アドバンスト・マテリアルズ社）、塩化ジメチルジアリルアンモニウム／アクリル酸共重合体（ポリクオタニウム-22、例えばマーコート280、同295；ループリゾール・アドバンスト・マテリアルズ社）、塩化ジメチルジアリルアンモニウム／アクリルアミド共重合体（ポリクオタニウム-7、例えばマーコート550；ループリゾール・アドバンスト・マテリアルズ社）等が挙げられる。10

【0061】

好適な4級化ポリビニルピロリドン誘導体の具体例としては、ビニルピロリドンコポリマーとジメチルアミノエチルメタクリレートとを重合して得られるポリマー（ポリクオタニウム11、例えばガフカット734、ガフカット755、ガフカット755N（以上、アシュランド社））が挙げられる。20

【0062】

好適なカチオン化セルロースの具体例としては、ヒドロキシセルロースにグリシジルトリメチルアンモニウムクロライドを負荷したポリマー（ポリクオタニウム10、例えばレオガードG、同GP（以上、ライオン社）、ポリマーJR-125、同JR-400、同JR-30M、同LR-400、同LR-30M（以上、アマーコール社））や、ヒドロキシエチルセルロースジメチルジアリルアンモニウムクロリド（ポリクオタニウム-4、例えばセルコートH-100、同L-200（以上、アクゾノーベル社））等が挙げられる。

【0063】

本発明の纖維処理剤中におけるカチオン性ポリマーの含有量は、処理後の人毛纖維の感触を改善する観点から、好ましくは0.001質量%以上、より好ましくは0.01質量%以上、更に好ましくは0.05質量%以上であり、また、好ましくは20質量%以下、より好ましくは10質量%以下である。30

【0064】

更に、本発明の纖維処理剤には、アスコルビン酸等の酸化防止剤；水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸、塩酸等のpH調整剤を含有することができる。

【0065】

〔濁度〕

本発明の纖維処理剤は、人毛纖維の伸縮性（粘り強さ）を高度に維持する観点及び人毛纖維表面の感触を向上する観点から、濁度ができるだけ低いことが望ましく、纖維処理剤の濁度は、1000NTU以下であって、好ましくは500NTU以下、より好ましくは100NTU以下、更に好ましくは20NTU以下である。なお、上記の纖維処理剤の濁度とは、成分(B)、及び水溶性縮合物同士が結合して形成する水不溶性縮合物に由来する濁りによるものを指し、これら以外に濁りの原因となる成分を含有する場合には、成分(B)、及び水不溶性縮合物に起因する濁りのみを考慮するものとする。この際、水不溶性縮合物の定量は、例えば、穴径0.1μmのメンブレンフィルターでろ過後、誘導体化熱分解GC/MS法により行うことができる。40

【0066】

ここで、NTU（Nephelometric Turbidity Unit）はホルマジンを濁度標準液とする比濁法における濁度単位である。纖維処理剤の濁度は、室温（25℃）において、纖維処理剤をそのままデジタル濁度計（アズワン社製／型番：TB700）の測定セルに入れて測

10

20

30

40

50

定することができる。

【 0 0 6 7 】

[pH]

本発明の纖維処理剤のpHは、人毛纖維への浸透性を向上させる観点から、好ましくは6.0以上、より好ましくは6.5以上、更に好ましくは7.0以上であり、また、人毛纖維のダメージ抑制の観点から、好ましくは12.0以下、より好ましくは11.5以下、更に好ましくは11.0以下である。なお、本発明におけるpHは25 のときの値である。

すなわち、本発明の纖維処理剤のpHは、人毛纖維への浸透性を向上させる観点及び人毛纖維のダメージを抑制する観点から、好ましくは6.0～12.0、より好ましくは6.5～11.5、更に好ましくは7.0～11.0である。

10

【 0 0 6 8 】

[繊維処理剤の製造方法]

本発明の纖維処理剤は、成分(A)～(C)を含有する組成物を、濁度が1000NTU以下となるまで加熱することによって製造することができる。成分(A)～(C)を含有する組成物は、調製した当初は成分(A)と成分(B)とが互いにフリーの反応で存在しており、濁度が高い状態にあるが、この組成物を加熱することによって、両者が反応し水溶性の縮合物をつくることで組成物の濁度が下がる。本発明の纖維処理剤は、この状態の組成物のうち、濁度が1000NTU以下となったものである。

【 0 0 6 9 】

成分(A)～(C)を含有する組成物の濁度を1000NTU以下とするための加熱温度は、纖維処理剤中の成分(A)と成分(B)が反応して水溶性の縮合物を生成する反応を効率よく進める観点から、好ましくは85 以上、より好ましくは88 以上、更に好ましくは90 以上であり、また、反応が速くなりすぎて制御ができなくなるのを防ぐ観点から、好ましくは120 以下、より好ましくは115 以下、更に好ましくは110 以下である。

20

【 0 0 7 0 】

また、加熱時間は、好ましくは1分以上、より好ましくは5分以上、また、好ましくは20分以下、より好ましくは15分以下である。上記温度までの昇温は短時間で行い、加熱攪拌による透明化を確認した後は、短時間で冷却し、後述の纖維適用温度又は纖維処理剤の保存温度まで下げることが望ましい。スケールアップにより急激な昇温が難しい場合は、成分(B)以外の組成物を混合した状態で昇温し、上記温度になった状態で成分(B)を添加すると有利である。

30

【 0 0 7 1 】

成分(A)～(C)を含有する組成物の加熱時におけるpHは、反応が速くなり過ぎフェーズ3となってしまうのを防止する観点から、好ましくは7.0以上、より好ましくは8.0以上、更に好ましくは9.0以上であり、また、人毛纖維への適用時のpH調整を容易にする作業性の観点から、好ましくは13.0以下、より好ましくは12.0以下、更に好ましくは11.0以下である。組成物の濁度が1000NTU以下となった後は、必要に応じ前述の纖維処理剤の好適なpH範囲に調整することができる。

【 0 0 7 2 】

[繊維処理剤の保管方法]

以上のようにして製造された濁度1000NTU以下の処理剤を、人毛纖維に適用するまでに輸送・保管する場合には、輸送中の意図せぬ反応進行を防ぐ目的で、保管温度を冷温とすることもできる。保管温度は、凍結や再結晶が生ずるのを防ぐ観点から、好ましくは1以上、より好ましくは2 以上、更に好ましくは5 以上であり、また、意図せぬ反応進行を防止する観点から、好ましくは25 以下、より好ましくは20 以下、更に好ましくは15 以下である。また、保管時の纖維処理剤のpHは、縮合速度が遅い9～11の範囲に調整することが好ましい。

40

【 0 0 7 3 】

[繊維処理方法]

(基本的処理)

50

本発明の纖維処理剤を用いて、下記工程(i)を含む方法で人毛纖維を処理することにより、人毛纖維の伸縮性(粘り強さ)を高度に維持したまま、人毛纖維に形状持続性と高い耐久性を付与することができる。

(i) 本発明の纖維処理剤に人の頭部から分離された人毛纖維を浸漬し、前記処理剤の濁度が1000NTU以下である状態を維持したまま処理する工程

【0074】

また、前述のようにして製造された本発明の濁度1000NTU以下の纖維処理剤は、このまま人毛纖維に適用してもよいが、処理剤がフェーズ3となることによる濁度の上昇を招かない程度に、一定時間加熱してから人毛纖維に適用することで、人毛纖維の伸縮性をより高めることができる。このため、工程(i)の前に、下記工程(0)を含むことが好ましい。

(0) 繊維処理剤を加熱する工程

【0075】

工程(0)における加熱温度は生産性向上の観点から、好ましくは40以上、より好ましくは60以上、更に好ましくは70以上であり、また、適切なポイントで加熱を止められるようにする観点から、好ましくは120以下、より好ましくは105以下、更に好ましくは99以下である。

【0076】

工程(0)における加熱時間は、調製した直後の濁度1000NTU以下の処理剤を加熱して、処理剤がフェーズ3となることによって再び濁度1000NTUを超えるまでの加熱時間をTと定義した場合、人毛纖維の伸縮性効果を発現させる観点から、好ましくは0.2T以上、より好ましくは0.3T以上、更に好ましくは0.4T以上であり、また、フェーズ3となることで濁度が1000NTUを超えるまでの時間、すなわち人毛纖維を処理できる時間を確保する観点から、好ましくは0.8T以下、より好ましくは0.7T以下、更に好ましくは0.6T以下である。

【0077】

工程(i)において、纖維処理剤に浸漬する人毛纖維は、乾燥していても濡れてもよい。人毛纖維を浸漬する纖維処理剤の量は、人毛纖維の質量に対する浴比で(纖維処理剤の質量/人毛纖維の質量)で、好ましくは2以上、より好ましくは3以上、更に好ましくは5以上、更により好ましくは10以上、更により好ましくは20以上であり、また好ましくは500以下、より好ましくは250以下、更に好ましくは100以下である。

すなわち、上記浴比は、好ましくは2~500、より好ましくは3~250、更に好ましくは5~100、更により好ましくは10~100、更により好ましくは20~100である。

【0078】

また、工程(i)では、あらかじめ人毛纖維をカーラー等で固定し、次いで、加熱下で、本発明の纖維処理剤に浸漬してもよい。このようにすることで、人毛纖維に対し、形状持続性と高い耐久性に加え、所望の形状を同時に付与することができる。

【0079】

工程(i)における纖維処理剤への人毛纖維の浸漬は、加熱下において行われ、この加熱は纖維処理剤を加温することで行われる。なお、この加熱は、加熱状態の纖維処理剤に人毛纖維を浸漬することで行ってもよいが、低温の纖維処理剤に人毛纖維を浸漬した後加熱することで行ってもよい。纖維処理剤の温度は、成分(A)と成分(B)から形成される水溶性縮合物と人毛纖維内のタンパク質との相互作用を大きくし、また人毛纖維内において成分(A)と成分(B)から形成される水溶性縮合物同士の縮合・成長反応を促進することで本発明の効果を得るために、好ましくは30以上、より好ましくは40以上、更に好ましくは50以上であり、また、人毛纖維への熱ダメージ抑制のため、好ましくは95未満、より好ましくは85以下、さらに好ましくは75以下である。

【0080】

工程(i)における浸漬時間は、調製した直後の濁度1000NTU以下の処理剤を加熱して、処理剤が濁度1000NTUを超えるまでの加熱時間をTと定義した場合、人毛纖維に対する伸縮性向上効果を発現させる観点から、好ましくは0.3T以上、より好ましくは0.4T以

10

20

30

40

50

上、更に好ましくは0.45T以上であり、また、人毛纖維のダメージ抑制のため、好ましくは0.95T以下、より好ましくは0.90T以下、更に好ましくは0.85T以下である。

