(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년04월30일
(11) 등록번호 10-1390244
(24) 등록일자 2014년04월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D06P 5/06 (2006.01) *A41G 3/00* (2006.01)
D01F 4/00 (2006.01) *D06P 3/04* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2008-7026271
(22) 출원일자(국제) 2007년04월02일
심사청구일자 2012년03월14일
(85) 번역문제출일자 2008년10월27일
(65) 공개번호 10-2008-0110653
(43) 공개일자 2008년12월18일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2007/057373
(87) 국제공개번호 WO 2007/114422
국제공개일자 2007년10월11일
(30) 우선권주장
JP-P-2006-100929 2006년03월31일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP06146177 A*
JP2006037325 A*
JP03085422 U
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
가부시키가이샤 가네카
일본국 오사카후 오사카시 기타쿠 나카노시마 2쵸메 3반 18고
(72) 발명자
카노 아키
일본국 효고켄 타카사고시 이마이치 2쵸메 8반 27고
(74) 대리인
하영욱

전체 청구항 수 : 총 11 항 심사관 : 조호정

(54) 발명의 명칭 **염색된 재생 콜라겐 섬유, 인공 모발, 염색된 재생 콜라겐 섬유의 염료 정착 처리 방법**

(57) 요 약

본 발명의 염색된 재생 콜라겐 섬유는 염료에 의해 착색된 재생 콜라겐 섬유로서, 염료 견뢰성이 우수한 재생 콜라겐 섬유이다. 본 발명의 일국면은 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물, 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유이다.

특허청구의 범위

청구항 1

폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 화합물과

재생 콜라겐 섬유의 카르복실산기와의 수소 결합을 구비하는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유.

청구항 2

제 1 항에 있어서, JIS L-0848에 준거한 알칼리성 인공 땀액을 이용한 나일론 백포 및 면 백포에 대한 견뢰도 시험에 있어서 견뢰도의 판정은 2급 이상인 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 상기 화합물을 1~20%omf 함유하는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 상기 염색된 재생 콜라겐 섬유는 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 균염성 산성 염료, 밀링 산성 염료, 크롬 염료 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 염료에 의해 염색된 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유.

청구항 5

제 1 항에 있어서, 상기 염색된 재생 콜라겐 섬유는 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종의 염료이며 상기 선택된 종에 속하는 복수의 다른 염료에 의해 염색된 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 기재된 염색된 재생 콜라겐 섬유로 이루어지는 것을 특징으로 하는 인공 모발.

청구항 7

염색된 재생 콜라겐 섬유를, pH가 5 ~ 10의 범위로 조정되어 있는 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물, 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 화합물의 수용액에 침지하고, 소정 온도에서 건조하는 공정을 구비하는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유의 염료 정착 처리 방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서, 상기 수용액의 pH는 8~10의 범위로 조정되어 있는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유의 염료 정착 처리 방법.

청구항 9

제 7 항에 있어서, 상기 재생 콜라겐 섬유는 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 균염성 산성 염료, 밀링 산성 염료, 크롬 염료 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 염료를 70℃ 이하의 수용액에 침지하여 염색된 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유의 염료 정착 처리 방법.

청구항 10

재생 콜라겐 섬유를 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 균염성 산성 염료, 밀링 산성 염료, 크롬 염료 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 염료의 70℃ 이하의 수용액에 침지하여 염색하는 염색공정; 및

염색된 재생 콜라겐 섬유를 pH가 5 ~ 10의 범위로 조정되어 있는 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아

민과 디시안디아미드의 축합물, 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 화합물의 수용액에 침지하고, 건조하는 염료정착공정;을 구비하는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유의 제조 방법.

청구항 11

제 10 항에 있어서, 상기 수용액의 pH가 8 ~ 10의 범위로 조정되어 있는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유의 제조 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 염색 견뢰성이 우수한 염색된 재생 콜라겐 섬유 및 인공 모발, 및, 염색된 재생 콜라겐 섬유의 염료 정착 처리 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 단백질 섬유인 재생 콜라겐 섬유는 그 여러 특성이 인모와 비슷하기 때문에 인공 모발 원료로서의 사용에 적합하다. 인공 모발 원료의 용도에 이용되는 섬유에는 발색성이나 촉감 등의 높은 미감성이 요구된다.

[0003] 단백질 섬유는 일반적으로 염색법에 의해 착색된다. 염색법으로서는 단백질 섬유를 70~100℃로 유지한 염료 수용액에 침지 처리하는 염색법이 이용되고 있다.

[0004] 구체적으로는, 예를 들면 이하의 특허문헌 1에는 균염성을 향상시키기 위한 효소 등을 함유시킨 염료 수용액에 양모를 침지시키고, 100℃에서 60분간 펄펄 끓여 염색하는 방법이 기재되어 있다.

[0005] 또한, 이하의 특허문헌 2에는 특정 처리제를 이용함으로써 양모, 캐시미어 모, 견사 등의 단백질 섬유를 종래의 염색 온도보다 저온인 70~90℃의 온도 범위에서 염색하는 방법이 기재되어 있다. 또한, 그 실시예로는 양모를 특정 처리제로 처리한 후, 염색 온도 85℃에서 염색한 예가 개시되어 있다.

[0006] 이와 같이, 종래의 단백질 섬유의 일반적인 염색 방법에 있어서는 특수한 처리제를 이용해도 70℃를 초과하는 고온에서 처리하지 않으면 염료를 충분히 흡진시킬 수 없었다.

[0007] 상기와 같은 70℃를 초과하는 고온 조건을 필요로 하는 염색 방법을 이용하여 재생 콜라겐 섬유를 염색한 경우, 재생 콜라겐 섬유가 수축된다는 문제가 있었다.

[0008] 상기 문제점을 해결하기 위해 본 발명자들은 재생 콜라겐 섬유를 70℃ 이하의 온도에서 염색하는 것을 시험해 보았지만, 염색 온도가 낮은 경우에는 재생 콜라겐 섬유와 염료의 화학 반응이 불충분해져 염료 견뢰성이 저하된다는 문제가 발생했다. 그리고, 염료 견뢰성이 낮은 재생 콜라겐 섬유를 인공 모발로서 이용한 경우에는 땀 등의 수분에 의해 재생 콜라겐 섬유 중의 염료가 접촉된 의복으로 이행되는 현상이 발생할 우려가 있었다.

[0009] 따라서, 재생 콜라겐 섬유의 착색법으로서는 재생 콜라겐 섬유의 용액 방사 공정에 있어서 카본 블랙 등의 안료를 분산시켜 착색하는 방법밖에 실용화되어 있지 않았다. 그러나, 상기 안료를 이용한 착색 방법으로는 착색할 수 있는 색의 범위가 흑색 및 회색 등의 무채색으로 한정되고, 적색, 황색, 청색, 자색 등의 유채색이나 깊이감 있는 흑색 등을 선명하게 발색시키는 것이 어려웠다.

[0010] 특허문헌 1 : 일본 특허 공개 평2-216282호 공보

[0011] 특허문헌 2 : 일본 특허 공개 평7-126988호 공보

발명의 상세한 설명

[0012] 본 발명은 염색된 재생 콜라겐 섬유에 있어서 염료 견뢰성, 특히 땀 염료 견뢰성이 우수한 재생 콜라겐 섬유를 얻는 것을 목적으로 한다.

[0013] 본 발명의 일국면은 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물, 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유이다.

실 시 예

[0014] 이하에 본 발명의 일 실시 형태의 염색된 재생 콜라겐 섬유를 구체적으로 설명한다.

[0015] 본 실시 형태의 재생 콜라겐 섬유는 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물, 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물을 함유하는 염색된 재생 콜라겐 섬유이다.

[0016] 재생 콜라겐 섬유는 콜라겐 원료를 가용화 처리하여 얻어지는 가용화 콜라겐 용액을 무기염 수용액 중에 토출시킴으로써 재생 콜라겐 섬유를 석출시키고, 또한 단관능 에폭시 화합물 등으로 불용화 처리함으로써 얻어진다. 재생 콜라겐 섬유로서는 우피(牛皮)로부터 유래되는 재생 콜라겐 섬유가 특히 바람직하다. 우피로부터 유래되는 재생 콜라겐 섬유는 입수가 용이한 점에서 특히 인공 모발로서 바람직하게 이용할 수 있다.

[0017] 재생 콜라겐 섬유의 구체적인 형태로서는 분말 형상, 또는 필라멘트 형상, 스테이플 형상, 또는 스테이플을 방적한 실 형상의 것 등을 들 수 있다. 또한, 이것들을 각각 단독으로, 또는 조합시켜 제직 또는 편직한 포백, 끈, 부직포의 상태로 한 것이어도 좋다. 또한, 재생 콜라겐 섬유의 제조법에 대해서는 뒤에 상세하게 설명한다.

[0018] 재생 콜라겐 섬유를 염색하기 위한 염료는 특별히 한정되지 않지만, 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 균염성 산성 염료, 밀링 산성 염료, 크롬 염료 및 반응 염료로부터 선택되는 적어도 1종의 염료가 재생 콜라겐 섬유에 흡진되기 쉽다는 점으로부터 바람직하게 이용된다.

