

明 細 書

発明の名称： マイクロカプセル水分散液

技術分野

[0001] 本発明は、マイクロカプセル水分散液、マイクロカプセル水分散液の製造方法、及びマイクロカプセル水分散液の安定化方法に関する。

背景技術

[0002] 化粧品、医薬品、一般家庭品、印刷等の広範な事業分野において、香料や生理活性剤物質を内包した様々なマイクロカプセルが開発され、利用されている。このようなマイクロカプセルの製造方法として、懸濁重合法、ミニエマルジョン重合法、乳化重合法、析出重合法、分散重合法、界面重縮合法、液中硬化法等の化学的方法；液中乾燥法、転相乳化法、コアセルベーション法等の物理化学的方法；スプレードライ法、ヘテロ凝集法等の機械的方法などが用いられている。前記マイクロカプセルの製造方法には、水性媒体中でマイクロカプセルが分散された水分散液として得る手法が多く、工業的観点では、濾過や乾燥等の単離操作を実施することなく、得られたマイクロカプセルの水分散液をそのまま用いることが望まれる。

そのため、これまでにマイクロカプセルの水分散液に関する様々な検討がなされてきた。

[0003] 特開 2013-255915 号（特許文献 1）では、高濃度のコア物質を有するマイクロカプセル等の提供を目的として、活性成分をコア物質として含むマイクロカプセルであって、水中油滴型エマルジョン法を利用して、金属アルコキシドあるいは半金属アルコキシドを前駆体とするインサイチュ重合法により形成される無機重合体から構成されるマイクロカプセル殻を有するマイクロカプセル、及び該マイクロカプセルからなる懸濁液が記載されている。

特表 2005-526025 号（特許文献 2）では、カプセル封入された親油性活性物質組成物の調製方法において、該活性物質組成物の水性エマル

ジョンを水反応性ケイ素化合物と混合することにより、該活性物質組成物のコアとケイ素を主成分とする網目状ポリマーのシェルとを有するマイクロカプセルの懸濁液を形成し、該マイクロカプセルを水反応性金属アルコキシ又はアシルオキシ化合物で後処理する方法が記載されている。

特表2003-534249号（特許文献3）では、有効成分を安定化することができる、かつ成分を送達することができる局所適用される組成物であって、コア-殻構造を有するマイクロカプセルを含み、該コアは有効成分を含み、該コアはマイクロカプセル殻内にカプセル化され、該殻はゾルーゲル法によって得られる無機ポリマーからなる、組成物が記載されている。

発明の概要

[0004] 本発明は、下記の（A）成分及び（B）成分を含有する、マイクロカプセル水分散液に関する。

（A）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

（B）成分：（B1）アミノ酸、（B2）ポリヒドロキシアミン、及び（B3）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上

発明を実施するための形態

[0005] 特許文献1～3の技術では、内包する香料等の有機化合物を長期間保持することができない場合があることが判明した。また、マイクロカプセルが最終的には自然環境中に放出され得る。そのため、自然環境への負荷を低減することができ、かつ、長期間保管しても内包する香料等の有機化合物の保持性に優れるマイクロカプセルの水分散液が求められている。

本発明は、自然環境への負荷を低減することができ、かつ、内包する香料等の有効成分である有機化合物を長期間保持することができる、マイクロカプセル水分散液、マイクロカプセル水分散液の製造方法、及びマイクロカプセル水分散液の安定化方法に関する。

[0006] 本発明者らは、無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセルの水分散液に

において、アミノ酸、ポリヒドロキシアミン、及び水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上を含むことにより、該有機化合物を長期間保持することができることに着目し、自然環境への負荷を低減することができ、かつ、内包する香料等の有効成分である有機化合物を長期間保持することができる、マイクロカプセル水分散液、マイクロカプセル水分散液の製造方法、及びマイクロカプセル水分散液の安定化方法を提供できることを見出した。

すなわち、本発明は、以下の〔1〕～〔3〕に関する。

〔1〕下記の（A）成分及び（B）成分を含有する、マイクロカプセル水分散液。

（A）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

（B）成分：（B1）アミノ酸、（B2）ポリヒドロキシアミン、及び（B3）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上

〔2〕下記の（A）成分及び（B）成分を含有する、マイクロカプセル水分散液の製造方法であって、

（A）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

（B）成分：（B1）アミノ酸、（B2）ポリヒドロキシアミン、及び（B3）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上

（A）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（B）成分を添加する工程を含む、マイクロカプセル水分散液の製造方法。

〔3〕下記の（A）成分及び（B）成分を含有する、マイクロカプセル水分散液の安定化方法であって、

（A）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

（B）成分：（B1）アミノ酸、（B2）ポリヒドロキシアミン、及び（B3）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上

（A）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（B）成分を添加するこ

とにより、マイクロカプセル水分散液を安定化させる、マイクロカプセル水分散液の安定化方法。

[0007] 本発明によれば、自然環境への負荷を低減することができ、かつ、内包する香料等の有効成分である有機化合物を長期間保持することができる、マイクロカプセル水分散液、マイクロカプセル水分散液の製造方法、及びマイクロカプセル水分散液の安定化方法を提供することができる。

[0008] [マイクロカプセル水分散液]

本発明のマイクロカプセル水分散液（以下、単に「水分散液」ともいう）は、下記の（Ａ）成分及び（Ｂ）成分を含有する。

（Ａ）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に１種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

（Ｂ）成分：（Ｂ１）アミノ酸、（Ｂ２）ポリヒドロキシアミン、及び（Ｂ３）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる１種以上