【0081】

具体的な浸漬時間は、使用する加熱温度によって適宜調整されるが、例えば、人毛纖維に対する伸縮性向上効果を発現させる観点から、好ましくは15分以上、より好ましくは30分以上、更に好ましくは1時間以上であり、また、人毛纖維のダメージ抑制のため、好ましくは48時間以下、より好ましくは24時間以下、更に好ましくは12時間以下である。

【0082】

工程(i)は、水分の蒸発が抑制される環境下で行われることが好ましい。水分の蒸発を抑制する具体的手段としては、人毛纖維が浸漬されている纖維処理剤の容器を、水蒸気を透過しない素材でできたフィルム状物質、キャップ、フタ等で覆う方法が挙げられる。10

【0083】

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

【0084】

これらの処理によって、人毛纖維内に成分(A)及び(B)から生成した水溶性の縮合物が浸透し、人毛纖維内タンパク質との相互作用を生じるものと思われる。また、人毛纖維内において上記水溶性縮合物同士が縮合してより分子量の大きな縮合物が徐々に生成する。これらの縮合物は、人毛纖維を洗浄した後においても人毛纖維内に残留するため、本発明の方法により処理された人毛纖維の形状は、洗浄しても崩れない。20

【0085】

工程(i)の処理中に処理剤の濁度が上がると、人毛纖維の表面に硬い樹脂の層が形成され、人毛纖維の伸縮性(粘り強さ)を高度に維持しづらくなり、また人毛纖維表面の良好な感触を確保しづらくため、処理剤の濁度が1000NTUを超える前に人毛纖維を処理剤から取り出すことが好ましい。処理剤の濁度は、適宜処理剤からサンプルを採取して前述の濁度測定法によって確認することができる。取り出した処理中の人毛纖維は、処理が不十分な場合には改めて工程(i)を施せばよい。すなわち、工程(i)の後に、下記工程(ii)を含み、工程(i)と工程(ii)を2回以上繰り返すことが好ましい。

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

【0086】

上記工程(ii)で人毛纖維を処理剤から取り出した後は、人毛纖維の表面をすすぎ、不溶性の縮合物を洗い流すことが好ましい。すなわち、工程(ii)の後に、下記工程(iii)を行うことが好ましい。30

(iii) 取り出した人毛纖維をすすぐ工程

【0087】

工程(iii)のすすぎは、前述の成分(D)を含有する組成物を用いて行うことが望ましい。このすすぎ用組成物としては、成分(D)のみからなるものでもよいが、成分(D)以外に水を含有してもよい。水を含む場合のすすぎ用組成物中における成分(D)の含有量は、好ましくは60質量%以上、より好ましくは80質量%以上、更により好ましくは95%質量%以上である。40

【0088】

(後架橋処理)

工程(i)～(iii)の後で、更に下記工程(iv)を行ってもよく、これにより人毛纖維の形状持続性をより向上させることができる。

(iv) 成分(E)及び(C)を含有する後架橋剤に入毛纖維を浸漬するステップ

(E)：ホルムアルデヒド、ホルムアルデヒドの水和物、グリオキシル酸、グリオキシル酸の水和物、グリオキシル酸塩、グリオキサール、グリオキサールの水和物、グルタルアルデヒド、及びグルタルアルデヒドの水和物から選ばれる少なくとも1種のホルムアルデヒド誘導体

(C)：水

10

20

30

40

50

【 0 0 8 9 】

後架橋剤中における成分(E)の含有量は、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上、更に好ましくは1質量%以上であり、また好ましくは60質量%以下、より好ましくは40質量%、更に好ましくは20質量%以下である。

すなわち、後架橋剤中における成分(E)の含有量は、好ましくは0.01～60質量%、より好ましくは0.1～40質量%、更に好ましくは1～20質量%である。

【 0 0 9 0 】

更に、後架橋剤には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸、塩酸、有機酸等のpH調整剤を含有することができる。一方で、人毛纖維表面の感触を向上させる観点から、後架橋剤には、成分(B)のトリアジン誘導体や、後述の成分(F)のレゾルシン誘導体を含まないことが好ましい。10

【 0 0 9 1 】

後架橋剤のpHは、人毛纖維への浸透性を向上させる観点から、好ましくは6.0以下、より好ましくは5.0以下、更に好ましくは4.5以下であり、また、人毛纖維のダメージ抑制の観点から、好ましくは0以上、より好ましくは0.5以上、更に好ましくは1.0以上である。

すなわち、後架橋剤のpHは、人毛纖維への浸透性を向上させる観点及び人毛纖維のダメージを抑制する観点から、好ましくは0～6.0、より好ましくは0.5～5.0、更に好ましくは1.0～4.5である。

【 0 0 9 2 】

工程(iv)において用いる後架橋剤の温度は、人毛纖維内に生成した成分(A)と成分(B)の縮合物と人毛纖維内のタンパク質との相互作用を大きくし、本発明の効果(形状持続性・強度)を高める観点から、好ましくは40以上、より好ましくは50以上、更に好ましくは60以上であり、また、加熱中の処理剤が激しく沸騰して人毛纖維同士が絡まり、以降の工程での操作性が低下するのを防ぐ観点から、好ましくは100未満、より好ましくは99以下である。20

【 0 0 9 3 】

工程(iv)において、後架橋剤に浸漬する人毛纖維は、乾燥していても濡れてもよい。人毛纖維を浸漬する後架橋剤の量は、人毛纖維の質量に対する浴比で(後架橋剤の質量/工程(i)～(iii)で処理された人毛纖維の質量)で、好ましくは2以上、より好ましくは3以上、更に好ましくは5以上、更により好ましくは10以上、更により好ましくは20以上であり、また好ましくは500以下、より好ましくは250以下、更に好ましくは100以下である。30

すなわち、上記浴比は、好ましくは2～500、より好ましくは3～250、更に好ましくは5～100、更により好ましくは10～100、更により好ましくは20～100である。

【 0 0 9 4 】

工程(iv)において後架橋剤への人毛纖維の浸漬時間は、後架橋剤を人毛纖維内に浸透・拡散させるため、好ましくは1分以上、より好ましくは3分以上、更に好ましくは5分以上であり、また、好ましくは5時間以下、より好ましくは3時間以下、更に好ましくは1時間以下である。40

【 0 0 9 5 】

(表面仕上げ処理)

また、前記工程(i)～(iii)の後に、又は工程(iv)の後に、更に、下記工程(v)を行ってもよく、工程(v)を行うことにより、人毛纖維表面の感触を著しく向上させることができる。

(v) 成分(F)及び(C)を含有する表面仕上げ剤(I)に人毛纖維を浸漬するステップ
(F)：一般式(2)で表されるレゾルシン誘導体

【 0 0 9 6 】

10

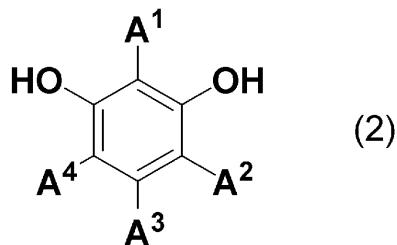
20

30

40

50

【化5】



【0097】

10

〔式中、

A¹～A⁴は、同一でも異なってもよく、水素原子、水酸基、ハロゲン原子、カルボキシル基若しくはその塩、スルホン酸基若しくはその塩、炭素数1～6の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1～6の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。〕

(C) : 水

【0098】

20

この場合の好ましい成分(F)としては、例えば、レゾルシン、2-メチルレゾルシン、4-クロロレゾルシン、ピロガロール等が挙げられる。表面仕上げ剤(I)中における成分(F)の含有量は、人毛纖維表面の感触を向上させる観点から、好ましくは10質量%以上、より好ましくは20質量%以上、更に好ましくは30質量%以上、更により好ましくは40質量%以上、更により好ましくは50質量%以上であり、また好ましくは98質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下、更により好ましくは90質量%以下、更により好ましくは80質量%以下である。

【0099】

更に、表面仕上げ剤(I)には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸、塩酸、有機酸等のpH調整剤を含有することができる。一方で、人毛纖維表面の感触を向上させる観点から、表面仕上げ剤(I)には、成分(B)のトリアジン誘導体や、成分(E)のホルムアルデヒド誘導体を含まないことが好ましい。

30

【0100】

表面仕上げ剤(I)のpHは、人毛纖維への浸透性を向上させる観点から、好ましくは7.0以下、より好ましくは6.8以下、更に好ましくは6.5以下であり、また、人毛纖維のダメージ抑制の観点から、好ましくは0以上、より好ましくは0.5以上、更に好ましくは1.0以上である。

すなわち、表面仕上げ剤(I)のpHは、人毛纖維への浸透性を向上させる観点及び人毛纖維のダメージを抑制する観点から、好ましくは0～7.0、より好ましくは0.5～6.8、更に好ましくは1.0～6.5である。

【0101】

40

工程(v)において用いる表面仕上げ剤(I)の温度は、表面仕上げ剤(I)を人毛纖維内部に効率よく浸透・拡散させ、感触向上の効果をより高める観点から、好ましくは0以上、より好ましくは20以上、更に好ましくは40以上であり、また、好ましくは80以下、より好ましくは60以下である。

【0102】

工程(v)において、表面仕上げ剤(I)に浸漬する人毛纖維は、乾燥していても濡れてもよい。人毛纖維を浸漬する表面仕上げ剤の量は、人毛纖維の質量に対する浴比で(表面仕上げ剤(I)の質量/工程(i)～(iii)又は工程(iv)で処理された人毛纖維の質量)で、好ましくは2以上、より好ましくは3以上、更に好ましくは5以上、更により好ましくは10以上、更により好ましくは20以上であり、また好ましくは500以下、より好ましくは250以下、更に好ましくは100以下である。

すなわち、上記浴比は、好ましくは2～500、より好ましくは3～250、更に好ましく

50

は5～100、更により好ましくは10～100、更により好ましくは20～100である。

【0103】

工程(v)において表面仕上げ剤(I)への人毛纖維の浸漬時間は、表面仕上げ剤(I)を人毛纖維内に浸透・拡散させるため、好ましくは1時間以上、より好ましくは3時間以上、更によく好ましくは6時間以上、更により好ましくは24時間以上であり、また、好ましくは1か月以下、より好ましくは2週間以下、更によく好ましくは10日以下、更により好ましくは168時間以下である。

【0104】

(更に追加してもよい処理)

本発明の纖維処理方法は、前述の工程(i)～(v)に加え、さらに、キューティクル除去、脱色、染毛、及び疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げから選ばれる1以上の各処理を追加して行ってもよい。

【0105】

この際、キューティクル除去、脱色、及び染毛の各処理は、前述の工程(i)～(v)の前に行つても、後に行つてもよく、また、工程(i)～(v)の各工程の間に行つてもよい。また、複数の処理を組み合わせて追加することもでき、脱色と染毛の両方を追加する場合には、染毛の前に脱色を行う必要があることを除けば、どの処理を先に行つてもよく、脱色と染毛の間にキューティクル除去など別の処理を行うこともできる。