[0019] 상기 1:1형 금속 착염 염료는 1~2개의 술폰산기를 갖고, 크롬이나 코발트 등의 금속 1원자가 염료 1분자에 배위 결합되어 있는 것을 화학 구조상의 특징으로 하는 염료이다.

[0020] 상기 1:1형 금속 착염 염료의 구체예로서는, 예를 들면 치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 Neolan이나, 미츠이 BASF 센료(주)제 PalatinFast 등을 그 대표예로서 들 수 있다. 이들 중에서는 Neolan이 특히 재생 콜라겐 섬유에 흡진되기 쉬운 점으로부터 바람직하다.

[0021] 또한, 상기 1:2형 금속 착염 염료란 크롬이나 코발트 등의 금속 1원자가 염료 2분자에 배위 결합되어 있는 것을 화학 구조상의 특징으로 하는 염료이고, 술폰산기를 갖는 것과 술폰산기를 갖지 않는 것이 있다.

[0022] 상기 1:2형 금속 착염 염료의 구체예로서 술폰산기를 갖지 않는, 예를 들면 치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 Irgalan이나 스미토모 카가쿠 코교(주)제의 Lanyl, 닛폰 카야쿠(주)제의 Kayakalan, 미츠이 BASF 센료(주)제의 Lanafast, Acidol, 호도가야 카가쿠 코교(주)제의 Aizen Anilon, Dystar제의 Isolan K, 클라리언트 재팬(주)제 Lanasyn 등을 대표예로서 들 수 있다. 또한, 술폰산기를 갖는 것으로서는, 예를 들면 치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 Lanacron S, 스미토모 카가쿠 코교(주)제의 Lanyl W, 닛폰 카야쿠(주)제의 Kayalax, 미츠이 BASF 센료(주)제의 Acidol M, 다이스타 재팬(주)제의 Isolan S, 클라리언트 재팬(주)제의 Lanasyn S 등을 대표예로서 들 수 있다. 이들 중에서는 술폰산기를 갖지 않는 것, 특히 그중에서도 Irgalan이 재생 콜라겐 섬유에 흡진되기 쉬운 점으로부터 바람직하다.

[0023] 또한, 상기 균염성 산성 염료란 수용성 음이온 염료 중에서 비교적 분자량이 작고, 양모, 나일론 등의 폴리아미드 섬유에 대하여 친화성이 높으며, 셀룰로오스 섬유에 대하여 친화성이 낮은 염료이다. 구체적으로는, 예를 들면 다이스타 재팬(주)제의 Telon, Supranol, 스미토모 카가쿠 코교(주)제의 Suminol Leveling, Aminyl E, 닛폰 카야쿠(주)제의 Kayacyl, 미츠이 BASF 센료(주)제의 Mitsui Acid, Mitsui Nylon Fast, Nylomine A/B, 치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 Tection, 클라리언트 재팬(주)제의 Sandlan E, Nylosan E 등을 대표예로서 들 수 있다. 이들 중에서는 Telon이 재생 콜라겐 섬유에 흡진되기 쉬운 점으로부터 바람직하다.

[0024] 또한, 상기 밀링형 산성 염료로서는 구체적으로는, 예를 들면 스미토모 카가쿠 코교(주)제의 Suminol Milling, 닛폰 카야쿠(주)제의 Kayanol Milling, 미츠이 BASF 센료(주)제의 Mitsui Acid Milling, Carbolan, 치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 Polar, 클라리언트 재팬(주)제의 Sandlan Milling 등을 대표예로서 들 수 있다. 이들 중에서는 Suminol Milling이 재생 콜라겐 섬유에 흡진되기 쉬운 점으로부터 바람직하다.

[0025] 또한, 상기 크롬 염료란 1~2개의 술폰산기를 갖고, 주로 3가 크롬에 의해 금속 착염을 형성하는 것이 가능한 기를 갖는 것을 화학 구조상의 특징으로 하며, 산성 매염 염료로도 불리는 것이고, 습윤 견뢰도나 내광성이 우수한 염료이다.

[0026] 상기 크롬 염료의 구체예로서는, 예를 들면 다이스타 재팬(주)제의 Dimond 등을 들 수 있다.

[0027] 또한, 상기 반응성 염료란 섬유 중의 관능기와 반응하여 공유 결합에 의해 염착되는 염료이다.

[0028] 상기 반응성 염료에 함유되는 관능기로서는 비닐술폰기, 클로로트리아진기 등을 들 수 있다.

[0029] 상기 반응성 염료의 구체예로서는, 예를 들면 비닐술폰기를 갖는 반응성 염료인 치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 Lanasol, Eriofast, 다이스타 재팬(주)제의 Levafix E, Remazol 등을, 클로로트리아진기를 갖는 반응성 염료인 치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 Cibacron 등을 대표예로서 들 수 있다. 이들 중에서는 비닐술폰기를 갖는 반응성 염료, 특히 Lanasol, Remazol이 산성 조건화에 있어서도 가수 분해를 일으키기 어렵고, 또한 재생 콜라겐 섬유에 흡진되기 쉬운 점으로부터 바람직하다.

[0030] 또한, 상기 각종 염료 중에서는 특히 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종의 염료로서, 상기 선택된 종에 속하는 복수의 다른 염료를 이용하여 원하는 색을 얻기 위한 염료 수용액을 조제하는 것이 바람직하다. 이러한 경우에는 배합되는 각 염료 각각이 재생 콜라겐 섬유에 흡진되기 쉽기 때문에 원하는 색으로 조색하는 자유도가 높은 점으로부터 특히 바람직하다.

[0031] 본 실시 형태에 있어서의 염색된 재생 콜라겐 섬유는, 예를 들면 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 균염성 산성 염료, 밀링 염료, 크롬 염료 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 염료를 함유하는 염료 수용액을 조제하고, 재생 콜라겐 섬유를 30~70℃, 바람직하게는 50~70℃, 더욱 바람직하게는 55~65℃의 상기 염료 수용액에 소정 시간 침지함으로써 염색된다.

[0032] 염료 수용액은 상기 각 염료를 열탕으로 용해하거나 중탕함으로써 물에 용해하여 목적으로 하는 색을 얻기 위한 염료 배합 및 농도로 조정된다.

[0033] 상기 염료 수용액의 용매인 물은 공업용수를 이용해도 좋고, 이온 교환수 등의 순도가 높은 물을 이용해도 좋다.

[0034] 또한, 상기 염료 수용액은 pH2~10, 더욱 바람직하게는 pH2.5~10의 범위에서 적절히 pH 조정되는 것이 바람직하다. 이러한 범위에서 pH 조정함으로써 섬유의 변성에 의한 수축이나 섬유가 가수 분해됨으로 인한 기계적 특성의 저하를 억제할 수 있다. 상기 pH의 조정에는, 예를 들면 포름산, 아세트산, 황산, 수산화나트륨, 탄산 나트륨 등이 이용된다.

[0035] 또한, 상기 각종 염료에 적합한 pH의 범위로서는 1:1형 금속 착염 염료의 경우에는 2~4, 더욱 바람직하게는 2.5~4, 더욱 바람직하게는 2.5~3.5이고, 1:2형 금속 착염 염료의 경우에는 3~7, 더욱 바람직하게는 4~7이며, 균염성 산성 염료의 경우에는 3~5, 더욱 바람직하게는 3.5~4.5이고, 크롬 염료의 경우에는 3~5, 더욱 바람직하게는 3.5~4.5이며, 반응 염료의 경우에는 3~10, 더욱 바람직하게는 4~9이다.

[0036] 다음으로, 염료 수용액에 재생 콜라겐 섬유를 침지하는 방법에 대해서 설명한다.

[0037] 재생 콜라겐 섬유는 상기한 바와 같이 조제된 염료 수용액에 침지된다.

[0038] 침지되는 재생 콜라겐 섬유가 방사시의 오일링 처리에 의해 유제(油劑) 등이 부착된 것일 경우에는 정련 공정에 의해 부착된 유제 등을 미리 제거해두는 것이 바람직하다. 유제를 제거해 둠으로써 염료의 흡진성 및 염색 견뢰도를 향상시킬 수 있다.

[0039] 상기 정련 공정은 재생 콜라겐 섬유를 소정 농도의 정련용 계면활성제를 함유하는 수온 40~50℃의 수용액 중에 소정 시간, 예를 들면 5~20분간 침지 처리함으로써 행해진다.

[0040] 그리고, 재생 콜라겐 섬유를 염료 수용액에 침지한다. 염료 수용액의 액온은 30~70℃의 범위인 것이 바람직하다. 또한, 상기 각종 염료는 30~70℃와 같은 낮은 온도에서도 재생 콜라겐 섬유에 충분히 흡진된다. 따라서, 재생 콜라겐 섬유의 변성에 의한 수축을 억제할 수 있기 때문에 재생 콜라겐 섬유의 촉감을 저하시키지 않고 염색할 수 있다. 종래의 염색 방법과 같이 액온이 70℃를 초과하는 염료 수용액으로 염색 처리한 경우에는 재생 콜라겐 섬유가 변성되어 대폭 수축되기 때문에 인공 모발과 같은 미감을 필요로 하는 용도에 이용하는 것은 어려웠지만, 70℃ 이하의 염료 수용액으로 염색 처리함으로써 수축을 억제할 수 있어, 외관의 미감이 필요한 인공 모발에도 실용적으로 이용할 수 있다. 또한, 염료 수용액의 온도가 30℃ 미만인 경우에는 염색에 지나치게 시간이 걸리고, 또한 염료 흡진률이 저하될 우려가 있다.