[0009] 本発明のマイクロカプセル水分散液は、水性媒体中に（Ａ）成分であるマイクロカプセルが分散されてなる。

本明細書において「水性媒体」とは、少なくとも水を含む液体であり、媒体中で水が最大割合を占めているものが好ましい。水性媒体が含む得る水以外の成分としては、炭素数１以上４以下の脂肪族アルコール；炭素数３以上８以下のケトン類；エチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル類；酢酸メチル等のエステル類などが挙げられる。

水性媒体中の水の含有量は、マイクロカプセルの分散安定性及び粒径安定性を向上させる観点から、好ましくは８０質量％以上、より好ましくは９０質量％以上であり、そして、１００質量％以下であり、そして、更に好ましくは１００質量％である。水としては、イオン交換水、脱イオン水、又は蒸留水が好ましく用いられる。

また、本明細書において、内包される有機化合物の長期間の保持性を「長期保持性」ともいう。

なお、本発明において、「（Ａ）成分及び（Ｂ）成分を含有する」とは、

「（Ａ）成分及び（Ｂ）成分を配合してなる」ことをも意味する。

[0010] 本発明の効果が得られる理由は定かではないが、アルカリ性環境下でのシェルがシリカを構成成分として含むシリカマイクロカプセルの場合を例に挙げて説明する。

一般に、マイクロカプセル水分散液がアルカリ性環境下の場合には内包される有機化合物の長期保持性が低下すると想定される。

しかしながら、マイクロカプセル水分散液がアルカリ性環境下であることは、シリカの縮合反応には有利に働くと考えられる。本発明においては水分散液中に含まれる、アミノ酸、ポリヒドロキシアミン、又は水酸化第四級アンモニウムの窒素原子が正に帯電し、さらに、アミノ酸、ポリヒドロキシアミン、又は水酸化第四級アンモニウムの酸素原子が負に帯電し、アミノ酸、ポリヒドロキシアミン、又は水酸化第四級アンモニウムの官能基又はイオンがシリカマイクロカプセルの表面に局在化し、この正電荷を帯びた窒素原子と負電荷を帯びた酸素原子とが相互作用してシリカの縮合反応に関与するため、シェルがより緻密で強固なものとなり、内包される有機化合物の漏洩を抑制することができ、長期保持性が向上すると考えられる。

また、本発明においてはマイクロカプセルのシェルが無機物を構成成分として含むことで、自然環境への負荷も低減することができる。

[0011] <（Ａ）成分>

本発明のマイクロカプセル水分散液は、（Ａ）成分として、外部環境へ放出される際の自然環境への負荷を低減する観点から、無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に１種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセルを含有する。

（Ａ）成分のシェルを構成する前記無機物は、好ましくは金属元素又は半金属元素を含む金属酸化物であり、より好ましくは金属アルコキシド〔 $M(OR)_x$ 〕をシェル前駆体としたゾルーゲル反応により形成されてなる無機重合体である。ここで、 M は金属又は半金属元素であり、 R は炭化水素基である。金属アルコキシドを構成する金属又は半金属元素としては、ケイ素、

アルミニウム、チタン、ジルコニウム、亜鉛等が挙げられる。

前記無機物は、長期保持性を向上させる観点、及び外部環境へ放出される際の自然環境への負荷の低減を低減する観点からは、更に好ましくはケイ素、アルミニウム、及びチタンから選ばれる１種以上の金属アルコキシドをシェル前駆体としたゾルーゲル反応により形成されてなる無機重合体であり、より更に好ましくはアルコキシシランをシェル前駆体としたゾルーゲル反応により形成されてなるシリカである。すなわち、（Ａ）成分は、好ましくは、シリカを構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に１種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル（シリカマイクロカプセル）（以下、「シリカカプセル」ともいう）である。

[0012] 前記アルコキシシランは、長期保持性を向上させる観点から、好ましくはテトラアルコキシシランである。

前記テトラアルコキシシランとしては、前記と同様の観点から、好ましくは炭素数１以上４以下のアルコキシ基を有するものであり、より好ましくはテトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、及びテトライソプロポキシシランから選ばれる１種以上であり、更に好ましくはテトラメトキシシラン及びテトラエトキシシランから選ばれる１種以上であり、より更に好ましくはテトラエトキシシランである。

[0013] （Ａ）成分のコアに含まれる前記有機化合物は、好ましくは、香料；香料前駆体；油剤；酸化防止剤；抗菌剤；肥料；繊維、皮膚、及び毛髪等の表面変性剤；冷感剤；染料；色素；シリコーン；溶媒；及び油溶性ポリマーから選ばれる１種以上、より好ましくは、香料、香料前駆体、油剤、酸化防止剤、抗菌剤、肥料、表面変性剤、及び溶媒から選ばれる１種以上、更に好ましくは香料、香料前駆体、油剤、酸化防止剤、及び溶媒から選ばれる１種以上、より更に好ましくは香料、香料前駆体及び油剤から選ばれる１種以上、より更に好ましくは香料及び香料前駆体から選ばれる１種以上である。

前記有機化合物は、マイクロカプセルの用途に応じて適宜組み合わせることができる。

[0014] 香料前駆体としては、水に反応して香料成分を放出する化合物、光に反応して香料成分を放出する化合物等が挙げられる。

水に反応して香料成分を放出する化合物としては、香料アルコール由来のアルコキシ成分を有するケイ酸エステル化合物、香料アルコール由来のアルコキシ成分を有する脂肪酸エステル化合物、香料アルデヒド又は香料ケトン由来のカルボニル成分とアルコール化合物の反応で得られるアセタール化合物又はヘミアセタール化合物、香料アルデヒド又は香料ケトン由来のカルボニル成分と1級アミン化合物との反応で得られるシッフ塩基化合物、香料アルデヒド又は香料ケトン由来のカルボニル成分とヒドラジン化合物との反応で得られるヘミアミナル化合物又はヒドラゾン化合物が挙げられる。