【0106】

一方、疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げは、前述の工程(i)～(iii)の後に、又は工程(iv)の後架橋剤による処理も併せて行う場合には工程(iv)の後に、更に工程(v)の感触向上のための表面仕上げも併せて行う場合には工程(v)の後に、行う必要があり、なかでも、工程(v)の後に更に追加して行うことによって、より良好な結果を得ることができる。また、疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げは、上記のとおり工程(i)～(iii)、工程(iv)又は工程(v)の後の段階で行うのであれば、キューティクル除去、脱色、染毛との処理順序は、特に限定されない。

【0107】

(キューティクル除去)

人毛纖維表面にあるキューティクルは鱗が折り重なるように方向性を持った構造をしているため、方向性の異なる人毛纖維同士が一つの纖維束の中に混在すると、互いに引っかかって絡まりやすくなり、作業性を著しく損ねてしまう。それゆえキューティクル除去は、人毛纖維の方向性を除去し取り扱いを容易にするために行われ、以下に示すキューティクル除去用組成物に人毛纖維を浸漬することによって行われる。

【0108】

キューティクル除去用組成物は、キューティクル剥離作用を有する塩素前駆体及び水を含有する。塩素前駆体としては、次亜塩素酸ソーダ、ジクロロイソシアヌル酸カリウム、ジクロロイソシアヌル酸ナトリウム、トリクロロイソシアヌル酸等が挙げられ、これらから選ばれる1以上の塩素前駆体を使用することができる。

【0109】

キューティクル除去用組成物中における塩素前駆体の含有量は、好ましくは1質量%以上、より好ましくは2質量%以上であり、また、好ましくは15質量%以下、より好ましくは12質量%以下、更によく好ましくは9質量%以下である。

【0110】

キューティクル除去用組成物の25におけるpHは、好ましくは2.0以上、より好ましくは3.0以上、更によく好ましくは4.5以上であり、また、好ましくは10以下、より好ましくは8.0以下、更によく好ましくは7.0以下である。

【0111】

(脱色)

脱色は、アルカリ剤、酸化剤及び水を含有する脱色剤組成物に人毛纖維を浸漬することによって行われる。脱色剤組成物は通常2剤型であり、第1剤はアルカリ剤及び水を含有し

10

20

30

40

50

、第2剤は酸化剤及び水を含有する。この2剤は、通常、別々に保管され、人毛纖維を浸漬する前に混合される。

【0112】

好適なアルカリ剤としては、例えば、アンモニア及びその塩；アルカノールアミン（モノエタノールアミン、イソプロパノールアミン、2-アミノ-2-メチルプロパノール、2-アミノブタノール等）及びこれらの塩；アルカンジアミン（1,3-プロパンジアミン等）及びその塩；並びに炭酸塩（炭酸グアニジン、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等）；並びにこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

【0113】

脱色剤組成物（2剤型の場合、第1剤と第2剤の混合物）中におけるアルカリ剤の含有量は、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、更に好ましくは1質量%以上であり、また、好ましくは15質量%以下、より好ましくは10質量%以下、更に好ましくは7.5質量%以下である。

【0114】

好適な酸化剤としては、例えば、過酸化水素、過酸化尿素、過酸化メラミン及び臭素酸ナトリウムが挙げられるが、これらに限定されない。これらの酸化剤の中でも過酸化水素が好ましい。

【0115】

脱色剤組成物中における酸化剤の含有量は、好ましくは1質量%以上、より好ましくは2質量%以上であり、また、好ましくは15質量%以下、より好ましくは12質量%以下、更に好ましくは9質量%以下である。

【0116】

第1剤と第2剤を別々に保管する場合、第2剤の25におけるpHは、好ましくは2以上、より好ましくは2.5以上であり、また、好ましくは6以下、より好ましくは4以下である。このpHは好適な緩衝剤で調整することができる。脱色剤組成物の25におけるpHは、好ましくは6以上、より好ましくは6.5以上、更に好ましくは6.8以上であり、また、好ましくは11以下、より好ましくは10.5以下、更に好ましくは10以下である。

【0117】

（染毛）

染毛は、染毛剤組成物に人毛纖維を浸漬することによって行われる。染毛剤組成物は、染料を含有し、任意にアルカリ剤又は酸、酸化剤等を含有することができる。染料としては、直接染料、酸化染料及びこれらの組合せが挙げられる。

【0118】

直接染料の種類は特に限定されず、染毛に適した任意の直接染料を使用することができる。直接染料の例としては、アニオン染料、ニトロ染料、分散染料、カチオン染料、並びに下記のHCレッド18、HCブルー18及びHCイエロー-16からなる群より選択されるアゾフェノール構造を有する染料、並びにこれらの塩、並びにこれらの混合物が挙げられる。

【0119】

10

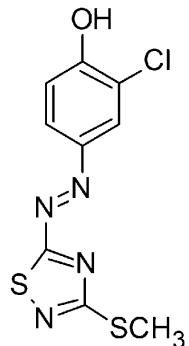
20

30

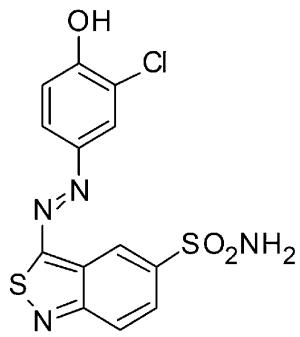
40

50

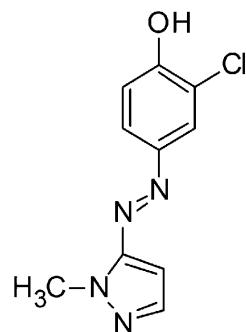
【化6】



HC レッド 18



HC ブルー 18



HC イエロー 16

10

20

30

40

【0120】

カチオン染料としては、例えば、ベーシックブルー6、ベーシックブルー7、ベーシックブルー9、ベーシックブルー26、ベーシックブルー41、ベーシックブルー99、ベーシックブラウン4、ベーシックブラウン16、ベーシックブラウン17、ナチュラルブラウン7、ベーシックグリーン1、ベーシックオレンジ31、ベーシックレッド2、ベーシックレッド12、ベーシックレッド22、ベーシックレッド51、ベーシックレッド76、ベーシックバイオレット1、ベーシックバイオレット2、ベーシックバイオレット3、ベーシックバイオレット10、ベーシックバイオレット14、ベーシックイエロー-57及びベーシックイエロー-87並びにこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。ベーシックレッド51、ベーシックオレンジ31、ベーシックイエロー-87及びこれらの混合物が特に好ましい。

【0121】

アニオン染料としては、例えば、アシッドブラック1、アシッドブルー1、アシッドブルー3、フードブルー5、アシッドブルー7、アシッドブルー9、アシッドブルー74、アシッドオレンジ3、アシッドオレンジ4、アシッドオレンジ6、アシッドオレンジ7、アシッドオレンジ10、アシッドレッド1、アシッドレッド14、アシッドレッド18、アシッドレッド27、アシッドレッド33、アシッドレッド50、アシッドレッド52、アシッドレッド73、アシッドレッド87、アシッドレッド88、アシッドレッド92、アシッドレッド155、アシッドレッド180、アシッドバイオレット2、アシッドバイオレット9、アシッドバイオレット43、アシッドバイオレット49、アシッドイエロー1、アシッドイエロー10、アシッドイエロー23、アシッドイエロー3、フードイエローNo.8、D&CブラウンNo.1、D&CグリーンNo.5、D&CグリーンNo.8、D&CオレンジNo.4、D&CオレンジNo.10、D&CオレンジNo.11、D&CレッドNo.21、D&CレッドNo.27、D&CレッドNo.33、D&Cバイオレット2、D&CイエローNo.7、D&CイエローNo.8、D&CイエローNo.10、FD&Cレッド2、FD&Cレッド40、FD&CレッドNo.4、FD&CイエローNo.6、FD&Cブルー1、フードブラック1、フードブラック2、並びにこれらのアルカリ金属塩（ナトリウム塩、カリウム塩等）及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

【0122】

これらの中でも好ましいアニオン染料は、アシッドブラック1、アシッドレッド52、アシッドバイオレット2、アシッドバイオレット43、アシッドレッド33、アシッドオレンジ4、アシッドオレンジ7、アシッドレッド27、アシッドイエロー3及びアシッドイエロー10並びにこれらの塩である。より好ましいアニオン染料は、アシッドレッド52、アシッドバイオレット2、アシッドレッド33、アシッドオレンジ4及びアシッドイエロー10並びにこれらの塩及び混合物である。

【0123】

ニトロ染料としては、例えば、HCブルーNo.2、HCブルーNo.4、HCブルーNo.5、HC

50

ブルーNo.6、HCブルーNo.7、HCブルーNo.8、HCブルーNo.9、HCブルーNo.10、HCブルーNo.11、HCブルーNo.12、HCブルーNo.13、HCブラウンNo.1、HCブラウンNo.2、HCグリーンNo.1、HCオレンジNo.1、HCオレンジNo.2、HCオレンジNo.3、HCオレンジNo.5、HCレッドBN、HCレッドNo.1、HCレッドNo.3、HCレッドNo.7、HCレッドNo.8、HCレッドNo.9、HCレッドNo.10、HCレッドNo.11、HCレッドNo.13、HCレッドNo.54、HCレッドNo.14、HCバイオレットBS、HCバイオレットNo.1、HCバイオレットNo.2、HCイエロー-No.2、HCイエロー-No.4、HCイエロー-No.5、HCイエロー-No.6、HCイエロー-No.7、HCイエロー-No.8、HCイエロー-No.9、HCイエロー-No.10、HCイエロー-No.11、HCイエロー-No.12、HCイエロー-No.13、HCイエロー-No.14、HCイエロー-No.15、2-アミノ-6-クロロ-4-ニトロフェノール、ピクラミン酸、1,2-ジアミノ-4-ニトロベンゾール、1,4-ジアミノ-2-ニトロベンゾール、3-ニトロ-4-アミノフェノール、1-ヒドロキシ-2-アミノ-3-ニトロベンゾール及び2-ヒドロキシエチルピクラミン酸並びにこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

10

【0124】

分散染料としては、例えば、ディスパースブルー1、ディスパースブラック9及びディスパースバイオレット1及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

【0125】

これらの直接染料は、単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができ、イオン性が異なる直接染料を併用することもできる。

20

【0126】

染毛剤組成物中における直接染料の含有量は、十分な染毛性を得る観点から、好ましくは0.001質量%以上、より好ましくは0.01質量%以上、更に好ましくは0.05質量%以上であり、また、配合性の観点から、好ましくは10質量%以下、より好ましくは7.5質量%以下、更に好ましくは5.0質量%以下、更に好ましくは3.0質量%以下である。

【0127】

染毛剤組成物が染料として直接染料のみを含む場合は、人毛纖維を染色するために酸化剤は不要であるが、人毛纖維の色を明るくしたい場合は、酸化剤を組成物中に含有させることもできる。