[0041] 염료 수용액에 침지할 때의 욕비(浴比)로서는 1:10~1:100이고, 1:20~1:60 정도인 것이 흡진 속도가 빠른 점으로부터 더욱 바람직하다.

[0042] 그리고, 염료 수용액에 침지된 재생 콜라겐 섬유는 염료를 소정 비율로 흡진 할 때까지, 예를 들면 30~120분간 정도 침지된 후 염료 수용액으로부터 인출된다.

[0043] 다음으로, 염색된 재생 콜라겐 섬유에 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물, 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물을 함유시킴으로써 염료를 정착시키는 처리를 행한다. 이들 화합물은 흡진된 염료를 재생 콜라겐 중에 정착시키는 정착제로서 작용한다. 저온에서 염색된 재생 콜라겐 섬유는 염료 견뢰성이 낮고, 또한 종래 염색된 단백질 섬유의 정착제로서 알려진 황산 알루미늄, 탄산 알루미늄, 타닌계 화합물, 디시안디아미드 화합물 등과 같은 정착제로는 염료 견뢰도를 충분히 향상시킬 수 없지만, 상기 화합물을 정착제로서 이용함으로써 염색된 재생 콜라겐 섬유에 높은 염료 견뢰성을 부여할 수 있다.

[0044] 상기 염료를 정착시키는 처리로서는 상기 화합물의 수용액에 염색된 콜라겐 섬유를 침지한 후 소정 시간 경과 후에 인출하고, 또한 소정 온도에서 건조하는 방법을 들 수 있다.

[0045] 폴리알킬렌폴리아민 화합물로서는 폴리메틸렌폴리아민이나 폴리에틸렌폴리아민 등의 폴리알킬렌폴리아민이 이용되고, 시판품으로서는 예를 들면 메이세이 카가쿠 코교(주)제의 픽스오일 RGS 등을 들 수 있다.

[0046] 또한, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물 또는 그 산부가염의 구체예로서는 디에틸렌트리아민과 디시안디아미드의 축합물이나 트리에틸렌테트라아민과 디시안디아미드의 축합물 등을 들 수 있고, 그 산부가염으로서는 상기 축합물의 염산염, 황산염 등의 무기산염이나, 아세트산염, 옥살산 등의 유기산염 등을 들 수 있다.

[0047] 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물, 또는 그 산부가염에 의한 염색된 재생 콜라겐 섬유에 대한 염색 견뢰도 향상 효과의 작용은 상기 화합물이 염료에 대하여 이온 결합됨과 아울러 재생 콜라겐 섬유와 반 데르 발스의 힘, 수소 결합, 배위 결합, 화학 결합에 의해 염료의 용출을 방지하여 염료를 정착시킨다고 생각되고 있다. 특히, 재생 콜라겐 섬유의 카르복실산기와 강고한 수소 결합을 형성하기 때문에 염료의 정착 효과가 크다고 생각된다. 또한, 예를 들면 정착제로서 타닌을 이용한 경우에 토주석과 혼합됨으로써 섬유의 바깥층에 피막을 형성하고 섬유 내부의 염료의 용출을 방지한다고 생각되고 있지만, 타닌과 토주석의 혼합계를 이용해도 미반응, 미고착 상태의 염료가 많을 경우에는 정착 효과가 낮다고 생각된다.

[0048] 폴리알킬렌폴리아미드 화합물, 디시안디아미드 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물 또는 그 산부가염은 각각 단독으로 이용해도 좋고, 2종 이상을 조합시켜 이용해도 좋다. 이 경우에는 상기 각각의 화합물의 수용액에 순차적으로 재생 콜라겐 섬유를 침지하는 것이 바람직하다.

[0049] 상기 화합물의 수용액의 액온으로서는 50~70℃, 바람직하게는 55~65℃인 것이 바람직하고, 침지 시간은 10~30분간인 것이 바람직하다. 이러한 조건에서 처리함으로써 섬유의 수축을 억제할 수 있다. 또한, 상기 화합물의 수용액의 pH로서는 5~10, 더욱 바람직하게는 8~10, 특히 바람직하게는 8.5~9.5 정도인 것이 상기 화합물과 염료 또는 재생 콜라겐 섬유의 결합이 강해져 염료 견뢰성이 향상되는 점으로부터 바람직하다.

[0050] 또한, 상기 화합물의 수용액의 농도로서는 1~10질량%, 더욱 바람직하게는 2~5질량%인 것이 염료 견뢰도를 충분히 향상시킬 수 있는 점으로부터 바람직하다.

[0051] 또한, 상기 수용액의 농도는 종래 섬유 처리의 분야에서 알려져 있는 정착제의 수용액 농도(예를 들면, 1% 미만)에 비해 비교적 높은 것이다. 이 이유는 재생 콜라겐 섬유는 친수성이 높기 때문에 물을 흡수하기 쉽고, 염료를 높은 비율로 흡진시켜도 일단 흡진된 염료가 물에 재용해되어 물과 함께 염료가 빠져나가기 쉽다. 따라서, 재생 콜라겐 섬유를 높은 농도의 상기 화합물의 수용액으로 처리함으로써 흡진된 염료의 재용해를 억제하고, 염료 견뢰도를 보다 향상시킬 수 있다.

[0052] 그리고, 정착제 수용액에 소정 시간 침지된 재생 콜라겐 섬유는 정착제 수용액으로부터 인출된 후, 그 후 수세되고, 탈수·건조된다.

[0053] 상기 화합물의 재생 콜라겐 섬유로의 부착량으로서는 1~20%omf, 더욱 바람직하게는 3~15%omf 정도인 것이 염료 견뢰도를 충분히 향상시킬 수 있는 점으로부터 바람직하다.

[0054] 다음으로, 재생 콜라겐 섬유의 제조 방법에 대해서 상세하게 설명한다.

[0055] 재생 콜라겐 섬유를 얻기 위한 콜라겐 원료로서는, 예를 들면 동물의 상피(床皮) 부분이 이용된다. 상피로서는 소 등의 동물을 도살하여 얻어지는 신선한 상피나 염장된 생피(生皮)로부터 얻어지는 상피가 이용된다. 이들 상피는 대부분이 불용성 콜라겐 섬유로 이루어지지만, 통상 메시 형상으로 부착되어 있는 육질 부분을

제거하거나, 부패나 변질 방지를 위해서 이용한 염분을 제거하는 처리를 한 후에 이용된다.

[0056] 상기 처리에 의해 얻어지는 불용성 콜라겐 섬유는 글리세리드, 인지질, 유리 지방산 등의 지질, 당 단백질, 알부민 등의 콜라겐 이외의 단백질 등, 불순물을 함유한다.

[0057] 이들 불순물은 섬유화됨에 있어서 방사 안정성, 광택이나 강신도 등의 품질, 악취 등에 악영향을 끼친다. 따라서, 불용성 콜라겐 섬유를 석회에 담가서 지방분을 가수 분해함으로써 콜라겐 섬유를 푼 후, 산 또는 알칼리 처리, 효소 처리, 용제 처리 등의 피혁 처리를 실시함으로써 미리 불순물을 제거해 두는 것이 바람직하다.

[0058] 다음으로, 피혁 처리가 실시된 불용성 콜라겐은 가교되어 있는 펩티드부를 절단하기 위한 가용화 처리가 실시된다. 가용화 처리의 방법으로서는 알칼리 가용화법이나 효소 가용화법 등이 이용된다.

[0059] 불순물이 적은 재생 콜라겐을 얻기 위해서는 가용화 처리된 콜라겐에 pH의 조정, 염석, 수세나 용제 처리 등을 더 실시하는 것이 바람직하다.

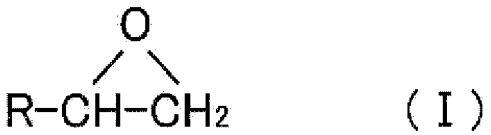
[0060] 얻어진 가용화 콜라겐은, 예를 들면 1~15질량%, 바람직하게는 2~10질량% 정도의 원액이 되도록 염산, 아세트산, 락트산 등의 산으로 pH2~4.5로 조정된 산성 용액을 이용하여 용해된다. 얻어지는 가용화 콜라겐 수용액에는 기계적 강도의 향상, 내수성 또는 내열성의 향상, 광택성의 개량, 방사성의 개량, 착색 방지, 방부 등을 목적으로 하여 필요에 따라 안정제, 수용성 고분자 화합물 등의 첨가제가 배합되어도 좋다.

[0061] 그리고, 얻어진 가용화 콜라겐 수용액을, 예를 들면 방사 노즐이나 슬릿을 통해 무기염 수용액 중에 토출시킴으로써 재생 콜라겐 섬유가 형성된다.