光に反応して香料成分を放出する化合物としては、香料アルコール由来のアルコキシ成分を有する2-ニトロベンジルエーテル化合物、香料アルデヒド又は香料ケトン由来のカルボニル成分を有する α -ケトエステル化合物、香料アルコール由来のアルコキシ成分を有するクマリン酸エステル化合物等が挙げられる。これらの香料前駆体は、例えばポリアクリル酸の一部のカルボキシ基と香料アルコールとの反応生成物等のポリマーとして用いてもよい。

[0015] 前記有機化合物は、長期保持性の観点から、適度な疎水性を有することが好ましい。前記有機化合物の親水性又は疎水性を表す指標として、 n -オクタノールと水との間の分配係数 P (n -オクタノール/水)の常用対数「 $\log P$ 」の計算値である $c\log P$ 値を用いることができる。 $c\log P$ 値は、A. Leo Comprehensive Medicinal Chemistry, Vol.4 C. Hansch, P. G. Sammens, J. B. Taylor and C. A. Ramsden, Eds., P. 295, Pergamon Press, 1990に記載の方法で計算した「 $\log P$ (cLogP)」であり、プログラム CLOGP v4.01により計算した $c\log P$ 値である。

前記有機化合物が複数の構成成分から構成される場合、該有機化合物の $c\log P$ 値は、各構成成分の $c\log P$ 値に各構成成分の体積比率を乗じ、それらの和とすることで算出することができる。この算出方法において、前

記有機化合物中の含有量が0.5質量%以上である構成成分の全てを考慮する。また、前記有機化合物中の含有量が0.5質量%未満の構成成分についても、比重及び $\log P$ 値が明らかなものについては計算に加えるものとする。

前記有機化合物の $\log P$ 値は、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3以上であり、そして、好ましくは30以下、より好ましくは20以下、更に好ましくは10以下である。

[0016] 前記シリカカプセルのシェルは、コアを包接し、シリカを構成成分として含み、好ましくは5 nm以上20 nm以下の平均厚さを有する。

前記シリカカプセルのシェルは、マイクロカプセルの分散安定性を向上させて、長期保持性を向上させる観点から、アルコキシシランの加水分解重縮合物であるシリカを構成成分として含む内殻と、該内殻の外側に更にアルコキシシランの加水分解重縮合物であるシリカを構成成分として含む外殻とを有する多層シェルであることが好ましい。かかるシリカカプセルの具体的な一例としては、例えば特開2015-128762号に記載のシリカカプセルが挙げられる。

前記シリカカプセルのシェルが内殻と外殻とを有する多層シェルである場合、内殻のシェルは、コアを包接し、シリカを構成成分として含み、好ましくは5 nm以上20 nm以下の平均厚さを有し、外殻は、内殻を包接し、シリカを構成成分として含み、好ましくは10 nm以上100 nm以下の平均厚さを有する。

シリカカプセルのシェルの平均厚さ、並びにシリカカプセルの内殻及び外殻の平均厚さは、透過型電子顕微鏡（TEM）観察により測定することができる。具体的には、透過型電子顕微鏡観察下で、シェル又は内殻及び外殻の厚さを写真上で実測する。この操作を、視野を5回変えて行う。得られたデータからシェル又は内殻及び外殻の平均厚さの分布を求める。透過型電子顕微鏡の倍率の目安は1万倍以上10万倍以下であるが、シリカカプセルの大きさによって適宜調節される。ここで、透過型電子顕微鏡（TEM）として

、例えば商品名「JEM-2100」（日本電子株式会社製）を用いることができる。

[0017] (A) 成分は、適宜合成したものをを用いることができる。

(A) 成分がシリカカプセルである場合には、シリカカプセルは、例えば、好適な製造方法として下記の工程 I を含む方法により製造されたものが挙げられる。

工程 I：カチオン性界面活性剤を含む水相成分と、有機化合物及びテトラアルコキシシランを含む油相成分とを乳化して得られる乳化液を、酸性条件下でゾルーゲル反応に供し、コアと、シリカを構成成分とするシェルと、を有するシリカカプセルを形成し、該シリカカプセルを含む水分散体を得る工程

[0018] 工程 I で用いるカチオン性界面活性剤は、アルキルアミン塩、アルキル第 4 級アンモニウム塩等が挙げられる。アルキルアミン塩及びアルキル第 4 級アンモニウム塩のアルキル基の炭素数は、好ましくは 10 以上 22 以下である。

工程 I において水相成分中のカチオン性界面活性剤の含有量は、乳化滴の分散安定性の観点から、好ましくは 0.05 質量%以上 10 質量%以下である。

工程 I で用いるテトラアルコキシシランの量は、ゾルーゲル反応を促進させ、十分に緻密なシェルを形成する観点から、工程 I で用いる有機化合物の量 100 質量部に対して、好ましくは 10 質量部以上であり、そして、過剰のテトラアルコキシシランが有機化合物中に残存することを抑制する観点から、好ましくは 60 質量部以下である。

工程 I で用いる乳化液の総量中の油相成分の量は、製造効率の観点から、好ましくは 5 質量%以上 50 質量%以下である。

前記乳化液の調製に用いられる攪拌手段は特に限定されないが、強い剪断力を有するホモジナイザー、高圧分散機、超音波分散機等を使用することができる。

水相成分及び油相成分の混合及び乳化時の温度は、製造安定性の観点から、好ましくは5℃以上50℃以下である。

攪拌手段の回転数等及び水相成分及び油相成分の混合及び乳化の時間は、乳化液の乳化滴のメジアン径 D_{50} が後述する範囲となるように適宜調整することが好ましい。

工程Iの乳化液における乳化滴のメジアン径 D_{50} は、シリカカプセル外環境に対する比表面積を少なくし、有機化合物の保持性を高める観点から、好ましくは0.1 μm 以上であり、そして、シリカカプセルの小粒径化の観点、及び、シリカカプセルの物理的強度の観点から、好ましくは50 μm 以下である。