【0128】

染毛剤組成物が酸化染料を含む場合、通常は2剤型となり、第1剤は、酸化染料中間体(プレカーサー及びカプラー)及びアルカリ剤を含み、第2剤は過酸化水素等の酸化剤を含む。この2剤は、通常、別々に保管され、人毛纖維を浸漬する前に混合される。

30

【0129】

酸化染料中間体としては、特に制限はなく、染毛製品に通常使用されている公知のいづれかのプレカーサー及びカプラーを好適に使用することができる。

【0130】

プレカーサーとしては、例えば、パラフェニレンジアミン、トルエン-2,5-ジアミン、2-クロロ-パラフェニレンジアミン、N-メトキシエチル-パラフェニレンジアミン、N-フェニルパラフェニレンジアミン、N,N-ビス(2-ヒドロキシエチル)-パラフェニレンジアミン、2-(2-ヒドロキシエチル)-パラフェニレンジアミン、2,6-ジメチル-パラフェニレンジアミン、4,4'-ジアミノジフェニルアミン、1,3-ビス(N-(2-ヒドロキシエチル)-N-(4-アミノフェニル)アミノ)-2-プロパノール、PEG-3,3,2'-パラフェニレンジアミン、パラアミノフェノール、パラメチルアミノフェノール、3-メチル-4-アミノフェノール、2-アミノメチル-4-アミノフェノール、2-(2-ヒドロキシエチルアミノメチル)-4-アミノフェノール、オルトアミノフェノール、2-アミノ-5-メチルフェノール、2-アミノ-6-メチルフェノール、2-アミノ-5-アセトアミドフェノール、3,4-ジアミノ安息香酸、5-アミノサリチル酸、2,4,5,6-テトラアミノピリミジン、2,5,6-トリアミノ-4-ヒドロキシピリミジン、4,5-ジアミノ-1-(4'-クロロベンジル)ピラゾール、4,5-ジアミノ-1-ヒドロキシエチルピラゾール並びにこれらの物質の塩及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。

40

50

【0131】

カプラーとしては、例えば、メタフェニレンジアミン、2,4-ジアミノフェノキシエタノール、2-アミノ-4-(2-ヒドロキシエチルアミノ)アニソール、2,4-ジアミノ-5-メチルフェネトール、2,4-ジアミノ-5-(2-ヒドロキシエトキシ)トルエン、2,4-ジメトキシ-1,3-ジアミノベンゼン、2,6-ビス(2-ヒドロキシエチルアミノ)トルエン、2,4-ジアミノ-5-フルオロトルエン、1,3-ビス(2,4-ジアミノフェノキシ)プロパン、メタアミノフェノール、2-メチル-5-アミノフェノール、2-メチル-5-(2-ヒドロキシエチルアミノ)フェノール、2,4-ジクロロ-3-アミノフェノール、2-クロロ-3-アミノ-6-メチルフェノール、2-メチル-4-クロロ-5-アミノフェノール、N-シクロペンチル-メタアミノフェノール、2-メチル-4-メトキシ-5-(2-ヒドロキシエチルアミノ)フェノール、2-メチル-4-フルオロ-5-アミノフェノール、パラアミノオルトクレゾール、レゾルシン、2-メチルレゾルシン、4-クロロレゾルシン、1-ナフトール、1,5-ジヒドロキシナフタレン、1,7-ジヒドロキシナフタレン、2,7-ジヒドロキシナフタレン、2-イソプロピル-5-メチルフェノール、4-ヒドロキシインドール、5-ヒドロキシインドール、6-ヒドロキシインドール、7-ヒドロキシインドール、6-ヒドロキシベンゾモルホリン、3,4-メチレンジオキシフェノール、2-ブロモ-4,5-メチレンジオキシフェノール、3,4-メチレンジオキシアニリン、1-(2-ヒドロキシエチル)アミノ-3,4-メチレンジオキシベンゼン、2,6-ジヒドロキシ-3,4-ジメチルピリジン、2,6-ジメトキシ-3,5-ジアミノピリジン、2,3-ジアミノ-6-メトキシピリジン、2-メチルアミノ-3-アミノ-6-メトキシピリジン、2-アミノ-3-ヒドロキシピリジン、2,6-ジアミノピリジン並びにこれらの物質の塩及びこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。10
20

【0132】

染毛剤組成物中におけるプレカーサー及びカプラーの含有量は、それぞれ、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上であり、また、好ましくは10質量%以下、より好ましくは7.5質量%以下、更に好ましくは5質量%以下である。

【0133】

染毛剤組成物が酸化染料を含む場合には、更にアルカリ剤を含む。好適なアルカリ剤としては、例えば、アンモニア及びその塩；アルカノールアミン（モノエタノールアミン、イソプロパノールアミン、2-アミノ-2-メチルプロパノール、2-アミノブタノール等）及びこれらの塩；アルカンジアミン（1,3-プロパンジアミン等）及びその塩；並びに炭酸塩（炭酸アニジン、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等）；並びにこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されない。30

【0134】

染毛剤組成物中におけるアルカリ剤の含有量は、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、更に好ましくは1質量%以上であり、また、好ましくは15質量%以下、より好ましくは10質量%以下、更に好ましくは7.5質量%以下である。

【0135】

染毛剤組成物が酸化染料を含む場合における酸化剤を含む組成物（第2剤）は、酸化染料を含む組成物（第1剤）とは別に保管され、人毛纖維を浸漬する前に混合される。好適な酸化剤としては、例えば、過酸化水素、過酸化尿素、過酸化メラミン及び臭素酸ナトリウムが挙げられるが、これらに限定されない。これらの酸化剤の中でも過酸化水素が好ましい。40

【0136】

染毛剤組成物中における酸化剤の含有量は、好ましくは1質量%以上、より好ましくは2質量%以上であり、また、好ましくは15質量%以下、より好ましくは12質量%以下、更に好ましくは9質量%以下である。

【0137】

第1剤と第2剤を別々に保管を行う場合、第2剤の25におけるpHは、好ましくは2以上、より好ましくは2.5以上であり、また、好ましくは6以下、より好ましくは4以下である。このpHは好適な緩衝剤で調整することができる。第1剤と第2剤を混合してなる50

染毛剤組成物の25におけるpHは、好ましくは6以上、より好ましくは6.5以上、更に好ましくは6.8以上であり、また、好ましくは11以下、より好ましくは10.5以下、更に好ましくは10以下である。

【0138】

染毛剤組成物が酸化染料を含む場合、前に例示した直接染料を更に含むこともできる。

【0139】

染毛剤組成物は、好適には、更に以下に示す界面活性剤、コンディショニング成分等を含むことができ、好適には、溶液、エマルジョン、クリーム、ペースト及びムースの形態をとることができる。

【0140】

染毛剤組成物の温度は、染毛剤組成物を人毛纖維内部に効率よく浸透・拡散させ、染毛の効果をより高める観点から、好ましくは0以上、より好ましくは10以上、更に好ましくは20以上であり、また、好ましくは90以下、より好ましくは80以下である。

【0141】

(疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げ)

疎水性付与・低摩擦化のための表面仕上げは、前述の工程(i)~(iii)の後の段階で、工程(iv)の後架橋剤による処理を行う場合には工程(iv)の後の段階で、工程(v)の感触向上のための表面仕上げを行う場合には工程(v)の後の段階で、以下に示す表面仕上げ剤(II)に入毛纖維を浸漬することによって行われる。

【0142】

表面仕上げ剤(II)は、以下の成分(G)及び(C)を含有する。

(G) 以下の化合物(a)~(d)の反応産物であるエポキシアミノシランコポリマー

(a) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリシロキサン

(b) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリエーテル

(c) アミノプロピルトリアルコキシシラン

(d) 以下の第一級及び第二級アミンからなる群より選択される化合物

・第一級アミン：メチルアミン、エチルアミン、プロピレンアミン、エタノールアミン、イソブロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシリルアミン、ドデシリルアミン、オレイルアミン、アニリン、アミノプロピルトリメチルシラン、アミノプロピルトリエチルシラン、アミノモルホリン、アミノプロピルジエチルアミン、ベンジルアミン、ナフチルアミン、3-アミノ-9-エチルカルバゾール、1-アミノヘプタフロロヘキサン、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペントデカフルオロ-1-オクタンアミン

・第二級アミン：メチルエチルアミン、メチルオクタデシルアミン、ジエタノールアミン、ジベンジルアミン、ジヘキシリルアミン、ジシクロヘキシリルアミン、ピペリジン、ピロリジンフタルイミド、ポリマーアミン

(C) 水

【0143】

[成分(G)：エポキシアミノシランコポリマー]

成分(G)のエポキシアミノシランコポリマーは、以下に示す化合物(a)~(d)の反応産物である。

【0144】

<化合物(a)、(b)>

化合物(a)は、少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を含有するポリシロキサンであり、例えば、次の一般式(5)で表されるものが挙げられる。

【0145】

10

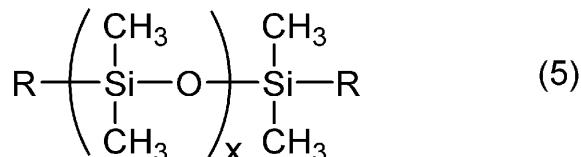
20

30

40

50

【化7】



【0146】

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

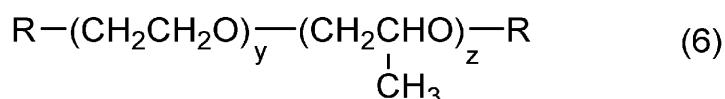
10

【0147】

化合物(b)は、少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を含有するポリエーテルであり、例えば、次の一般式(6)で表されるものが挙げられる。

【0148】

【化8】



【0149】

20

[式中、Rは前記と同じ意味を示し、yは1~100、zは0~100であってy+zが1~200となる数を示す。]

【0150】

一般式(5)及び(6)において、Rが含んでもよいヘテロ原子としては酸素原子が好ましい。Rとしてはオキシラニルメチル基(グリシジル基)、オキシラニルメトキシ基(グリシジルオキシ基)、オキシラニルメトキシプロピル基(グリシジルオキシプロピル基)、オキセタニルメチル基、オキセタニルメトキシ基、オキセタニルメトキシプロピル基、3-エチルオキセタニルメチル基等が挙げられ、なかでも、オキシラニル基を有する、ヘテロ酸素原子を含んでもよい炭素数1~4の炭化水素基が好ましく、オキシラニルメチル基(グリシジル基)、オキシラニルメトキシ基(グリシジルオキシ基)、オキシラニルメトキシプロピル基(グリシジルオキシプロピル基)から選ばれる少なくとも1種が更に好ましい。