[0062] 무기염 수용액으로서는, 예를 들면 황산 나트륨, 염화나트륨, 황산 암모늄 등의 수용성 무기염의 10~40질량% 수용액이 바람직하게 이용된다.

[0063] 재생 콜라겐 섬유는 단관능 에폭시 화합물 등으로 가교됨으로 인한 불용화 처리되어 있는 것이 바람직하다.

[0064] 상기 단관능 에폭시 화합물의 구체예로서는, 예를 들면 산화에틸렌, 산화프로필렌, 산화부틸렌, 산화이소부틸렌, 산화옥텐, 산화스티렌, 산화메틸스티렌, 에피클로로히드린, 에피브로모히드린, 글리시돌 등의 올레핀 산화물류, 글리시딜메틸에테르, 부틸글리시딜에테르, 옥틸글리시딜에테르, 노닐글리시딜에테르, 운데실글리시딜에테르, 트리데실글리시딜에테르, 펜타데실글리시딜에테르, 2-에틸헥실글리시딜에테르, 알릴글리시딜에테르, 페닐글리시딜에테르, 크레실글리시딜에테르, t-부틸페닐글리시딜에테르, 디브로모페닐글리시딜에테르, 벤질글리시딜에테르, 폴리에틸렌옥시드글리시딜에테르 등의 글리시딜에테르류, 포름산 글리시딜에스테르, 아세트산 글리시딜에스테르, 아크릴산 글리시딜에스테르, 메타크릴산 글리시딜에스테르, 안식향산 글리시딜에스테르 등의 글리시딜에스테르류, 글리시딜아미드류 등을 들 수 있다. 상기 단관능 에폭시 화합물 중에서도 재생 콜라겐 섬유의 흡수율을 보다 저하시키기 위해 하기 일반식(Ⅰ)로 나타내어지는 단관능 에폭시 화합물이 바람직하게 이용된다.



(Ⅰ)

[0065]

[0066] (식 중 R은 R^1-, R^2-O-CH_2- 또는 R^2-COO-CH_2-로 나타내어지는 치환기를 나타내고, 상기 치환기 중 R^1은 탄소수 2 이상의 탄화수소기 또는 CH_2Cl, R^2는 탄소수 4 이상의 탄화수소기를 나타냄)

[0067] 상기 일반식(Ⅰ)로 나타내어지는 화합물의 구체예로서는 산화부틸렌, 산화 이소부틸렌, 산화스티렌, 에피클로로히드린, 부틸글리시딜에테르, 옥틸글리시딜에테르, 메타크릴산 글리시딜에스테르 등을 들 수 있지만, 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0068] 또한, 상기 일반식(Ⅰ) 중의 R^1이 탄소수 2 이상 6 이하의 탄화수소기 또는 CH_2Cl인 산화부틸렌, 에피클로로히드린 등이나, R^2가 탄소수 4 이상 6 이하의 탄화수소기인 부틸글리시딜에테르, 페닐글리시딜에테르 등의 단관능 에폭시 화합물은 반응성이 높고, 보다 단시간에 의한 처리가 가능해지는 것이나 수중에서의 처리가 비교적 용이해지는 것 등으로부터 특히 바람직하게 이용된다.

[0069] 사용되는 단관능 에폭시 화합물의 양은 재생 콜라겐 섬유 중의 단관능 에폭시 화합물과 반응 가능한 아미노기의 양에 대하여 0.1~500당량, 바람직하게는 0.5~100당량, 더욱 바람직하게는 1~50당량이다. 또한, 상기 아미노기의 양은 아미노산 분석법에 의해 측정된다. 상기 단관능 에폭시 화합물의 양이 0.1당량 미만인 경우 재생 콜라겐 섬유의 물에 대한 불용화 효과가 충분하지 않고, 반대로 단관능 에폭시 화합물의 양이 500당량을 초과하는 경우 불용화 효과는 만족할 수 있지만, 공업적인 취급성이나 환경면에서 바람직하지 못하다.

[0070] 상기 단관능 에폭시 화합물은 물을 반응 용제로서 용해하여 이용된다.

[0071] 한편, 단관능 에폭시 화합물 처리에 있어서는 처리액의 pH가 콜라겐 섬유의 등전점인 중성 부근으로부터 멀어져 감에 따라 처리액의 콜라겐 섬유에 대한 염석 효과가 현저하게 저하되는 경향이 있다. 특히, 단관능 에폭시 화합물과 콜라겐아미노기의 반응 속도가 매우 빨라지는 고pH 영역에서는 그 효과가 매우 커서 콜라겐 섬유가 팽윤되어 펩티드 결합이 가수 분해되기 쉬워지고, 제작된 섬유의 흡수율이 높아서 목적으로 하는 물성, 예를 들면 흡수율 100% 이하의 섬유가 얻어지지 않는 경향이 있다. 따라서, 단관능 에폭시 화합물에 의한 처리는 또한 무기염을 수산화나트륨의 첨가량에 따라 얻어지는 재생 콜라겐 섬유의 흡수율이 100% 이하가 되는 양을 첨가하여 처리를 개시할 필요가 있다.

[0072] 무기염으로서는 황산 나트륨, 염화나트륨, 황산 암모늄 등을 들 수 있고, 공업적인 취급이 편한 점으로부터 황산 나트륨이 바람직하다.

[0073] 무기염의 얻어지는 재생 콜라겐 섬유의 흡수율이 100% 이하가 되는 양이란 무기염의 종류, 온도, pH 등에 따라 다르지만, 임의로 설정한 온도, pH에 있어서 콜라겐 섬유의 팽윤을 억제하고, 콜라겐 섬유가 염석되기 쉬우며, 또한 콜라겐 섬유의 함수율이 260% 이하가 되는 무기염 농도 영역을 가리킨다. 이 무기염의 첨가량은 사용하는 재생 콜라겐 섬유의 처리액 중에서의 팽윤도나 함수율을 측정함으로써 결정할 수 있다. 팽윤도는 재생 콜라겐 섬유의 굵기를 시각으로 평가하고, 반응액에 넣기 전의 상태로부터 크게 굵어지지 않는 것이 바람직하다.

[0074] 구체적으로는, 무기염의 첨가량은 반응액의 수산화나트륨 농도가 0.001N 이상 0.05N 미만인 경우에는 13질량% 이상, 바람직하게는 15질량% 이상, 더욱 바람직하게는 17질량% 이상이고, 수산화나트륨 농도가 0.05N 이상 0.15N 미만인 경우에는 15질량% 이상, 바람직하게는 17질량% 이상, 더욱 바람직하게는 19질량% 이상이며, 수산화나트륨 농도가 0.15N 이상 0.35 미만인 경우에는 16질량% 이상, 바람직하게는 19질량% 이상이고, 수산화나트륨 농도가 0.35N 이상 0.8N 이하인 경우에는 19% 이상이 필요하다. 또한, 무기염의 첨가량의 상한은 25℃에 있어서의 포화 농도이다. 무기염의 농도가 상기 영역 외인 경우 처리액의 콜라겐 섬유에 대한 염석 효과가 현저하게 저하됨으로써 콜라겐 섬유가 팽윤되어 펩티드 결합이 가수 분해되기 쉬워지고, 제작된 섬유의 흡수율이 100% 보다 커져서 목적으로 하는 물성의 섬유가 얻어지지 않는 경향이 있다.

[0075] 또한, 얻어지는 재생 콜라겐 섬유의 흡수율은 100% 이하이고, 90% 이하가 바람직하다. 흡수율이 100%보다 큰 경우, 섬유를 습윤시켰을 때에 탄성이 없고, 컬 등의 형상 유지력이 약해지는 경향이 있다.

[0076] 또한, 필요에 따라 재생 콜라겐 섬유에 수세를 실시한다. 수세는 재생 콜라겐 섬유에 부착 또는 흡착된 무기염, 미반응 단관능 에폭시 화합물, 단관능 에폭시 화합물 유래 분해물을 제거할 수 있다는 이점이 있다.

[0077] 이어서, 본 발명에 이용되는 재생 콜라겐 섬유로서는 또한 상기 재생 콜라겐 섬유를 공지의 금속염 무두질, 구체적으로는 알루미늄염 수용액, 크롬염 수용액, 지르코늄염 수용액에 침지하여 처리된 것이 바람직하다. 이 처리에 의해 습윤시의 재생 콜라겐 섬유에 탄성이 가해지고, 습촉감(濕觸感)이 개량되며, 컬 셋팅 등의 형상 부여가 양호해진다.

[0078] 상기 금속염 무두질로서는 특히 알루미늄염 수용액으로 처리된 것이 바람직하다. 알루미늄염 수용액으로 금속 무두질 처리가 실시된 재생 콜라겐 섬유를 이용하여 염색 처리를 실시한 경우에는 투명감이 있는 발색을 얻을 수 있고, 특히 유채색의 발색성이 우수한 점으로부터 바람직하다.

[0079] 금속 알루미늄염 처리는 처리 종료 후의 섬유에 함유되는 알루미늄염이 산화 알루미늄(Al_2O_3)으로 환산하여 2~40 질량%가 되도록 행하는 것이 바람직하고, 5~20질량%가 되도록 행하는 것이 보다 바람직하다. 재생 콜라겐 섬유에 함유되는 알루미늄염이 산화 알루미늄으로 환산하여 2질량% 미만에서는 습촉감이 불량해지고, 컬 셋팅 등의 형상 부여가 약해진다. 또한, 40질량%를 초과할 경우에는 처리 후의 섬유가 단단해져 촉감을 손상시켜 버린다.