乳化滴のメジアン径 D_{50} は、実施例に記載の方法により測定することができる。

[0019] 工程Iにおけるゾルーゲル反応の初期pHは、テトラアルコキシシランの加水分解反応と縮合反応のバランスを保つ観点、及び親水性の高いゾルの生成を抑制し、カプセル化の進行を促進する観点から、好ましくは3.0以上であり、そして、シリカシェルの形成と乳化滴の凝集の併発を抑制し、緻密なシェルを有するシリカカプセルを得る観点から、好ましくは4.5以下である。

前記有機化合物を含む油相成分の酸性、アルカリ性の強さに応じて、所望の初期pHに調整する観点から、乳化液のpHを、pH調整剤を用いて調整してもよい。

酸性のpH調整剤として、塩酸、硝酸、硫酸等の無機酸、酢酸、クエン酸等の有機酸、陽イオン交換樹脂等を水やエタノール等に加えた液などが挙げられ、好ましくは塩酸、硫酸、硝酸、及びクエン酸から選ばれる1種以上である。

アルカリ性のpH調整剤として、水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化アンモニウム、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリスヒドロキシメチルアミノメタン

などが挙げられ、好ましくは水酸化ナトリウム、及び水酸化アンモニウムから選ばれる１種以上である。

前記乳化液のpHが所望の値以下となることもある。その場合には、上記のアルカリ性のpH調整剤を用いて調整することが好ましい。

[0020] 工程１におけるゾルーゲル反応の反応温度は、水相として含まれる水の融点以上、沸点以下であれば任意の値を選択することができるが、ゾルーゲル反応における加水分解反応と縮合反応のバランスを制御し、緻密なシェルを形成する観点から、温度を一定範囲にするのが好ましい。該範囲としては、好ましくは5℃以上60℃以下、より好ましくは10℃以上50℃以下である。

工程１におけるゾルーゲル反応の反応時間は、反応系内が所定の反応温度になったときを反応開始と規定した場合、好ましくは0.5時間以上50時間以下である。

[0021] また、シリカカプセルのシェルが前述の多層シェルである場合には、かかるシリカカプセルの具体的な一例としては、工程１で得られるシリカカプセル（以下、シリカカプセル（１）という）を含む水分散体に更にシリカ前駆体としてテトラアルコキシシランを添加し、ゾルーゲル反応を２段階で行うことにより形成されてなるシリカを構成成分として含むことが好ましい。すなわち、この場合のシリカカプセルは、下記の工程１及び工程２を含む方法により製造することが好ましい。

工程１：カチオン性界面活性剤を含む水相成分と、有機化合物及びテトラアルコキシシランを含む油相成分とを乳化して得られる乳化液を、酸性条件下でゾルーゲル反応に供し、コアと、シリカを構成成分とする第一のシェルと、を有するシリカカプセル（１）を形成し、該シリカカプセル（１）を含む水分散体を得る工程

工程２：工程１で得られたシリカカプセル（１）を含む水分散体に、更にテトラアルコキシシランを添加してゾルーゲル反応を行い、第一のシェルを包接する第二のシェルを有するシリカカプセルを形成する工程

[0022] なお、本明細書において、工程 1 及び工程 2 を行う場合において、「第一のシェルを包接する」とは、工程 1 で形成したシリカカプセル (1) の第一のシェルを包接することを意味し、シリカカプセル (1) を包接することをも含む。

工程 2 により、工程 1 で形成されたシリカカプセルに更にシェルが形成されることとなり、工程 2 で得られるシリカカプセルは、全体としてシェルの厚みが増大したシリカカプセルとなり、工程 1 で形成されたシェルを内殻とし、工程 2 で形成されたシェルを外殻とするシェルを有するシリカカプセルとなると考えられる。

[0023] 工程 1 は、前述の工程 1 と同様の操作を行うことができる。

工程 2 で用いるテトラアルコキシシランの量は、第一シェルを包接した第二シェルを形成する観点から、工程 1 で用いる有機化合物の量 100 質量部に対して、好ましくは 7 質量部以上であり、そして、水相に分散するシリカゾルの生成を抑制し、シリカカプセルの分散安定性を向上させて、長期保持性を向上させる観点から、好ましくは 200 質量部以下である。

工程 1 及び工程 2 を含む場合の用いるテトラアルコキシシランの総量、すなわち工程 1 及び工程 2 で用いるテトラアルコキシシランの合計量は、工程 1 で用いる有機化合物の量 100 質量部に対して、好ましくは 30 質量部以上であり、そして、好ましくは 250 質量部以下である。

[0024] (A) 成分のマикроカプセルのメジアン径 D_{50} は、ストークス (Stokes) の式に基づき、分散安定性を向上させて、長期保持性を向上させる観点から、好ましくは $100\ \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $75\ \mu\text{m}$ 以下、更に好ましくは $50\ \mu\text{m}$ 以下、より更に好ましくは $30\ \mu\text{m}$ 以下、より更に好ましくは $10\ \mu\text{m}$ 以下である。そして、マикроカプセルの比表面積を減少させて、長期保持性を向上させる観点から、好ましくは $0.01\ \mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $0.05\ \mu\text{m}$ 以上、更に好ましくは $0.07\ \mu\text{m}$ 以上、より更に好ましくは $0.1\ \mu\text{m}$ 以上、より更に好ましくは $0.5\ \mu\text{m}$ 以上、より更に好ましくは $1\ \mu\text{m}$ 以上である。(A) 成分のメジアン径 D_{50} は実施例に記載の