30

【0151】

<化合物(c)>

化合物(c)は、アミノプロピルトリアルコキシシランである。化合物(c)におけるアルコキシ基としては、炭素数1~6のものが挙げられ、炭素数2~4のもの、更には炭素数3のものが好ましく、なかでもイソプロポキシ基が好ましい。化合物(c)としては、アミノプロピルトリメトキシシラン、アミノプロピルトリエトキシシラン、アミノプロピルトリプロポキシシラン、アミノプロピルトリイソプロポキシシラン、アミノプロピルトリブロキシシラン、アミノプロピルトリtert-ブトキシシランが挙げられ、なかでもアミノプロピルトリイソプロポキシシランが好ましい。化合物(c)は、いずれかを単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。

40

【0152】

<化合物(d)>

化合物(d)は、以下の第一級及び第二級アミンからなる群より選択される化合物である。

- ・第一級アミン：メチルアミン、エチルアミン、プロピレンアミン、エタノールアミン、イソプロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシリルアミン、ドデシルアミン、オレイルアミン、アニリン、アミノプロピルトリメチルシラン、アミノプロピルトリエチルシラン、アミノモルホリン、アミノエチルジメチルアミン、アミノエチルジエチルアミン、アミノエチルジブチルアミン、アミノプロピルジメチルアミン、アミノプロピル

50

ジエチルアミン、アミノプロピルジブチルアミン、ベンジルアミン、ナフチルアミン、3-アミノ-9-エチルカルバゾール、1-アミノヘプタフルオロヘキサン、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペنتадекаフルオロ-1-オクタンアミン

・第二級アミン：メチルエチルアミン、メチルオクタデシルアミン、ジエタノールアミン、ジベンジルアミン、ジヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ピペリジン、ピロリジンフルタリミド、ポリマーアミン

【0153】

これらのうち、第一級アミンが好ましく、アミノプロピルジエチルアミン、アミノプロピルジメチルアミン、アミノプロピルジブチルアミンから選ばれる1種が更に好ましい。化合物(d)は、いずれかを単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。

10

【0154】

化合物(a)～(d)の反応は、例えば、イソプロパノール等の溶媒中で一定時間還流することによって行われる。ここで、化合物(a)及び(b)のオキシラニル基又はオキセタニル基の化合物(c)のアミノ基に対するモル比は、好ましくは1以上、より好ましくは1.1以上、更に好ましくは1.2以上であり、また、好ましくは4以下、より好ましくは3.9以下、更に好ましくは3.8以下である。

【0155】

成分(G)としては、ポリシリコーン-29のINCI名を有するものが挙げられ、その市販品の例としては、モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ社のSilsoft CLX-E(有効分15質量%、ジプロピレングリコール及び水を含む)が挙げられる。

20

【0156】

表面仕上げ剤(II)における成分(G)の含有量は、人毛纖維に十分な疎水性を与える観点から、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.05質量%以上、更に好ましくは0.10質量%以上、更に好ましくは0.20質量%以上であり、また、べたついた感触を与えない観点から、好ましくは15.00質量%以下、より好ましくは10.00質量%以下、更に好ましくは8.00質量%以下、更に好ましくは6.00質量%以下である。

【0157】

[pH調整剤]

表面仕上げ剤(II)の25におけるpHは、酸性領域又は塩基性領域において成分(G)のトリアルコキシラン部の反応速度を高める観点から、以下の範囲が好ましい。表面仕上げ剤(II)を酸性領域とする場合は、好ましくは1.0以上、より好ましくは1.5以上、更に好ましくは2.0以上であって、好ましくは5.0以下、より好ましくは4.0以下、更に好ましくは3.5以下である。また、表面仕上げ剤(II)を塩基性領域とする場合は、好ましくは7.0以上、より好ましくは7.5以上、更に好ましくは8.0以上であって、好ましくは11.0以下、より好ましくは10.5以下、更に好ましくは10.0以下である。表面仕上げ剤(II)のpHを上記範囲に調整するために、表面仕上げ剤(II)には、適宜pH調整剤を含有することができる。pH調整剤としては、アルカリ剤として、モノエタノールアミン、イソプロパノールアミン、2-アミノ-2-メチルプロパノール、2-アミノブタノール等のアルカノールアミン又はその塩；1,3-プロパンジアミン等のアルカンジアミン又はその塩；炭酸グアニジン、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等の炭酸塩；水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の水酸化物等を使用することができる。また、酸剤として、塩酸、リン酸等の無機酸、塩酸モノエタノールアミン等の塩酸塩；リン酸二水素一カリウム、リン酸一水素二ナトリウム等のリン酸塩、乳酸、リンゴ酸等の有機酸等を使用することができる。

30

40

【0158】

人毛纖維を浸漬する表面仕上げ剤(II)の量は、人毛纖維の質量に対する浴比(表面仕上げ剤(II)の質量/人毛纖維の質量)で、好ましくは2以上、より好ましくは5以上、更に好ましくは10以上であり、また好ましくは100以下、より好ましくは50以下、更に好ましくは20以下である。

【0159】

50

以上の纖維処理方法によって、人毛纖維を処理することにより、人毛纖維内に成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有することで、人毛の自然な見た目を保持したまま、形状持続性、引張弾性率に優れ、人毛纖維本来の伸縮性(粘り強さ)を高度に維持した頭飾製品用人毛纖維を製造することができ、また、当該纖維を用いて頭飾製品を製造することができる。

なお、本発明において頭飾製品としては、例えば、ヘアーウィッグ、かつら、ウィービング、ヘアーエクステンション、ブレードヘア、ヘアーアクセサリー、ドールヘア等が挙げられる。

【0160】

以上述べた実施形態に関し、以下に本発明の好ましい態様を更に開示する。

10

【0161】

<1>

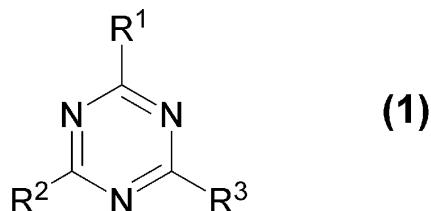
人の頭部から分離された人毛纖維を処理するための纖維処理剤であって、以下の成分(A)及び(B)から生成する縮合物、並びに成分(C)を含有し、濁度が1000NTU以下である、纖維処理剤。

(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【0162】

【化9】



20

【0163】

[式中、R¹～R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

30

(C) : 水

【0164】

<2>

纖維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量が、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは1質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上であり、また、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、更により好ましくは35質量%以下、更により好ましくは30質量%以下である、<1>に記載の纖維処理剤。

40

【0165】

<3>

成分(B)が、好ましくはメラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン、トリメチロールメラミン、ベンゾグアナミン、アセトグアナミン、2,4-ジアミノ-1,3,5-トリアジン、アンメリソ、及び2-クロロ-4,6-ジアミノ-1,3,5-トリアジンから選ばれる少なくとも1種、より好ましくはメラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン及びトリメチロールメラミンから選ばれる少なくとも1種、更に好ましくはメラミンである、<1>又は<2>に記載の纖維処理剤。

【0166】

<4>

纖維処理剤中における成分(B)に由来する構成要素の含有量が、好ましくは0.1質量%以

50

上、より好ましくは1質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上であり、また、好ましくは60質量%以下、より好ましくは50質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、更により好ましくは35質量%以下、更により好ましくは30質量%以下である、<1>～<3>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0167】

<5>

纖維処理剤中における成分(A)に由来する構成要素の含有量と成分(B)に由来する構成要素の含有量の合計が、好ましくは1質量%超、より好ましくは2.5質量%以上、更に好ましくは5質量%以上、更により好ましくは10質量%以上であり、また、好ましくは80質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは60質量%以下、更により好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下である、<1>～<4>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0168】

<6>

成分(B)に由来する構成要素に対する成分(A)に由来する構成要素のモル比(A)/(B)が、好ましくは0.005以上、より好ましくは0.01以上、更に好ましくは0.05以上、更により好ましくは0.1以上であり、また、好ましくは5未満、より好ましくは4以下、更に好ましくは3以下、更により好ましくは2以下である、<1>～<5>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0169】

<7>

成分(A)及び(B)から生成する縮合物の含有量が、好ましくは1質量%超、より好ましくは1.5質量%以上、更に好ましくは2.5質量%以上、更により好ましくは5質量%以上、更により好ましくは10質量%以上であり、また、好ましくは80質量%以下、より好ましくは70質量%以下、更に好ましくは60質量%以下、更により好ましくは50質量%以下、更により好ましくは40質量%以下である、<1>～<6>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0170】

<8>

(C)水を媒体とし、成分(C)の含有量が、好ましくは10質量%以上、より好ましくは20質量%以上、更に好ましくは30質量%以上、更により好ましくは40質量%以上であり、また好ましくは99質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下、更により好ましくは90質量%以下である、<1>～<7>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0171】

<9>

好ましくは、更に以下の成分(D)を含有する、<1>～<8>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

(D)：ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）

【0172】

<10>

成分(D)が、好ましくは一価アルコール、二価アルコール、二価アルコール誘導体、三価以上の多価アルコール、ラクタム、イミダゾリジノン、ピリミジノン、ラクトン、アルキレンカーボネート及び汎用有機溶剤から選ばれる少なくとも1種、より好ましくは二価アルコール、ラクタム及びイミダゾリジノンから選ばれる少なくとも1種、更に好ましくはジエチレングリコール、トリエチレングリコール、N-メチルピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン及びDMMDMヒダントインから選ばれる少なくとも1種である、<9>に記載の纖維処理剤。

【0173】

10

20

30

40

50

< 11 >

成分(D)のハンセンの溶解度パラメータのSP値が、好ましくは35.8 MPa^{1/2}以下、より好ましくは34.7 MPa^{1/2}以下、更に好ましくは29.2 MPa^{1/2}以下であり、また、好ましくは17.8 MPa^{1/2}以上、より好ましくは21.1 MPa^{1/2}以上、更に好ましくは22.0 MPa^{1/2}以上である、< 9 > 又は< 10 > に記載の纖維処理剤。

【 0 1 7 4 】

< 12 >

好ましくは、更にカチオン性界面活性剤を含有する、< 1 > ~ < 11 > のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

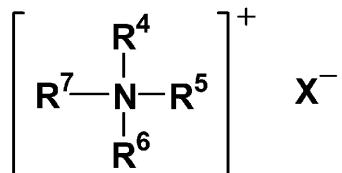
【 0 1 7 5 】

< 13 >

カチオン性界面活性剤が、好ましくは1個の炭素数8~24のアルキル基及び3個の炭素数1~4のアルキル基を有するモノ長鎖アルキル四級アンモニウム塩、より好ましくは下記一般式

【 0 1 7 6 】

【 化 1 0 】



10

20

【 0 1 7 7 】

[式中、R⁴は炭素数8~22の飽和若しくは不飽和の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、R⁸-CO-NH-(CH₂)_m-又はR⁸-CO-O-(CH₂)_m-（R⁸は炭素数7~21の飽和又は不飽和の直鎖又は分岐鎖のアルキル鎖を示し、mは1~4の整数を示す）を示し、R⁵、R⁶及びR⁷は独立して、炭素数1~4のアルキル基、炭素数1~4のヒドロキシルアルキル基を示し、X⁻は塩化物イオン、臭化物イオン、メトサルフェートイオン又はエトサルフェートイオンを示す。]