[0080] 여기에서 이용하는 알루미늄염에는 특별히 제한은 없지만, 황산 알루미늄, 염화 알루미늄, 및 피혁 무두질에서 일반적으로 이용되고 있는 시판의 알루미늄 무두질제가 바람직하게 이용된다. 이들 알루미늄은 단독으로, 또는 2종 이상 혼합하여 이용할 수 있다. 이 알루미늄염 수용액의 알루미늄염 농도로서는 산화 알루미늄으로 환산하

여 0.3~40질량%가 바람직하고, 0.5~20질량%가 보다 바람직하다. 이 알루미늄염의 농도는 0.3질량% 미만에서는 재생 콜라겐 섬유 중의 알루미늄 함량이 적어지기 때문에 습촉감이 불량해지고, 컬 셋팅 등의 형상 부여가 약해지는 경향이 있으며, 40질량%보다 크면 섬유가 단단해져 촉감이 나빠지는 경향이 있다.

[0081] 이 알루미늄염 수용액에 재생 콜라겐 섬유를 침투하는 시간은 10분간 이상이 바람직하고, 30분간 이상이 보다 바람직하다. 침지 시간이 10분간 미만에서는 알루미늄염의 반응이 진행되기 어렵고, 재생 콜라겐 섬유의 습촉감 개선이 불충분해져 컬 셋팅 등의 형상 부여가 저하되는 경향이 있다. 또한, 침지 시간의 상한에는 특별히 제한은 없지만, 25시간으로 알루미늄염의 반응은 충분히 진행되고, 습촉감이 양호해져 컬 셋팅 등의 형상 부여도 양호해지기 때문에 침지 시간은 25시간 이내가 바람직하다.

[0082] 또한, 알루미늄염이 재생 콜라겐 섬유 중에 급격하게 흡수되어 농도 편차를 발생시키지 않도록 하기 위해 염화나트륨, 황산 나트륨, 염화칼륨 등의 무기염을 적절히 상기 알루미늄염의 수용액에 0.1~20질량%, 바람직하게는 3~10질량%의 농도가 되도록 첨가해도 좋다. 또한, 알루미늄염의 수중에서의 안정성을 양호하게 하기 위해 포름산 나트륨이나 구연산 나트륨 등의 유기염을 적절히 상기 알루미늄염의 수용액에 0.1~2질량%, 바람직하게는 0.2~1질량%의 농도가 되도록 첨가해도 좋다.

[0083] 알루미늄염으로 처리된 재생 콜라겐 섬유는 그 다음에 수세, 오일링, 및 건조 처리된다. 수세는 10분간~4시간 유수 수세함으로써 행할 수 있다. 오일링에 이용하는 유제로서는, 예를 들면 아미노 변성 실리콘, 에폭시 변성 실리콘, 폴리에테르 변성 실리콘 등의 에멀션 및 플루로닉형 폴리에테르계 정전 방지제로 이루어지는 유제 등을 이용할 수 있다. 건조 온도는 바람직하게는 100℃ 이하, 더욱 바람직하게는 75℃ 이하, 건조시의 하중은 1dtex에 대하여 0.01~0.25g중, 바람직하게는 0.02~0.15g중의 중력하에서 행하는 것이 바람직하다.

[0084] 여기에서, 수세를 실시하는 것은 염에 의한 유제의 석출을 방지하거나, 건조 기 내에서 건조시에 재생 콜라겐 섬유로부터 염이 석출되고, 이러한 염에 의해 재생 콜라겐 섬유에 끊어짐이 발생하거나, 생성한 염이 건조기 내에서 비산되어 건조기 내의 열교환기에 부착되어서 전열계수가 저하되는 것을 방지하기 위해서이다. 또한, 오일링을 실시한 경우에는 건조시에 있어서의 섬유의 교착 방지나 표면성의 개선에 효과가 있다.

[0085] 상기한 바와 같이 하여 얻어지는 본 실시 형태의 재생 콜라겐 섬유는 우수한 발색성을 나타내고, 또한 수축 등이 억제된 미감이 우수한 것이다. 또한, 염료 견뢰도가 높은 것이다. 구체적으로는, 후술하는 땀에 대한 염색견뢰도 시험에 있어서 2급 이상, 나아가서는 4급 이상인 우수한 염료 견뢰성을 나타낸다.

[0086] 따라서, 미감이 중요한 요소가 되는 각종 헤어 액세서리, 구체적으로는 예를 들면 가발이나 헤어피스 등의 머리장식 제품 또는 인형 헤어 등에 이용되는 인공 모발로서 바람직하게 사용할 수 있다.

[0087] 〔실시예〕

[0088] 이하, 실시예에 의해 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예에 조금도 한정되는 것이 아니다.

[0089] 우선, 본 실시예에서 이용한 각종 염료를 이하에 나타낸다.

[0090] (1:1형 금속 착염 염료)

[0091] ·Neolan Yellow GR 175%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 컬러 인덱스(C.I) 99의 염료)

[0092] ·Neolan Bordeaux RM 200%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 C.I 194의 염료)

[0093] ·Neolan Blue 2G 250%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 C.I 158의 염료)

[0094] (1:2형 금속 착염 염료)

[0095] ·Irgalan Yellow GRL 200%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 C.I 116의 염료)

[0096] ·Irgalan Bordeaux EL 200%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 C.I 251의 염료)

[0097] ·Irgalan Blue 3GL 200%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 C.I 171의 염료)

[0098] (반응 염료)

[0099] ·Levafix Brilliant Blue E-BRAN(다이스타 재팬(주)제의 C.I 114의 염료)

[0100] ·Levafix Brill.Red E-RN gran(다이스타 재팬(주)제)

[0101] ·Levafix Golden Yellow E-G(다이스타 재팬(주)제의 C.I 27의 염료)

[0102] ·Eriofast RedB(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제)

[0103] ·Cibacron Red P-BN GRAN(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제)

[0104] ·Lanasol Red 6G(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 C.I 84의 염료)

[0105] (크롬 염료)

[0106] ·Dimond BlackT01(다이스타 재팬(주)제)

[0107] (밀링 염료)

[0108] ·Polar Blue RLS 200%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제)

[0109] ·Polar Red B 125%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제의 C.I 249의 염료)

[0110] ·Polar Yellow 4G 160%(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제)

[0111] ·Suminol Milling Brilliant Red 3BN(치바 스페셜리티 케미칼즈(주)제)

[0112] (균염성 산성 염료)

[0113] ·Telon Red FRL Micro(다이스타 재팬(주)제)

[0114] ·Telon Red M-BL 168% FRL(다이스타 재팬(주)제)

[0115] ·Supranol Yellow 4GL(다이스타 재팬(주)제)

[0116] (직접 염료)

[0117] ·SiriusBlackVSFH/C(다이스타 재팬(주)제)

[0118] 이하에 본 실시예에서 이용한 재생 콜라겐 섬유의 제조 방법을 설명한다.

[0119] <재생 콜라겐 섬유의 제조>

[0120] 소의 상피를 원료로 하여 알칼리로 가용화한 가죽편 1200g(콜라겐분 180g)에 30질량%로 희석한 과산화수소 수용액 30g을 투입 후, 락트산 수용액으로 용해하여 pH3.5, 고형분 7.5질량%로 조정한 원액을 제작했다. 상기 원액을 감압하에서 교반 탈포기((주)덴트제 8DMV형)를 이용하여 교반 탈포 처리한 후, 피스톤식 방사 원액 탱크에 이송하고, 또한 감압하에서 정치(靜置)하며, 탈포를 행했다. 이러한 원액을 피스톤으로 압출한 후 기어 펌프를 이용하여 정량 송액하고, 구멍 지름 10㎛의 소결 필터로 여과 후 구멍 지름 0.275㎜, 구멍 길이 0.5㎜, 구멍 수 300의 방사 노즐을 통과시키며, 황산 나트륨 20질량%를 함유하여 이루어지는 25℃의 응고욕(붕산 및 수산화나트륨으로 pH11로 조정)에서 방출 속도 5m/분으로 토출했다.

[0121] 다음으로, 얻어진 재생 콜라겐 섬유(300개, 20m)를 에피클로로히드린((주)나카라이 테스크제) 1.7질량%, 수산화나트륨((주)나카라이 테스크제) 0.8질량%, 및 황산 나트륨((주)토소사제) 19질량%를 함유한 수용액 4kg에 25℃에서 4시간, 액을 유동시키면서 침지했다.

[0122] 그리고, 금속 무두질을 하기 위해 상기 침지된 재생 콜라겐 섬유를 인출하여 30분간 유수 수세한 후, 염기성 황산 알루미늄(BASF사제 Lutan-BN, 이하 동일) 6질량%, 및 포름산 나트륨((주)나카라이 테스크사제) 0.5질량%를 함유한 수용액 4kg에 30℃에서 15시간, 액을 유동시키면서 침지했다.