方法により測定することができる。

[0025] (A) 成分と水性媒体との比重差は、マイクロカプセルの経時的な浮上又は沈降を抑制し、分散安定性を向上させて、長期保持性を向上させる観点から、好ましくは0.30未満、より好ましくは0.20未満、更に好ましくは0.15未満、より更に好ましくは0.10未満、より更に好ましくは0.05未満、より更に好ましくは0.01未満であり、より更に好ましくは比重差はないことが好ましい。

なお、(A) 成分の比重は、該(A) 成分を構成するシェルとコアの比重、及びシェルとコアの質量比によって決定される。

[0026] <(B) 成分>

本発明のマイクロカプセル水分散液は、長期保持性を向上させる観点から、(B) 成分として、(B1) アミノ酸、(B2) ポリヒドロキシアミン、及び(B3) 水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上を含有する。

(B) 成分は、長期保持性を向上させる観点から、本発明のマイクロカプセル水分散液のpHをアルカリ性環境下に維持できる緩衝作用を有するものであってもよい。前記と同様の観点から、(B) 成分は、本発明のマイクロカプセル水分散液の25℃でのpHを7.5以上11.0以下に維持できるものが好ましい。

(B) 成分は、1種を単独で又は2種以上を併用して用いてもよい。

[0027] (B) 成分の少なくとも1つの解離段における25℃での酸解離指数pKaは、マイクロカプセル水分散液のpHをアルカリ性環境下に維持し、長期保持性を向上させる観点から、好ましくは7.5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、そして、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、より更に好ましくは10.0以下である。

本発明において、(B) 成分の少なくとも1つの解離段における酸解離指数pKaが前述の範囲であればよい。すなわち、成分(B) が複数の解離段を有する場合には、少なくとも1つの解離段における酸解離指数pKaが

前述の範囲であればよい。

本発明における (B) 成分の 25℃での酸解離指数 pK_a は、ChemAxon Ltd. 社によって提供される化学計算、検索、及びテキスト処理のためのオンラインプラットフォーム「Chemicalize」 (<https://chemicalize.com/welcome>) を用いて算出される共役酸の pK_a 値を用いる。Chemicalizeを用いた pK_a の算出は、具体的には、SMILES (スマイルス) 記法により対象化合物の化学構造を 1 行の文字列で表記して入力して行う。

[0028] (B1) アミノ酸としては、中性アミノ酸、酸性アミノ酸、塩基性アミノ酸が挙げられる。

中性アミノ酸としては、例えば、脂肪族アミノ酸、芳香族アミノ酸、複素環式アミノ酸が挙げられる。中でも、脂肪族アミノ酸が好ましい。

脂肪族アミノ酸としては、グリシン、アラニン、バリン、ロイシン、イソロイシン等のモノアミノモノカルボン酸；セリン、トレオニン等のヒドロキシモノアミノモノカルボン酸；アスパラギン酸、グルタミン酸等のモノアミノジカルボン酸；アスパラギン、グルタミン等の酸アミドアミノ酸等のジアミノモノカルボン酸；システイン、シスチン、メチオニン等の硫黄含有アミノ酸などが挙げられる。

酸性アミノ酸としては、例えば、グルタミン酸、アスパラギン酸が挙げられる。

塩基性アミノ酸としては、リシン、ヒドロキシリシン、ヒスチジン、アルギニン等が挙げられる。

[0029] (B2) ポリヒドロキシアミンとしては、1 個のアミノ基と 2 個以上のヒドロキシ基とを有する有機化合物が好ましく挙げられる。

前記アミノ基としては、第一級アミノ基 ($-NH_2$)、第二級アミノ基 ($-NHR^1$ 、 $=NH$ (イミノ基))、第三級アミノ基 ($-NR^1R^2$) 等が挙げられる。ここで、 $R^1 \sim R^3$ は、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基を示す。

(B2) ポリヒドロキシアミンの具体例としては、ジメタノールアミン、

トリメタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、ジプロパノールアミン、トリプロパノールアミン、ジイソプロパノールアミン、トリイソプロパノールアミン、トリスヒドロキシメチルアミノメタン、及び2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオールから選ばれる1種以上が好ましく挙げられる。これらの中でも、(B2)ポリヒドロキシアミンは、より好ましくはジエタノールアミン、トリエタノールアミン、及びトリスヒドロキシメチルアミノメタンから選ばれる1種以上であり、更に好ましくはトリスヒドロキシメチルアミノメタンである。

[0030] (B3)水酸化第四級アンモニウムとしては、水酸化テトラアルキルアンモニウムが好ましい。(B3)水酸化第四級アンモニウムの具体例としては、テトラメチルアンモニウムヒドロキッド(TMAH)、テトラエチルアンモニウムヒドロキッド(TEAH)、テトラブチルアンモニウムヒドロキッド(TBAH)、テトラヘキシルアンモニウムヒドロキッド(THAH)、及びベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキッド(BTMAH)から選ばれる1種以上が好ましく挙げられる。これらの中でも、(B3)水酸化第四級アンモニウムは、より好ましくは水酸化テトラメチルアンモニウムである。

[0031] これらの中でも、(B)成分は、マイクロカプセル水分散液のpHをアルカリ性環境下に維持し、長期保持性を向上させる観点から、好ましくは(B1)アミノ酸及び(B2)ポリヒドロキシアミンから選ばれる1種以上であり、より好ましくは(B1)アミノ酸を含み、更に好ましくは(B1)アミノ酸である。

(B)成分が(B1)アミノ酸を含む場合、(B1)アミノ酸は、好ましくは中性アミノ酸及び酸性アミノ酸から選ばれる1種以上であり、より好ましくは中性アミノ酸であり、更に好ましくはモノアミノモノカルボン酸であり、より更に好ましくはグリシン及びアラニンから選ばれる1種以上であり、より更に好ましくはグリシンである。