で表される化合物から選ばれる少なくとも1種、更に好ましくはセチルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘントリモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムプロミド及びステアラミドプロピルトリモニウムクロリドから選ばれる少なくとも1種である、< 12 > に記載の纖維処理剤。

【 0 1 7 8 】

< 14 >

カチオン性界面活性剤の含有量が、好ましくは0.05質量%以上、より好ましくは0.10質量%以上であり、また、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5質量%以下である、< 12 > 又は< 13 > に記載の纖維処理剤。

【 0 1 7 9 】

< 15 >

好ましくは、更にシリコーン、より好ましくはジメチルポリシロキサン及びアミノ変性シリコーンから選ばれる1種以上を含有する、< 1 > ~ < 14 > のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【 0 1 8 0 】

< 16 >

シリコーンの含有量が、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.2質量%以上、更に好ましくは0.5質量%以上であり、また、好ましくは20質量%以下、より好ましくは10質量%以下、更に好ましくは5質量%以下である、< 15 > に記載の纖維処理剤。

【 0 1 8 1 】

< 17 >

30

40

50

好ましくは、更にカチオン性ポリマーを含有する、<1>～<16>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0182】

<18>

カチオン性ポリマーの含有量が、好ましくは0.001質量%以上、より好ましくは0.01質量%以上、更に好ましくは0.05質量%以上であり、また、好ましくは20質量%以下、より好ましくは10質量%以下である、<17>に記載の纖維処理剤。

【0183】

<19>

濁度が、好ましくは500NTU以下、より好ましくは100NTU以下、更に好ましくは20NTU以下である、<1>～<18>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。 10

【0184】

<20>

pHが、好ましくは6.0以上、より好ましくは6.5以上、更に好ましくは7.0以上であり、また、好ましくは12.0以下、より好ましくは11.5以下、更に好ましくは11.0以下である、<1>～<19>のいずれか1項に記載の纖維処理剤。

【0185】

<21>

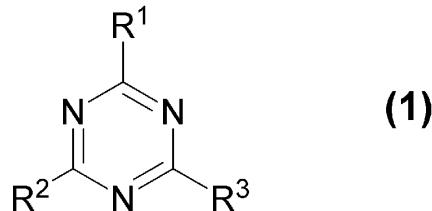
以下の成分(A)～(C)を含有する組成物を、濁度が1000NTU以下となるまで加熱する、人の頭部から分離された人毛纖維を処理するための纖維処理剤の製造方法。 20

(A)：ホルムアルデヒド又はその水和物

(B)：一般式(1)で表されるトリアジン誘導体との縮合物

【0186】

【化11】



30

【0187】

[式中、R¹～R³は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1以上6以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

(C)：水

【0188】

<22>

加熱温度が、好ましくは85以上、より好ましくは88以上、更に好ましくは90以上であり、また、好ましくは120以下、より好ましくは115以下、更に好ましくは110以下である、<21>に記載の纖維処理剤の製造方法。 40

【0189】

<23>

加熱時間が、好ましくは1分以上、より好ましくは5分以上、また、好ましくは20分以下、より好ましくは15分以下である、<21>又は<22>に記載の纖維処理剤の製造方法。

【0190】

<24>

加熱時におけるpHが、好ましくは7.0以上、より好ましくは8.0以上、更に好ましくは9

50

.0以上であり、また、好ましくは13.0以下、より好ましくは12.0以下、更に好ましくは11.0以下である、<21>～<23>のいずれか1項に記載の纖維処理剤の製造方法。

【0191】

<25>

下記工程(i)を含む纖維処理方法。

(i) <1>～<24>のいずれか1項に記載の纖維処理剤に、人の頭部から分離された人毛纖維を浸漬し、前記処理剤の濁度が1000NTU以下である状態を維持したまま処理する工程

【0192】

<26>

好ましくは工程(i)の前に下記工程(0)を行う、<25>に記載の纖維処理方法。

(0) 纖維処理剤を加熱する工程

【0193】

<27>

工程(0)における加熱時間が、調製直後の濁度1000NTU以下の処理剤を加熱して処理剤が濁度1000NTUを超えるまでの加熱時間をTと定義した場合、好ましくは0.2T以上、より好ましくは0.3T以上、更に好ましくは0.4T以上であり、また、好ましくは0.8T以下、より好ましくは0.7T以下、更に好ましくは0.6T以下である、<26>に記載の纖維処理方法。

【0194】

<28>

工程(i)において人毛纖維を浸漬する纖維処理剤の量が、人毛纖維の質量に対する浴比で（纖維処理剤の質量／人毛纖維の質量）で、好ましくは2以上、より好ましくは3以上、更に好ましくは5以上、更により好ましくは10以上、更により好ましくは20以上であり、また好ましくは500以下、より好ましくは250以下、更に好ましくは100以下である、<25>～<27>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

【0195】

<29>

工程(i)における纖維処理剤の温度が、好ましくは30以上、より好ましくは40以上、更に好ましくは50以上であり、また、好ましくは95未満、より好ましくは85以下、更に好ましくは75以下である、<25>～<28>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

【0196】

<30>

工程(i)における浸漬時間が、調製した直後の濁度1000NTU以下の処理剤を加熱して処理剤が濁度1000NTUを超えるまでの加熱時間をTと定義した場合、好ましくは0.3T以上、より好ましくは0.4T以上、更に好ましくは0.45T以上であり、また、好ましくは0.95T以下、より好ましくは0.90T以下、更に好ましくは0.85T以下である、<25>～<29>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

【0197】

<31>

好ましくは、工程(i)の後に下記工程(ii)を行い、工程(i)と工程(ii)を2回以上繰り返す、<25>～<30>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

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

【0198】

<32>

好ましくは、工程(ii)の後に下記工程(iii)を行う、<31>に記載の纖維処理方法。

(iii) 取り出した人毛纖維をすすぐ工程

【0199】

<33>

10

20

30

40

50

好ましくは、工程(iii)のすすぎが成分(D)を含有するすすぎ用組成物を用いて行われる、<32>に記載の纖維処理方法。

(D)：ハンセンの溶解度パラメータのSP値が $16 \text{ MPa}^{1/2}$ 以上 $40 \text{ MPa}^{1/2}$ 以下である有機化合物（ただし、有機塩及びアルデヒド基を有する分子量150以下の化合物を除く）

【0200】

<34>

すすぎ用組成物が、成分(D)以外に水を含有し、すすぎ用組成物中における成分(D)の含有量が、好ましくは60質量%以上、より好ましくは80質量%以上、更により好ましくは95質量%以上である、<33>に記載の纖維処理方法。

【0201】

<35>

好ましくは、工程(i)～(iii)の後、更に下記工程(iv)を行う、<25>～<34>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

(iv) 成分(E)及び(C)を含有する後架橋剤に人毛纖維を浸漬する工程

(E)：ホルムアルデヒド、ホルムアルデヒドの水和物、グリオキシル酸、グリオキシル酸の水和物、グリオキシル酸塩、グリオキサール、グリオキサールの水和物、グルタルアルデヒド、及びグルタルアルデヒドの水和物から選ばれる少なくとも1種のホルムアルデヒド誘導体

(C)：水

【0202】

<36>

後架橋剤中における成分(E)の含有量が、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上、更に好ましくは1質量%以上であり、また好ましくは60質量%以下、より好ましくは40質量%、更に好ましくは20質量%以下である、<35>に記載の纖維処理方法。

【0203】

<37>

後架橋剤の温度が、好ましくは40以上、より好ましくは50以上、更に好ましくは60以上であり、また、好ましくは100未満、より好ましくは99以下である、<35>又は<36>に記載の纖維処理方法。

【0204】

<38>

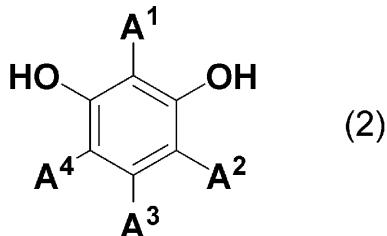
好ましくは、前記工程(i)～(iii)の後に、又は工程(iv)の後に、更に、下記工程(v)を行う、<25>～<37>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

(v) 成分(F)及び(C)を含有する表面仕上げ剤(I)に人毛纖維を浸漬するステップ

(F)：一般式(2)で表されるレゾルシン誘導体

【0205】

【化12】



【0206】

[式中、

A¹～A⁴は、同一でも異なってもよく、水素原子、水酸基、ハロゲン原子、カルボキシリ基若しくはその塩、スルホン酸基若しくはその塩、炭素数1～6の直鎖若しくは分岐鎖

10

20

30

40

50

のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数1～6の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。】

(C) : 水

【0207】

<39>

表面仕上げ剤(I)中における成分(F)の含有量が、好ましくは10質量%以上、より好ましくは20質量%以上、更に好ましくは30質量%以上、更により好ましくは40質量%以上、更により好ましくは50質量%以上であり、また好ましくは98質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下、更により好ましくは90質量%以下、更により好ましくは80質量%以下である、<38>に記載の纖維処理方法。

10

【0208】

<40>

表面仕上げ剤(I)の温度が、好ましくは0以上、より好ましくは20以上、更に好ましくは40以上であり、また、好ましくは80以下、より好ましくは60以下である、<38>又は<39>に記載の纖維処理方法。

【0209】

<41>

好ましくは、工程(i)～(iii)の後に、又は工程(iv)の後に、又は工程(v)の後に、更に、以下の成分(G)及び(C)を含有する表面仕上げ剤(II)に人毛纖維を浸漬する工程を行う、<25>～<40>のいずれか1項に記載の纖維処理方法。

20

(G) 以下の化合物(a)～(d)の反応産物であるエポキシアミノシランコポリマー

(a) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリシロキサン

(b) 少なくとも二つのオキシラニル基又はオキセタニル基を有するポリエーテル

(c) アミノプロピルトリアルコキシラン

(d) 以下の第一級及び第二級アミンからなる群より選択される化合物

- ・第一級アミン：メチルアミン、エチルアミン、プロピレンアミン、エタノールアミン、イソプロピルアミン、ブチルアミン、イソブチルアミン、ヘキシルアミン、ドデシルアミン、オレイルアミン、アニリン、アミノプロピルトリメチルシラン、アミノプロピルトリエチルシラン、アミノモルホリン、アミノプロピルジエチルアミン、ベンジルアミン、ナフチルアミン、3-アミノ-9-エチルカルバゾール、1-アミノヘプタフロロヘキサン、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-ペンタデカフルオロ-1-オクタンアミン

- ・第二級アミン：メチルエチルアミン、メチルオクタデシルアミン、ジエタノールアミン、ジベンジルアミン、ジヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ピペリジン、ピロリジンフタルイミド、ポリマーアミン