[0123] 그리고, 얻어진 섬유를 2시간 유수하에서 수세했다.

[0124] 다음으로, 제작한 섬유의 일부를 아미노 변성 실리콘의 에멀션 및 플루로닉형 폴리에테르계 정전 방지제로 이루어지는 유제를 채운 욕조에 침지하여 유제를 부착시킨 후, 50℃로 설정한 열풍 대류식 건조기(타바이 에스펙(주)제 PV-221) 내부에서 섬유 다발의 한쪽 끝을 고정시키고, 다른쪽 끝에 섬유 1개에 대하여 2.8g의 추를 매달아 2시간 긴장 하에서 건조시켜 단섬도 78dtex 총섬도 87만dtex의 재생 콜라겐 섬유를 얻었다.

[0125] [실시예, 비교예, 및 참고예]

[0126] 상기한 바와 같이 하여 얻어진 재생 콜라겐 섬유를 이하의 방법에 의해 염색 처리했다.

[0127] <염색 처리>

[0128] 상기 얻어진 재생 콜라겐 섬유의 섬유 다발을 정련제((주)카오제, 중성 세제) 1~2g/ℓ를 함유하는 욕에서 40~50℃로 10~15분간 처리함으로써 상기 유제를 제거하고 충분히 수세한 후, 열풍 건조기 내에서 60℃로 30분간 건조하여 염색 전의 재생 콜라겐 섬유 다발을 얻었다.

[0129] 다음으로, 상기 유제가 제거된 재생 콜라겐 섬유의 섬유 다발로부터 섬유 길이 20㎝이고 5g의 섬유 다발을 모속(毛束)으로 하고, 그 한쪽 끝을 결속 밴드로 고정했다.

[0130] 한편, 미리 물에 용해한 표 1에 기재된 각각의 염료를 이용하여 염색제 수용액을 포트 염색기 내에서 조제했다. 그리고, 상기 염색제 수용액을 표 1에 기재된 pH로 조정하고, 또한 욕비 1:40이 되도록 액량을 조정했다. 이때의 수용액 온도는 20~30℃였다. 그리고, 상기 수용액에 섬유 다발을 침지했다.

[0131] 다음으로, 상기 섬유 다발이 침지된 염료 수용액을 표 1에 기재된 각각의 염색 온도까지 승온 속도 3℃/분 정도로 승온시켰다. 그리고, 그 염색 온도에서 60분간 처리하고, 얻어진 섬유를 인출하여 10분간 수세했다.

[0132] <정착 처리>

[0133] 상기 염색 처리에 있어서 10분간 수세 처리된 염색된 재생 콜라겐 섬유를 이하의 어느 하나의 처리법에 의해 처리했다.

[0134] (실시예 : 폴리알킬렌폴리아민 수용액(pH9)에 의한 처리)

[0135] 물 100질량부에 폴리알킬렌폴리아민(메이세이 카가쿠 코교(주)제의 픽스오일 RGS) 4질량부를 용해하고, 이어서 탄산 나트륨을 첨가하여 pH9의 3.8% 폴리알킬렌폴리아민 수용액을 얻었다. 그리고, 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지 처리한 후, 섬유를 인출하여 10분간 수세했다. 그리고, 수세 후 균열형(均熱型) 건조기로 60℃에서 1시간 건조시킴으로써 재생 콜라겐 섬유에 10%omf의 폴리알킬렌폴리아민을 함유시켰다.

[0136] (실시예 : 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드 축합물의 염산염 수용액에 의한 처리)

[0137] 물 100질량부에 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드 축합물의 염산염(토우카이 세이유(주)의 네오실크픽스 85) 2.5질량부를 용해하고, 또한 pH9로 조정하여 3.8% 폴리알킬렌폴리아민-디시안디아미드 축합물 염산염 수용액을 얻었다. 그리고, 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지 처리한 후, 섬유를 인출하여 10분간 수세했다. 그리고, 수세 후 균열형 건조기로 60℃에서 1시간 건조시킴으로써 재생 콜라겐 섬유에 8%omf의 상기 축합물의 염산염을 함유시켰다.

[0138] (실시예 : 폴리알킬렌폴리아민 수용액(pH5)에 의한 처리)

[0139] 물 100질량부에 폴리알킬렌폴리아민(메이세이 카가쿠 코교(주)제의 픽스오일 RGS) 4질량부를 용해하여 pH5의 3.8% 폴리알킬렌폴리아민 수용액을 얻었다. 그리고, 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지 처리한 후, 섬유를 인출하여 10분간 수세했다. 그리고, 수세 후 균열형 건조기로 60℃에서 1시간 건조시킴으로써 재생 콜라겐 섬유에 2.8%omf의 폴리알킬렌폴리아민을 함유시켰다.

[0140] (비교예 : 정착 처리 없음)

[0141] 상기 재생 콜라겐 섬유를 정착제 수용액에 침지 처리하지 않고, 균열형 건조기로 60℃, 1시간 건조했다.

[0142] (비교예 : 디시안디아미드 수용액에 의한 처리)

[0143] 물 100질량부에 디시안디아미드(메이세이 카가쿠 코교(주)제의 픽스오일 3F) 4질량부를 용해하고, 이어서 탄산 나트륨을 첨가하여 pH9의 3.8% 디시안디아미드 수용액을 얻었다. 그리고, 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지 처리한 후, 섬유를 인출하여 10분간 수세했다. 그리고, 수세 후 균열형 건조기로 60℃에서 1시간 건조시킴으로써 재생 콜라겐 섬유에 4%omf의 디시안디아미드를 함유시켰다.

[0144] (비교예 : 합성 타닌 0.74% 수용액에 의한 처리)

[0145] 물 100질량부에 합성 타닌(다이닛폰 세이야쿠(주)의 SZ-9904) 0.75질량부를 용해하여 pH6의 0.74% 합성 타닌 수용액을 얻었다. 그리고, 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지 처리한 후, 섬유를 인출하여 10분간 수세했다. 그리고, 수세 후 균열형 건조기로 60℃에서 1시간 건조시킴으로써 재생 콜라겐 섬유에 3%omf의 합성 타닌을 함유시켰다.

[0146] (비교예 : 합성 타닌 3.8% 수용액에 의한 처리)

[0147] 물 100질량부에 합성 타닌(다이닛폰 세이야쿠(주)의 SZ-9904) 4질량부를 용해하여 pH6의 3.8% 합성 타닌 수용액을 얻었다. 그리고, 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지 처리한 후, 섬유를 인출하여 10분간 수세했다. 그리고, 수세 후 균열형 건조기로 60℃에서 1시간 건조시킴으로써 재생 콜라겐 섬유에 15%omf의 합성 타닌을 함유시켰다.

[0148] (비교예 : 천연 타닌산 0.25% 수용액과 토주석 수용액에 의한 처리)

[0149] 물 100질량부에 천연 타닌산(다이닛폰 세이야쿠(주)의 하이픽스 SW-A) 0.25질량부를 용해하여 pH6의 0.25% 천연 타닌산 수용액을 얻었다. 그리고, 재생 콜라겐 섬유에 천연 타닌산이 1%omf의 비율로 함유되도록 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지했다.

[0150] 다음으로, 토주석이 2%omf의 비율로 함유되도록 미리 조제한 토주석 수용액(0.05g/ℓ)에 상기 침지 후의 섬유를 투입하여 60℃에서 20분간 더 침지했다. 그리고, 수세 후 균열형 건조기로 60℃에서 1시간 건조시킴으로써 재생 콜라겐 섬유에 천연 타닌산과 토주석을 함유시켰다.

[0151] (비교예 : 천연 타닌산 3.8% 수용액과 토주석 수용액에 의한 처리)

[0152] 물 100질량부에 천연 타닌산계 화합물(다이닛폰 세이야쿠(주)의 하이픽스 SW-A) 4질량부를 용해하여 pH6의 3.8% 천연 타닌산 수용액을 얻었다. 그리고, 재생 콜라겐 섬유에 천연 타닌산이 15%omf의 비율로 함유되도록 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지했다.

[0153] 다음으로, 토주석이 2%omf의 비율로 함유되도록 미리 조제한 토주석 수용액(0.05g/ℓ)에 상기 침지 후의 섬유를 투입하여 60℃에서 20분간 더 침지했다. 그리고, 수세 후 균열형 건조기로 60℃에서 1시간 건조시킴으로써 재생 콜라겐 섬유에 천연 타닌산계 화합물과 토주석을 함유시켰다.

[0154] (비교예 : 황산 알루미늄과 탄산 나트륨을 함유하는 수용액에 의한 처리)

[0155] 물 100질량부에 황산 알루미늄 0.0075g과 탄산 나트륨 0.125g을 용해하여 황산 알루미늄/탄산 나트륨 수용액을 얻었다. 그리고, 상기 재생 콜라겐 섬유를 상기 수용액에 욕비 1:40으로 60℃에서 20분간 침지했다. 이 경우, 재생 콜라겐 섬유에 황산 알루미늄이 3%omf, 탄산 나트륨이 5%omf의 비율로 함유되었다. 또한, 이 처리에 있어서는 재생 콜라겐 섬유는 대폭 수축되었기 때문에 사용에 적합하지 않다고 판단했다.