[0032] < (C) 成分 >

本発明のマイクロカプセル水分散液は、長期保持性を向上させる観点から、更に、(C) 成分としてアルカリ剤（ただし、(B) 成分を除く）を含有することが好ましい。

なお、本発明において、「更に、(C) 成分を含有する」とは、「更に、(C) 成分を配合してなる」ことをも意味する。

(C) 成分は、マイクロカプセル水分散液を所望のアルカリ性環境下となるように調整するために含有又は配合されることが好ましい。

(C) 成分は、無機アルカリ剤であってもよく、有機アルカリ剤であってもよく、(B) 成分以外のものであれば特に限定されない。(C) 成分は、1 種を単独で又は 2 種以上を併用して用いてもよい。

[0033] 無機アルカリ剤としては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属の水酸化物；珪酸カリウム（1 号珪酸カリウム、2 号珪酸カリウム、オルト珪酸カリウム、メタ珪酸カリウム等）、珪酸ナトリウム（1 号珪酸ナトリウム、2 号珪酸ナトリウム、オルト珪酸ナトリウム、メタ珪酸ナトリウム等）等のアルカリ金属の珪酸塩；炭酸二ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸二カリウム等のアルカリ金属の炭酸塩；リン酸三ナトリウム等のアルカリ金属のリン酸塩；ホウ酸ナトリウム等のアルカリ金属のホウ酸塩；アンモニアが挙げられる。

[0034] 有機アルカリ剤としては、例えば、モノヒドロキシアシルアミン、アシルアミン等の有機アミンが挙げられる。

モノヒドロキシアシルアミンとしては、例えば、モノメタノールアミン、モノエタノールアミン、N-メチルエタノールアミン、モノプロパノールアミン、モノイソプロパノールアミン、N-メチルプロパノールアミン、N-(2-アミノエチル)エタノールアミン、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノールが挙げられる。

アシルアミンとしては、例えば、モノメチルアミン、ジメチルアミン、モノエチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、モノ-n-プロピ

ルアミン、モノイソプロピルアミン、ジイソプロピルアミン、トリイソプロピルアミン、モノ-*n*-ブチルアミン、モノ-*tert*-ブチルアミン、モノ-*sec*-ブチルアミン、モノ-2-エチルヘキシルアミン、トリ-*n*-オクチルアミン、*N*-メチルエチルアミンが挙げられる。

有機アミンの総炭素数は、好ましくは1以上、より好ましくは2以上であり、そして、好ましくは10以下、より好ましくは8以下、更に好ましくは6以下、より更に好ましくは4以下である。

[0035] これらの中でも、(C)成分は、所望のアルカリ性環境下への調製容易性、入手容易性、経済性等の観点から、好ましくはアルカリ金属の水酸化物、珪酸塩、炭酸塩、及びリン酸塩、並びに有機アミンから選ばれる1種以上であり、より好ましくはアルカリ金属の珪酸塩、及び総炭素数が1以上10以下であるモノヒドロキシアルキルアミンから選ばれる1種以上であり、更に好ましくは珪酸ナトリウム及び総炭素数が2以上6以下であるモノヒドロキシアルキルアミンから選ばれる1種以上であり、より更に好ましくは2号珪酸ナトリウム及びモノエタノールアミンから選ばれる1種以上である。

[0036] <(D)成分>

本発明のマイクロカプセル水分散液は、マイクロカプセルの分散安定性を向上させる観点から、更に、(D)成分として分散剤を含有することが好ましい。

なお、本発明において、「更に、(D)成分を含有する」とは、「更に、(D)成分を配合してなる」ことをも意味する。

(D)成分としては、アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤が挙げられる。

(D)成分は、1種を単独で又は2種以上を併用して用いてもよい。

[0037] アニオン性界面活性剤は、長期保持性を向上させる観点から、親水基としてアニオン性基と親油基とを分子中に有するものである。該アニオン性基としては、硫酸エステル基($-\text{OSO}_3\text{M}$)、スルホン酸基($-\text{SO}_3\text{M}$)、カルボキシ基($-\text{COOM}$)、リン酸基($-\text{OPO}_3\text{M}_2$)等の解離して水素イオン

が放出される基、又はそれらの解離したイオン形 ($-\text{OSO}_3^-$ 、 $-\text{SO}_3^-$ 、 $-\text{COO}^-$ 、 $-\text{OP}(\text{O})_3^{2-}$ 、 $-\text{OP}(\text{O})_3^-\text{M}$) 等が挙げられる。上記化学式中、Mは、アニオン性基の対イオンを示す。

アニオン性界面活性剤のアニオン性基の対イオンとしては、ナトリウムイオン、カリウムイオン等のアルカリ金属イオン；カルシウムイオン、マグネシウムイオン等のアルカリ土類金属イオン；アンモニウムイオン；炭素数2又は3のアルカノール基を1～3個有するアルカノールアンモニウム（例えばモノエタノールアンモニウム、ジエタノールアンモニウム、トリエタノールアンモニウム、トリイソプロパノールアンモニウム等）が挙げられる。

[0038] アニオン性界面活性剤としては、アニオン性基を有する低分子分散剤、アニオン性基を有する高分子分散剤が挙げられる。

アニオン性基を有する低分子分散剤としては、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸 (LAS) 塩等のスルホン酸塩；アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル硫酸エステル塩等の硫酸エステル塩；アルケニルコハク酸塩、炭素数8以上22以下の脂肪酸塩等のカルボン酸塩が挙げられる。

これらの中でも、アニオン性基を有する低分子分散剤は、好ましくは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩である。直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩の具体例としては、例えば、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムが挙げられる。