(C) 水

【0210】

<42>

好ましくは、成分(G)が、ポリシリコーン-29である、<41>に記載の纖維処理方法。

【0211】

<43>

表面仕上げ剤(II)中における成分(G)の含有量が、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.05質量%以上、更に好ましくは0.10質量%以上、更に好ましくは0.20質量%以上であり、また、好ましくは15.00質量%以下、より好ましくは10.00質量%以下、更に好ましくは8.00質量%以下、更に好ましくは6.00質量%以下である、<41>又は<42>に記載の纖維処理方法。

30

【0212】

<44>

<25>～<43>のいずれか1項に記載の纖維処理方法によって、人毛纖維を処理する工程を含む、頭飾製品用人毛纖維の製造方法。

【0213】

40

50

< 45 >

< 25 > ~ < 43 > のいずれか 1 項に記載の纖維処理方法によって、人毛纖維を処理する工程を含む、頭飾製品の製造方法。

【 0 2 1 4 】

< 46 >

成分(A)及び(B)から生成する縮合物を含有する頭飾製品用人毛纖維。

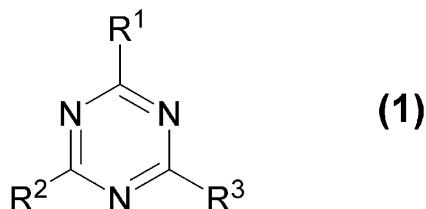
(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【 0 2 1 5 】

【 化 1 3 】

10



【 0 2 1 6 】

[式中、R¹ ~ R³ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

20

【 0 2 1 7 】

< 47 >

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

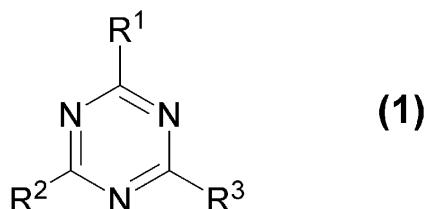
(A) : ホルムアルデヒド又はその水和物

(B) : 一般式(1)で表されるトリアジン誘導体

【 0 2 1 8 】

【 化 1 4 】

30



【 0 2 1 9 】

[式中、R¹ ~ R³ は、同一でも異なってもよく、水素原子、ヒドロキシメチルアミノ基、アミノ基、水酸基、ハロゲン原子、フェニル基、炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基若しくはアルケニル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の直鎖若しくは分岐鎖のアルコキシ基若しくはアルケニルオキシ基を示す。]

40

【 0 2 2 0 】

< 48 >

以下の成分(A) ~ (C)を含有する人毛纖維処理剤。

(A) ホルムアルデヒド 1 ~ 15 質量 %

(B) メラミン、モノメチロールメラミン、ジメチロールメラミン及びトリメチロールメラミンから選ばれる 1 種以上 5 ~ 30 質量 %

(C) 水

【 0 2 2 1 】

50

< 49 >

以下の成分(D)を更に含有する<48>に記載の人毛纖維処理剤。

(D) ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、N-メチルピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン及びDMDMヒダントインから選ばれる1種以上 15~45質量%
【0222】

<50>

<48>又は<49>に記載の人毛纖維処理剤と、成分(E)及び(C)を含有しpHが1.0~4.5である後架橋剤とを含む、人毛纖維処理剤キット。

(E) グリオキシル酸又はホルムアルデヒド1~20質量%

(C) 水 残量

【0223】

10

<51>

好みしくは、更に、成分(G)及び(C)を含有する表面仕上げ剤(II)を含む、<50>に記載の人毛纖維処理剤キット。

(G) ポリシリコーン-29 0.1~15質量%

(C) 水 残量

【0224】

20

<52>

<48>又は<49>に記載の人毛纖維処理剤と、成分(G)及び(C)を含有する表面仕上げ剤(II)とを含む、人毛纖維処理剤キット。

(G) ポリシリコーン-29 0.1~15質量%

(C) 水 残量

【実施例】

【0225】

実施例1~10、比較例1

表1及び2に示す处方の組成物を用い、下記方法に従って人毛纖維を処理し、各種評価を行った。なお、各組成物のpHは、調製した組成物を室温(25)において、そのままpHメーター(HORIBA社製、F-52)で測定した。また、組成物の濁度は、室温(25)において、纖維処理剤をそのままデジタル濁度計(アズワン社製/型番:TB700/測定方法:ISO7027比濁法(90°)準拠/光源:赤外線放射ダイオード(850nm)/検出器:結晶シリコン太陽電池モジュール)の測定セル(25×60mmホウケイ酸ガラス)に入れて測定した。

30

【0226】

<処理方法>

1. 人毛纖維(市販の一般的な人毛100%ウィッグから切り取ったもの)0.5gの長さ22cmの毛束を、纖維処理剤40gが入った容器に浸漬し、容器の口を密閉し、容器ごと所定温度のウォーターバス(製造元:株式会社東洋製作所/型番:TBS221FA)に浸漬し所定の時間加熱した。このときの加熱時間(工程(i))は、約0.45T(Tは前述のとおり)に相当する時間で統一した。

なお、実施例6及び7については、上記1の前にも、約0.30Tに相当する時間加熱(工程(0))した。

40

2. 毛束の入った容器をウォーターバスから取り出し、室温に戻した。

3. 毛束を容器から取り出し、トリエチレングリコール50gの中に30秒間浸漬した後、水道水の30流水にて30秒すぎ、評価用シャンプーで60秒泡立て、水道水の30流水にて30秒すぎ、タオルで軽く水気を切った後、毛束を温風ドライヤー(テスコム社製、Nobby ホワイトNB3000)でコーミングしながら乾かした。この時点で、毛束は直毛のままであった。

【0227】

<後架橋処理>(実施例7のみ)

4. 上記の処理を行った毛束を、後架橋剤40gが入った容器に浸漬し、容器の口を密閉し、容器ごと所定温度のウォーターバス(製造元:株式会社東洋製作所/型番:TBS22

50

1 FA)に浸漬し所定の時間加熱した。

5. 毛束の入った容器をウォーターバスから取り出し、室温に戻した。

6. 毛束を容器から取り出し、水道水の30 流水にて30秒すぎ、評価用シャンプーで60秒泡立て、水道水の30 流水にて30秒すぎ、タオルで軽く水気を切った後、毛束を温風ドライヤー(テスコム社製、Nobby ホワイトNB3000)でコーミングしながら乾かした。この時点で、毛束は直毛のままであった。

【0228】

[評価方法]

<纖維引張時の伸縮性(粘り強さ)の維持>

纖維引張時の伸縮性(粘り強さ)の指標として、平均破断伸度、すなわち引張で纖維が延伸されていったときに元の纖維長に対して何%延伸されたところで破断が起こるか、を複数本(10本)の纖維で評価したときの平均値を用いた。評価は、上記<処理方法>(実施例7については<処理方法>及び<後架橋処理>)で処理された直後の毛束を用いて、以下の手順を行った。

1. 毛束の根本から、纖維10本を切り取った。それぞれの纖維の根本と毛先の中間付近から3cmの纖維片を採取し、合計で10個の3cmの毛髪片を得た。これらの毛髪片を20 65%RHの室内に12時間以上静置した。

2. 纖維片をDIA-STRON limited社製「MTT690 纖維自動引張り試験機」にセットして自動測定を開始し、纖維が乾いた状態での平均破断伸度を求めた。数値が高いほど、伸縮性が高く粘り強さに優れ、耐久性にも優れることを示す。

【0229】

(評価基準)

比較例1の未処理毛と比較した、纖維引張時の伸縮性(粘り強さ)の差分をX(%)として表中に記載した。Xの数値は正負いずれの場合もありうる。Xが正の場合はXの数値が大きいほど、Xが負の場合はXの絶対値が小さいほど、伸縮性が高く粘り強さに優れ、耐久性にも優れることを示す。

すなわち、市販品から切り取ったそのままの状態(未処理)での纖維引張時の平均破断伸度(A%)を基準とし、処理後の毛束の平均破断伸度(B%)が、未処理の状態からどの程度(X%)減少したかを、表中に「纖維引張時の伸縮性(粘り強さ)減少量をX(%)」として記載した。

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

【0230】

<健常毛に近い纖維引張弾性率の実現>

纖維引張弾性率の評価は、上記<処理方法>で処理された直後の毛束を用いて行った。また、数値としては複数本(10本)の纖維で評価したときの平均値を用いた。評価は、以下の手順で行った。

1. 毛束の根本から、纖維10本を切り取った。それぞれの纖維の根本と毛先の中間付近から3cmの纖維片を採取し、合計で10個の3cmの毛髪片を得た。これらの毛髪片を20 65%RHの室内に12時間以上静置した。

2. 纖維片をDIA-STRON limited社製「MTT690 纖維自動引張り試験機」にセットして自動測定を開始し、纖維が乾いた状態での纖維引張弾性率を求めた。

3. 上記手順2までで求めた纖維引張弾性率をE₁とし、健常毛()で同様に求めた纖維引張弾性率をE₀としたときに、纖維引張弾性の指標として、

$$\text{纖維引張弾性健常化率 } E = (E_1 / E_0) \times 100 [\%]$$

を定義する。Eの値が100%に近いほど、纖維が健常化されており、自然なハリコシがあつて外力による延伸に強く、耐久性にも優れることを示す。

健常毛としては、化学処理をしたことのない20歳日本人女性から採取した根元部分3 0cmの毛髪10本を使用し、上記と同様に纖維片を採取し測定を行った。一方、今回用いた人毛纖維(未処理毛)は、比較例1に示したとおり、弾性率が健常毛より低くなつたが、これは市販ウィッグから採取したため、すでに損傷を受けていることによるものと考え

10

20

30

40

50

られる。

【0231】

<形状付与>

熱形状記憶能の評価は、上記<処理方法>（実施例7については<処理方法>及び<後架橋処理>）で処理された直後の毛束を用いて行った。

・I：形状付与（カール）

1. 人毛纖維0.5gの長さ22cmの毛束を30℃の水道水で30秒間濡らした後、濡れた毛束を直径14mmのプラスチック製ロッドに巻き付け、クリップで固定した。

2. ロッドに巻き付けられた毛束ごと60℃のウォーターバス（製造元：株式会社東洋製作所／型番：TBS221FA）に浸漬し1分間加熱した。 10

3. 毛束をウォーターバスから取り出し、25℃の水に1分間浸漬し、室温に戻した。

4. 毛束をロッドから外し、クシを3回通した後、吊して真横から写真を撮った。

【0232】

(評価基準)

未処理の毛束長さをL₀（22cm）、処理後の毛束長さをLとして、次式に従って求められるカールアップ率=毛束長さ減少率（I）（%）をカールの巻き強さと定義した。

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

A : 20 I

B : 15 I < 20

C : 10 I < 15

D : 5 I < 10

E : I < 5

【0233】

・II：再形状付与（ストレート）

1. Iで評価した毛束に対し、クシを通して絡まりをとった後に、実測温度180℃のフラットアイロン（三木電器産業株式会社製／型番：AHI-938）で5cm/secの速度で6回スライドした。

2. 水道水の30℃流水にて30秒すぎ、評価用シャンプーで60秒泡立てた後、水道水の30℃流水にて30秒すぎ、タオルドライした。

3. 人毛纖維の自然な形状が出るよう振動を与えながら乾かし（ドライヤー不使用）、クシを通した後、吊して真横から目視観察した。 30

【0234】

(評価基準)