[0156] <평가>

[0157] 상기한 바와 같이 하여 얻어진 염색된 재생 콜라겐 섬유를 이하에 나타내는 방법에 의해 평가했다.

[0158] [염료의 흡진률]

[0159] 염색 전의 염료 수용액 농도를 A(%), 염색 후의 염료 수용액 농도를 B(%)로 한 경우에 (A-B)/A×100(%)의 식에 의해 염료의 흡진률(%)을 구했다. 또한, 각 농도는 각종 염료의 특성 흡수 파장에 있어서의 자외선 흡수에 기초하여 산출했다.

[0160] [발색성 시험]

[0161] 염색된 재생 콜라겐 섬유의 발색성을 다음 방법으로 평가했다.

[0162] 색상의 측색은 분광 측색계(코니카미놀타제 CM-2600d)를 이용했다.

[0163] 정착 처리하지 않은 재생 콜라겐 섬유를 소정 길이로 절단한 후 섬유 다발로 하고, 빗으로 3회 빗은 후 수평한 대 상에 적재하며, 임의의 2개소에 있어서 측색을 행하여 그 측정값의 평균값을 구했다. 또한, 본 발명에 있어서의 색상 측정 조건은 확산 조명:10° , 수광 방식:D65, 측정 지름:φ8㎜, SCE 방식으로 측정했다.

[0164] 그리고, 상기 방법에서 의해 구한 색상의 평균값과 소정 염료 처방에서 목표로 한 색과의 색차(ΔE)가 1 미만인 경우에는 발색성 양호(양호), 1 이상인 경우에는 발색성 불량(불량)으로 판단했다.

[0165] [염색 후의 수축률]

[0166] 정착 처리하지 않은 염색 후의 재생 콜라겐 섬유의 단섬유 길이를 측정했다. 그리고, 염색 전의 단섬유 길이를 100%로 하여 염색 전의 단섬유 길이에 대한 염색 후의 단섬유의 수축률을 측정했다.

[0167] [땀에 대한 염색 견뢰도 시험]

[0168] JIS L-0848(ISO 105-E04)에 준거한 하기 방법에 의해 견뢰도 시험을 행했다.

[0169] 구체적으로는, L-히스티딘 염산액 1수화물(0.5g), 염화나트륨(5g) 및 인산 수소2나트륨 12수화물(5g)을 물에 녹이고, 이것에 0.1㏖/ℓ 수산화나트륨 수용액 약 25㎖와 물을 첨가하여 pH가 8.0이고 전체 용량이 약 1ℓ가 되도록 조제하여 알칼리성 인공 땀액을 얻었다.

[0170] 또한, 2장의 백포(10㎝×4㎝의 나일론 천 또는 면포) 사이에 소정 중량의 샘플의 재생 콜라겐 섬유를 유지시키고, 4변을 봉합하여 복합 시험편을 얻었다. 그리고, 얻어진 복합 시험편을 욕비 50:1의 상기 알칼리 인공 땀액에 상온에서 30분간 침지했다.

[0171] 그리고, 복합 시험편을 2개의 유리 봉으로 끼워 알칼리성 인공 땀액을 떨어뜨리지 않을 정도로까지 짰다. 그리고, 규격에 의해 규정된 땀 시험기를 이용하여 약 12.5㎪로 가압 처리한 후, 37±2℃의 건조기에 넣고 약 4시간 유지했다. 그리고, 건조 후 봉합한 백포를 분리하여 60℃를 초과하지 않는 온도에서 건조했다. 그리고, 백포의 오염 정도를 규정된 오염용 그레이 스케일을 이용하여 이하의 기준으로 육안 판단했다.

[0172] 우 : 4급 이상 5급 이하

[0173] 보통 : 2급 이상 4급 미만

[0174] 열 : 1급 이상 2급 미만

[0175] 표 1 및 표 2에 평가 결과를 나타낸다.

표 1

샘플 No.	염료 종류	염료 및 농도	염색 조건		흡진률 (%)	발색성 시험		수축률 (%)
			pH	수온 (℃)		색	색차	
1	1:1형 금속 착염 염료	Neolan Yellow GR 175% (1.36%omf)	2.5	60	92	황	양호	3
2	1:1형 금속 착염 염료	Neolan Bordeaux RM 200%(0.75 %omf)	2.5	60	95	적	양호	3
3	1:1형 금속 착염 염료	Neolan Blue 2G 250% (0.72%omf)	2.5	60	93	청	양호	2
4	1:2형 금속 착염 염료	Irgalan Yellow GRL 200% (1.7%omf)	4	60	90	황	양호	3
5	1:2형 금속 착염 염료	Irgalan Bordeaux EL 200% (0.9%omf)	4	60	89	적	양호	2
6	1:2형 금속 착염 염료	Irgalan Blue 3GL 200% (3.5%omf)	4	60	91	청	양호	3
7	반응 염료	Eriofast Red B (2.0%omf)	4	30	99	적	양호	3
8	반응 염료	Cibacron Red P-BN GRAN(2.0%omf)	4	65	91	적	양호	3
9	반응 염료	Lanasol Red 6G (2.0%omf)	4	40	99	적	양호	4
10	크롬 염료	Dimond Black T01 (2.0%omf)	4	60	80	흑	양호	3
11	밀링 산성 염료	Polar Red B125% (2.0%omf)	4	30	99	적	양호	3
12	밀링 산성 염료	Suminol Milling Brilliant Red 3BN (2.0%omf)	4	40	90	적	양호	2
13	균염성 산성 염료	Telon Red FRL Micro (2.0%omf)	4	40	90	적	양호	3
14	직접 염료	SiriusBlackVSFH/C(2.0%omf)	4	60	50	회	불량	3
15	반응 염료	Levafix Brilliant Blue E-BRA (0.76%omf)	4	60	85	흑	양호	4
		Levafix Brill. Red E-RN gran (0.2%omf)			85			
		Levafix Golden Yellow E-G 150% (1.04%omf)			97			
16	반응 염료	Levafix Brilliant Blue E-BRA (0.76%omf)	7	60	92	흑	양호	2
		Levafix Brill. Red E-RN gran (0.2%omf)			93			
		Levafix Golden Yellow E-G 150% (1.04%omf)			96			
17	반응 염료	Levafix Brilliant Blue E-BRA (0.76%omf)	10	60	95	흑	양호	4
		Levafix Brill. Red E-RN gran (0.2%omf)			95			
		Levafix Golden Yellow E-G 150% (1.04%omf)			97			
18	1:1형 금속 착염 염료	Neolan Yellow GR 175% (1.36%omf)	2.5	60	92	흑	양호	4
		Neolan Bordeaux RM 200%(0.75%omf)			95			
		Neolan Blue 2G 250% (0.72%omf)			93			
19	1:2형 금속 착염 염료	Irgalan Yellow GRL 200% (1.7%omf)	4	60	90	흑	양호	3
		Irgalan Bordeaux EL 200% (0.9%omf)			89			
		Irgalan Blue 3GL 200% (3.5%omf)			91			
20	밀링 산성 염료	Polar Blue RLS 200% (0.81%omf)	2	60	45	녹	불량	25
		Polar Red B 125% (0.15%omf)			50			
		Polar Yellow 4G 160%(1.04%omf)			64			
21	균염성 산성 염료	Telon Fast Blue M—GN 167% (0.76%omf)	2	60	27	자	불량	28
		Telon Red M—BL 168% (0.20%omf)			24			
		Supranol Yellow 4GL(1.04%omf)			25			
22	1:1형 금속 착염 염료	Neolan Yellow GR 175% (1.36%omf)	1.5	60	92	흑	양호	35
		Neolan Bordeaux RM 200%(0.75 %omf)			94			
		Neolan Blue 2G 250% (0.72%omf)			92			
23	반응 염료	Levafix Brilliant Blue E-BRA (0.76%omf)	4	100	95	흑	양호	45
		Levafix Brill. Red E-RN gran (0.2%omf)			96			
		Levafix Golden Yellow E-G 150% (1.04%omf)			97			
24	반응 염료	Levafix Brilliant Blue E-BRA (0.76%omf)	4	75	90	흑	양호	16
		Levafix Brill. Red E-RN gran (0.2%omf)			91			
		Levafix Golden Yellow E-G 150% (1.04%omf)			97			
25	반응 염료	Levafix Brilliant Blue E-BRA (0.76%omf)	11	60	47	청	불량	22
		Levafix Brill. Red E-RN gran (0.2%omf)			41			
		Levafix Golden Yellow E-G 150% (1.04%omf)			6			

[0176]