[0039] アニオン性基を有する高分子分散剤は、好ましくはカルボキシ基及びスルホン酸基から選ばれる少なくとも1種のアニオン性基を有する高分子分散剤である。

カルボキシ基を有する高分子分散剤は、好ましくはアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、及び無水マレイン酸から選ばれる少なくとも1種のカルボキシ基含有ビニルモノマー由来の構成単位を含み、より好ましくはアクリル酸単独重合体、メタクリル酸単独重合体、アクリル酸／マレイン酸共重合

体、メタクリル酸／マレイン酸共重合体、アクリル酸／無水マレイン酸共重合体、メタクリル酸／無水マレイン酸共重合体、及びこれらの塩から選ばれる１種以上である。

スルホン酸基を有する高分子分散剤としては、 β -ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩等の芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物の塩が挙げられる。

これらの中でも、アニオン性基を有する高分子分散剤は、より好ましくはカルボキシ基を有する高分子分散剤から選ばれる１種以上であり、更に好ましくはアクリル酸／マレイン酸共重合体、アクリル酸／無水マレイン酸共重合体、及びこれらの塩から選ばれる１種以上である。

[0040] ノニオン性分散剤としては、ノニオン性界面活性剤が挙げられる。

ノニオン性界面活性剤としては、アルキル基の炭素数が８以上２２以下であるポリオキシエチレンアルキルエーテル、ソルビトール脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、アルキルフェノールエチレンオキシド付加物、高級アルキルアミンエチレンオキシド付加物、ポリプロピレングリコールエチレンオキシド付加物が挙げられる。

[0041] 以上のとおり、（Ｄ）成分は、マイクロカプセルの分散安定性を向上させて、長期保持性を向上させる観点から、好ましくはアニオン性界面活性剤であり、より好ましくはアニオン性基を有する低分子分散剤、及びアニオン性基を有する高分子分散剤から選ばれる１種以上であり、更に好ましくは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、並びにカルボキシ基及びスルホン酸基から選ばれる少なくとも１種のアニオン性基を有する高分子分散剤から選ばれる１種以上であり、より更に好ましくは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、及びカルボキシ基を有する高分子分散剤から選ばれる１種以上であり、より更に好ましくは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、並びにアクリル酸、メタクリル酸、及びマレイン酸、及び無水マレイン酸から選ばれる少なくとも１種のカルボキシ基含有ビニルモノマー由来の構成単位を含むカルボキシ基

を有する高分子分散剤から選ばれる１種以上であり、より更に好ましくは、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、アクリル酸単独重合体、メタクリル酸単独重合体、アクリル酸／マレイン酸共重合体、メタクリル酸／マレイン酸共重合体、アクリル酸／無水マレイン酸共重合体、メタクリル酸／無水マレイン酸共重合体、及びこれらの単独重合体又は共重合体の塩から選ばれる１種以上である。

[0042] 本発明のマイクロカプセル水分散液は、必要に応じて、（Ａ）成分～（Ｄ）成分以外の他の成分を含有してもよい。他の成分としては、色素、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、シエル表面変性剤、増粘剤、沈着助剤、レオロジー調整剤等が挙げられる。

[0043] 本発明のマイクロカプセル水分散液は、該水分散液を各種製剤に配合するために、必要に応じて、（Ａ）成分～（Ｄ）成分以外の、布地柔軟化剤、布地フレッシュニング剤、布地強化剤、酵素、ビルダー、毛髪コンディショニング剤、皮膚コンディショニング剤、香料、粘土、ゼオライト、シリコーン等を予め含有しておいてもよい。

[0044] [マイクロカプセル水分散液の製造方法]

本発明のマイクロカプセル水分散液の製造方法は特に限定されない。例えば、予め公知の方法により製造した（Ａ）成分、（Ｂ）成分、並びに必要に応じて（Ｃ）成分又は（Ｄ）成分及び前述の他の成分を、混合する工程を含む方法により製造できる。

中でも、本発明のマイクロカプセル水分散液の製造方法は、長期保持性を向上させる観点、及び製造容易性の観点から、（Ａ）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（Ｂ）成分を添加する工程を含む方法であることが好ましい。

本発明のマイクロカプセル水分散液の製造方法は、（Ａ）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（Ｂ）成分を添加する際に必要に応じて（Ｃ）成分又は（Ｄ）成分及び前述の他の成分を更に添加してもよい。

[0045] 例えば、（Ａ）成分がシリカカプセルである場合には、本発明のマイクロ

カプセル水分散液の製造方法としては、（Ａ）成分としてシリカカプセルを含む水分散体と、（Ｂ）成分と、並びに必要なに応じて（Ｃ）成分又は（Ｄ）成分及び前述の他の成分とを、混合する工程を含む方法が好ましい。シリカカプセルを含む水分散体は、前述の方法により得ることができる。

各成分の添加順序は、特に制限はないが、（Ａ）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（Ｂ）成分、必要なに応じて（Ｃ）成分をこの順で添加してｐＨを調整した後、必要なに応じて前述の他の成分を添加することが好ましい。（Ｂ）成分及び必要なに応じて用いる（Ｃ）成分は、必要なに応じて水溶液として添加してもよい。

また、マイクロカプセル水分散液が（Ｄ）成分を含む場合には、（Ａ）成分を含むマイクロカプセル水分散体に（Ｄ）成分を添加した後、（Ｂ）成分及び必要なに応じて（Ｃ）成分をこの順で添加してｐＨを調整した後、必要なに応じて前述の他の成分を添加することが好ましい。（Ｄ）成分は必要なに応じて水溶液として添加してもよい。

（Ａ）成分を含むマイクロカプセル水分散体、（Ｂ）成分、並びに必要なに応じて用いる（Ｃ）成分又は（Ｄ）成分及び他の成分の混合温度は、マイクロカプセルの分散安定性を向上させて、長期保持性を向上させる観点、及びは、好ましくは１５℃以上、より好ましくは２０℃以上であり、そして、好ましくは３５℃以下、より好ましくは３０℃以下である。