A : カールが残ってあらず、完全に直毛化している

B : フラットアイロン処理前よりはカールは弱くなっているが、完全に直毛化はしていない

C : カール毛のままであり、処理前と形状の変化なし

【0235】

<III：再再形状付与（カール）>

1. IIで評価した毛束を30℃の水道水で30秒間濡らした後、濡れた毛束を直径14mmのプラスチック製ロッドに巻き付け、クリップで固定した。

2. ロッドに巻き付けられた毛束ごと60℃のウォーターバス（製造元：株式会社東洋製作所／型番：TBS221FA）に浸漬し1分間加熱した。 40

3. 毛束をウォーターバスから取り出し、25℃の水に1分間浸漬し、室温に戻した。

4. 毛束をロッドから外し、クシを3回通した後、吊して真横から写真を撮った。

【0236】

(評価基準)

未処理の毛束長さをL₀（22cm）、処理後の毛束長さをLとして、次式に従って求められるカールアップ率=毛束長さ減少率（I）（%）をカールの巻き強さと定義した。

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

A : 20 I
 B : 15 I < 20
 C : 10 I < 15
 D : 5 I < 10
 E : I < 5

【0237】

<評価用シャンプーの処方>

成分	(質量%)	
ラウレス硫酸ナトリウム	15.5	
ラウラミドDEA	1.5	10
安息香酸ナトリウム	0.5	
EDTA-2Na	0.3	
リン酸	pH7に調整する量	
イオン交換水	バランス	
合計	100	

【0238】

<表面感触の良さ>

感触の評価は<形状持続性>の評価直後の毛束を用い、手で触れた際の感触の滑らかさについて、専門パネラー5名が下記基準によって評価し、5名の合計値を評価結果とした。

(評価基準)

- 5：未処理繊維に比べてきわめて滑らかな手触りである
- 4：未処理繊維に比べて滑らかな手触りである
- 3：未処理繊維に比べてわずかに滑らかな手触りである
- 2：未処理繊維の手触りと変わらない
- 1：未処理繊維よりもざらつき・きしみがあり手触りが劣る

【0239】

20

20

30

40

50

【表1】

		実施例							比較例
		1	2	3	4	5	6	7	1
処理剤 (質量%) (*1)	(A) ホルムアルデヒド (B) メラミン (C) 水 (D) トリエチレングリコール pH調整剤 塩酸又は水酸化ナトリウム 合計	5.0 14.0 残量 30.7 *2 100	4.2 14.0 残量 30.7 *2 100	3.5 14.0 残量 30.7 *2 100	3.5 14.0 残量 30.7 *2 100	3.5 14.0 残量 30.7 *2 100	3.5 14.0 残量 30.7 *2 100	3.5 14.0 残量 30.7 *2 100	3.5 14.0 残量 30.7 *2 100
pH(25°C) モル比 (A)/(B) 処理剤製造(強度 1000 以下)のための加熱 工程①の加熱(強度 1000 以下の処理剤を繊維処理前に加熱) 浴比(人毛繊維に対する処理剤の質量比)	9.0 1.5 90°C10min 90°C10min なし 80	9.0 1.25 90°C10min 90°C10min なし 80	9.0 1.05 90°C10min 90°C10min なし 80						
加熱条件 繊維浸漬中の処方濃度が 1000NTU を超えないための対応 取り出し時又は剤取り替え時に繊維洗浄後に使用した溶剤 (浴比 1:100 で浸漬洗浄)	90°C30min 90°C30min × 1	65°C120min 65°C120min × 1	65°C30min 65°C30min × 1	65°C120min 65°C120min × 1	65°C60min 65°C60min × 1	65°C120min 65°C120min × 1	65°C120min 65°C120min × 1	65°C120min 65°C120min × 1	65°C120min 65°C120min × 1
後架橋剤 (質量%) 合計 pH(25°C)	(E) グリオキシル酸 (C) 水 pH調整剤 水酸化ナトリウム 合計 pH(25°C)	繊維取出 トリエチレン グリコール							
処理方法 加熱条件									
効果 形状付与 表面感触の良さ	耐久性向上 I:形狀付与(カール) II:再形状付与(ストレート) III:再再形状付与(カール)	繊維引張時の伸縮性(粘り強さ)減少量 [%] 繊維引張弹性(健常化率 [%])	-17.8 95 B A B 15	-14.1 99 A A A 16	-13.5 98 C A C 17	-8.3 105 A A A 19	-15.4 101 B A B 15	-5.9 98 A A B 18	-5.6 88 E - - 20 10

*1: 加熱前の組成を示す
*2: pH 調整量

【0240】

【表2】

			実施例		
			8	9	10
処理剤 (質量%) (*1)	(A)	ホルムアルデヒド	0.2	0.5	2.0
	(B)	メラミン	0.8	2.0	8.0
	(C)	水	残量	残量	残量
	(D)	トリエチレングリコール	30.7	30.7	30.7
	pH調整剤	塩酸又は水酸化ナトリウム	*2	*2	*2
	合計		100	100	100
	pH(25°C)		9.0	9.0	9.0
	モル比(A)/(B)		1.05	1.05	1.05
処理剤製造(濁度1000以下)のための加熱			90°C10min	90°C10min	90°C10min
処理方法	工程(0)の加熱(濁度1000以下の処理剤を纖維処理前に加熱)			なし	なし
	浴比(人毛纖維に対する処理剤の質量比)			80	80
	加熱条件			65°C240min ×1	65°C240min ×1
	纖維浸漬中の処方濁度が1000NTUを超えないための対応			纖維取出	纖維取出
	取り出し時又は剤取り替え時に纖維洗浄に使用した溶剤 (浴比1:100で浸漬洗浄)			トリエチレン グリコール	トリエチレン グリコール
効果	耐久性向上	纖維引張時の伸縮性(粘り強さ)減少量[%]	-0.2	-2.2	-5.6
		纖維引張弾性健常化率[%]	90	92	96
	形状付与	I:形状付与(カール)	D	B	A
		II:再形状付与(ストレート)	A	A	A
		III:再再形状付与(カール)	D	B	A
	表面感触の良さ		18	17	16

*1: 加熱前の組成を示す

*2: pH調整量

10

20

30

40

【0241】

実施例11、比較例2

表3に、前記<処理方法>の「1」において、組成物の濁度が1000NTUを超えないように工程(i)と工程(ii)を複数回繰り返した実施例と、工程(i)の途中で組成物の濁度が1000NTUを超えた後もそのまま加熱を継続した比較例を示す。

実施例11は、工程(i)で組成物の濁度が1000NTUを超える前に人毛纖維を取り出し、更に、新たな同様の組成物に交換して同様の加熱処理を行い、組成物の濁度が1000NTUを超える前に人毛纖維を取り出す、という操作を行った(合計2回の加熱処理を行った)以外は、前記<処理方法>と同様にして人毛纖維処理を行った。

比較例2は、工程(i)で組成物の濁度が1000NTUを超えた後も白濁した組成物のまま加熱を継続した以外は、前記<処理方法>と同様にして人毛纖維処理を行った。

【0242】

50

【表3】

			実施例	比較例
			11	2
処理剤 (質量%) (*1)	(A)	ホルムアルデヒド	3.5	3.5
	(B)	メラミン	14.0	14.0
	(C)	水	残量	残量
	(D)	トリエチレングリコール	30.7	30.7
	pH調整剤	塩酸又は水酸化ナトリウム	*2	*2
	合計		100	100
	pH(25°C)		9.0	9.0
	モル比 (A)/(B)		1.05	1.05
	処理剤製造(濁度 1000 以下)のための加熱		90°C10min	90°C10min
処理方法	工程(0)の加熱(濁度 1000 以下の処理剤を纖維処理前に加熱)		なし	なし
	浴比(人毛纖維に対する処理剤の質量比)		80	80
	加熱条件		65°C120min × 2	65°C240min × 1
	纖維浸漬中の処方濁度が 1000NTU を超えないための対応		剤交換	なし(白濁)
	取り出し時又は剤取り替え時に纖維洗浄に使用した溶剤 (浴比 1:100 で浸漬洗浄)		トリエチレン グリコール	トリエチレン グリコール
効果	耐久性向上	纖維引張時の伸縮性(粘り強さ)減少量 [%]	-15.1	-21.4
		纖維引張弹性健常化率 [%]	96	112
	形狀付与	I : 形状付与(カール)	A	A
		II : 再形狀付与(ストレート)	A	A
		III : 再再形狀付与(カール)	A	A
	表面感触の良さ		15	8

*1: 加熱前の組成を示す

*2:pH 調整量

10

20

30

40

50

【0243】

比較例 2 は纖維引張時の伸縮性(粘り強さ)減少量が -21.4、表面感触の良さが 8 と、実施例 11 に比べ劣るものであった。また纖維引張弹性健常化率は、112 と最も好ましい 100 から大きく乖離しているが、これは表面に硬い樹脂層が形成されたことにより健常毛と比較し硬くなりすぎたことを示している。

【0244】

実施例 12(表面仕上げ処理)

実施例 4 で処理した後の人毛纖維に対し、表 4 に示す表面仕上げ剤を用いて処理を行い、各種評価を行った。

【0245】

<処理方法>

1. 毛束を、表面仕上げ剤 40g が入った容器に浸漬し、室温で 30 分間静置した。
2. 毛束を容器から取り出し、家庭用の遠心脱水機(超高速脱水機 パワフルスピンドライ APD-6.0 / アルミス社製)で 5 分間脱水した(スピントロット法)。
3. 毛束を脱水機から取り出し、60℃ 設定のオーブン(ステンレス窓付強制対流乾燥器; アズワン社製、SOFW-450)にて 3 時間加熱した。
4. 毛束をオーブンから取り出し、室温に戻した。
5. 毛束を 30℃ 流水にて 30 秒すすぎ、タオルで軽く水気を切った後、毛束を温風ドライヤー(テスコム社製、Nobby ホワイト NB3000)でコーミングしながら乾かした。

【 0 2 4 6 】

【表 4】

			実施例 12
表面仕上げ剤 (質量%)	(G)	ポリシリコーン-29	5.0
	(C)	水	残量
	合計		100
	pH(25°C)		4.0
処理方法	表面仕上げ処理の方法		スピンドルコート
効果	耐久性向上	繊維引張時の伸縮性(粘り強さ)減少量 [%]	-8.8
	表面感触の良さ		24

10

20

30

40

50

フロントページの続き

F ターム（参考） 4L033 AA03 AB01 BA09 BA20 CA36 CA64