표 2

샘플 No.	실시예								비교예							
	폴리알킬렌폴리아민 3.8% 수용액 (pH9)			폴리알킬렌폴리아민·디시안디아미드 축합물 염산염 3.8% 수용액 (pH9)			폴리알킬렌폴리아민 3.8% 수용액 (pH5)			처리 없음			디시안디아미드 수용액 (pH9)			황성 타닌 0.74% 수용액 (pH6)		
	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색
1	4~5	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	1	1	양호	3	3	양호	2	2~3	양호
2	4~5	4~5	우수	5	5	우수	3	3	우수	1	1	양호	3	3	양호	2~3	2~3	양호
3	4~5	4~5	우수	5	5	우수	3	3	우수	1	1	양호	3	3	양호	2~3	2~3	양호
4	4~5	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	1	1	양호	3~4	3~4	양호	2	2	양호
5	4~5	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	1	1	양호	3~4	3~4	양호	2	2~3	양호
6	4~5	4~5	우수	5	5	우수	3	3	우수	1	1	양호	3~4	3~4	양호	2	2~3	양호
7	4~5	4~5	우수	5	5	우수	3	3	우수	2	1	양호	3	3	양호	2	2~3	양호
8	4~5	4~5	우수	5	5	우수	3	3	우수	2	1	양호	3	3	양호	2~3	2~3	양호
9	5	5	우수	5	5	우수	3	3	우수	2~3	1	양호	3	3	양호	2~3	2	양호
10	4~5	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	1~2	1	양호	2~3	2~3	양호	2~3	2	양호
11	4~5	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	2	1	양호	2~3	2~3	양호	2	2	양호
12	4~5	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	2	1	양호	2~3	2~3	양호	2	2	양호
13	4~5	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	2~3	1	양호	2~3	2~3	양호	2	2	양호
14	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
15	4	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	1~2	2	양호	3~4	3	양호	2~3	2~3	양호
16	4	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	1~2	2	양호	3~4	3	양호	2~3	2~3	양호
17	4	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	1~2	2	양호	3~4	3	양호	2~3	2~3	양호
18	5	5	우수	5	5	우수	3	3	우수	1~2	2	양호	3	3	양호	3	3	양호
19	4~5	4~5	우수	4~5	5	우수	3	3	우수	2	1~2	양호	3	3	양호	2~3	2~3	양호
20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
21	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
22	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
23	5	5	우수	5	5	우수	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
24	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

샘플 No.	비교예								
	천연 타닌산 3.8% 수용액 (pH6)			천연 타닌산 0.25% 수용액 (pH6)			황성 타닌 3.8% 수용액 (pH6)		
	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색	나일글 (단)	모 (단)	편직 염색
1	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2	2~3	보통
2	2	2	보통	2	2	보통	2	2~3	보통
3	2~3	2~3	보통	2~3	2~3	보통	2~3	2~3	보통
4	2~3	2~3	보통	2~3	2~3	보통	2~3	2~3	보통
5	2~3	2~3	보통	2~3	2~3	보통	2~3	2~3	보통
6	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2	2~3	보통
7	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2	2~3	보통
8	2	2	보통	2	2	보통	2~3	2~3	보통
9	2~3	2~3	보통	2	2~3	보통	2	2	보통
10	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2	2	보통
11	2	2	보통	2	2	보통	2	2	보통
12	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2	2	보통
13	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2	2	보통
14	-	-	-	-	-	-	-	-	-
15	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2~3	2~3	보통
16	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2~3	2~3	보통
17	2	2~3	보통	2	2~3	보통	2~3	2~3	보통
18	2	2~3	보통	2	2~3	보통	3	3	보통
19	2~3	2~3	보통	2~3	2~3	보통	2~3	2~3	보통
20	-	-	-	-	-	-	-	-	-
21	-	-	-	-	-	-	-	-	-
22	-	-	-	-	-	-	-	-	-
23	-	-	-	-	-	-	-	-	-
24	-	-	-	-	-	-	-	-	-
25	-	-	-	-	-	-	-	-	-

[0177]

[0178] 표 1 중의 샘플 NO.1~13, 15~19의 섬유는 모두 발색성이 우수하고, 또한 염색 전후의 섬유의 수축도 5% 미만이었다. 한편, pH2.5 미만의 염료 수용액으로 발색된 샘플 NO.20~22의 섬유, 70℃보다 높은 염색 온도에서 염색한 샘플 NO.23~24의 섬유, pH11의 염료 수용액으로 염색한 샘플 NO.25의 섬유는 모두 수축률이 높았다. 또한, 직접 염료로 염색한 샘플 NO.14의 섬유는 염료의 흡진률이 낮았다.

[0179] 그리고, 상기 발색성이 우수하고, 또한 염색 전후의 섬유의 수축도 5% 미만이었던 샘플 NO.1~13, 15~19의 섬유에 대해서 각종 정착 처리를 실시한 견뢰도 시험의 표 2의 결과로부터 실시예의 pH9의 폴리알킬렌폴리아민 수용액으로 처리된 재생 콜라겐 섬유는 높은 염료 견뢰도를 나타내고 있다는 것을 알 수 있었다. 또한, 폴리알킬렌폴리아민·디시안디아미드 축합물 염산염의 수용액으로 처리된 재생 콜라겐 섬유도 높은 염료 견뢰도를 나타내고 있다는 것을 알 수 있었다. 한편, 비교예의 정착 처리를 실시하지 않은 섬유에 있어서는 염료 견뢰도가 매우 나빴다. 또한, 천연 타닌 수용액 및 합성 타닌 수용액으로 처리한 경우에 있어서도 염료 견뢰도의 현저한 향상은 발견되지 않았다. 또한, 디시안디아미드 수용액으로 처리한 경우에도 염료 견뢰도의 현저한 향상은 발견되지

않았다. 또한, 황산 알루미늄과 탄산 나트륨을 함유하는 수용액으로 처리한 경우에는 큰 수축을 발생시켰으므로 견뢰도 평가에는 제공되지 않았다.

[0180] 이상 설명한 바와 같이, 본 발명의 일국면은 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물, 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유이다. 재생 콜라겐 섬유는 다른 단백질 섬유에 비해 친수성이 높기 때문에 염료의 견뢰도는 다른 단백질 섬유에 비하면 낮지만, 상기와 같은 화합물을 함유시킴으로써 종래의 일반적인 염료 정착제, 예를 들면 타닌, 황산 알루미늄, 탄산 나트륨 등을 이용한 경우에 비해 염료 견뢰도, 특히 땀 견뢰도가 높은 미감이 우수한 재생 콜라겐 섬유를 얻을 수 있다. 따라서, 상기 재생 콜라겐 섬유를 인공 모발로서 이용할 경우에 샴푸나 땀에 의한 염료의 탈색이나 의류 등으로의 색이동을 억제하고, 염료를 재생 콜라겐 섬유에 강하게 정착시킬 수 있다.

[0181] 또한, JIS L-0848에 준거한 알칼리성 인공 땀액을 이용한 나일론 백포 및 면 백포에 대한 견뢰도 시험에 있어서 견뢰도의 판정이 2급 이상인 경우에는 상기 재생 콜라겐 섬유의 염료 견뢰도가 우수한 것이 된다.

[0182] 또한, 상기 화합물은 1~20%omf 함유되는 것이 염료 견뢰도를 충분히 향상시킬 수 있는 점으로부터 바람직하다.

[0183] 또한, 상기 염색된 재생 콜라겐 섬유가 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 균염성 산성 염료, 밀링 산성 염료, 크롬 염료 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 염료에 의해 염색된 것이 바람직하다. 이러한 염료는 재생 콜라겐 섬유에 대한 흡진률이 높기 때문에 선명한 발색으로 착색된 콜라겐 섬유가 얻어진다.

[0184] 또한, 상기 염색된 재생 콜라겐 섬유가 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종의 염료이며 상기 선택된 종에 속하는 복수의 다른 염료에 의해 염색된 것인 경우에는 각각의 염료가 높은 흡진률을 나타내기 때문에 색조의 베리에이션이 풍부한 재생 콜라겐 섬유가 얻어진다.

[0185] 또한, 본 발명의 다른 일국면은 상기 염색된 재생 콜라겐 섬유로 이루어지는 인공 모발 섬유이다. 이러한 인공 모발 섬유는 인모에 가까운 촉감을 구비함과 아울러 발색성이 우수하고, 또한 땀 견뢰도 등의 염료 견뢰성도 우수한 것이다.

[0186] 또한, 본 발명의 다른 일국면은 염색된 재생 콜라겐 섬유를 폴리알킬렌폴리아민 화합물, 폴리알킬렌폴리아민과 디시안디아미드의 축합물, 및 상기 축합물의 산부가염 화합물로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물의 수용액에 침지하고, 소정 온도에서 건조하는 공정을 구비하는 것을 특징으로 하는 염색된 재생 콜라겐 섬유의 염료 정착 처리 방법이다. 이러한 방법에 의해 얻어진 염색된 재생 콜라겐 섬유는 염료 견뢰도가 우수한 재생 콜라겐 섬유이다.

[0187] 또한, 상기 수용액의 pH는 8~10의 범위로 조정되어 있는 것이 바람직하다. 이러한 pH로 조정되어 있는 경우에는 보다 견뢰도가 높은 염색된 재생 콜라겐 섬유가 얻어진다.

[0188] 또한, 상기 재생 콜라겐 섬유가 1:1형 금속 착염 염료, 1:2형 금속 착염 염료, 균염성 산성 염료, 밀링 산성 염료, 크롬 염료 및 반응 염료로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 염료를 70℃ 이하의 수용액에 침지하여 염색된 것인 경우에는 높은 염료 흡진률을 유지하면서 섬유의 수축이 적은 염색된 재생 콜라겐 섬유가 얻어진다.