また、各成分の混合は、公知の攪拌装置等を用いることができる。

[0046]（マイクロカプセル水分散液の組成）

本発明に係るマイクロカプセル水分散液中の（Ａ）成分の含有量又は配合量は、水分散液を低粘度化し、取り扱い性を向上させる観点から、好ましくは５０質量％以下、より好ましくは４５質量％以下、更に好ましくは４０質量％以下、より更に好ましくは３５質量％以下、より更に好ましくは３０質量％以下であり、そして、水分散液を用いた液体組成物又は製品の調製を容易にする観点から、好ましくは５質量％以上、より好ましくは１０質量％以上、更に好ましくは１５質量％以上、より更に好ましくは１８質量％以上、

より更に好ましくは20質量%以上である。

[0047] 本発明に係るマイクロカプセル水分散液中の(B)成分の含有量又は配合量は、長期保持性を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0.15質量%以上、更に好ましくは0.2質量%以上であり、そして、好ましくは1質量%以下、より好ましくは0.7質量%以下、更に好ましくは0.5質量%以下、より更に好ましくは0.4質量%以下、より更に好ましくは0.3質量%以下である。

[0048] 本発明に係るマイクロカプセル水分散液中の(A)成分100質量部に対する(B)成分の含有量又は配合量は、長期保持性を向上させる観点から、好ましくは0.1質量部以上、より好ましくは0.5質量部以上、更に好ましくは0.9質量部以上であり、そして、水分散液中の塩濃度を抑制し、マイクロカプセルの分散安定性を向上させる観点から、好ましくは5.0質量部以下、より好ましくは4.0質量部以下、更に好ましくは3.0質量部以下、より更に好ましくは2.0質量部以下である。

[0049] 本発明に係るマイクロカプセル水分散液が(D)成分を含有する場合、該マイクロカプセル水分散液中の(D)成分の含有量又は配合量は、マイクロカプセルの分散安定性を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0.07質量%以上、更に好ましくは0.1質量%以上であり、そして、好ましくは3質量%以下、より好ましくは2質量%以下、更に好ましくは1質量%以下、より更に好ましくは0.7質量%以下、より更に好ましくは0.5質量%以下である。

[0050] 本発明に係るマイクロカプセル水分散液中の(A)成分100質量部に対する(D)成分の含有量又は配合量は、マイクロカプセルの分散安定性を向上させ、マイクロカプセルの凝集によるカプセル間の亀裂の発生を抑制し、長期保持性を向上させる観点から、好ましくは0.1質量部以上、より好ましくは0.3質量部以上、更に好ましくは0.5質量部以上であり、そして、泡立ちを抑制し、取り扱い性を向上させる観点から、好ましくは10質量部以下、より好ましくは9.0質量部以下、更に好ましくは8.0質量部以下

下、より更に好ましくは7.0質量部以下、より更に好ましくは5.0質量部以下、より更に好ましくは3.0質量部以下、より更に好ましくは2.0質量部以下、より更に好ましくは1.7質量部以下である。

[0051] 本発明に係るマイクロカプセル水分散液のpHは、所望のアルカリ性環境下へ調整して長期保持性を向上させる観点、及び取り扱い性の観点から、好ましくは7.5以上、より好ましくは8.0以上、更に好ましくは8.5以上、より更に好ましくは9.0以上であり、そして、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。マイクロカプセル水分散液のpHは、実施例に記載の方法により測定することができる。

本発明において、(C)成分は、マイクロカプセル水分散液のpHが上記の範囲となるように水分散液中に含有又は配合されることが好ましい。

[0052] 本発明に係るマイクロカプセル水分散液の25℃における粘度は、好ましくは1mPa・s以上、より好ましくは2mPa・s以上、更に好ましくは3mPa・s以上であり、そして、好ましくは4,000mPa・s以下、より好ましくは2,000mPa・s以下、更に好ましくは1,000mPa・s以下、より更に好ましくは500mPa・s以下、より更に好ましくは100mPa・s以下、より更に好ましくは50mPa・s以下、より更に好ましくは30mPa・s以下である。

本発明のマイクロカプセル水分散液の25℃における粘度は、実施例に記載の方法により測定することができる。

[0053] 本発明に係るマイクロカプセル水分散液は、長期保持性に優れ、取り扱い易さと低環境負荷とを両立することができることから、種々の用途に用いることができる。用途としては、例えば、乳液、化粧液、化粧水、美容液、クリーム、ジェル製剤、毛髪処理剤、医薬部外品等の香粧品、洗浄剤、柔軟剤、しわ防止スプレー等の繊維処理剤、紙おむつ等の衛生用品、芳香剤等の各種用途が挙げられ、これらの用途の製造に好適に用いることができる。

[0054] 本発明に係るマイクロカプセル水分散液は、洗浄剤組成物、繊維処理剤組

成物、香粧品組成物、芳香剤組成物、消臭剤組成物等の液体組成物に含有又は配合して用いることが好ましい。該組成物としては、好ましくは粉末洗浄剤組成物、液体洗浄剤組成物等の洗浄剤組成物；柔軟剤組成物等の繊維処理剤組成物などから選ばれる1種以上であり、より好ましくは繊維処理剤組成物であり、更に好ましくは柔軟剤組成物である。

[0055] [マイクロカプセル水分散液の安定化方法]

本発明のマイクロカプセル水分散液の安定化方法は、長期保持性を向上させる観点から、下記の（A）成分及び（B）成分を含有する、マイクロカプセル水分散液の安定化方法であって、

（A）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

（B）成分：（B1）アミノ酸、（B2）ポリヒドロキシアミン、及び（B3）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上

（A）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（B）成分を添加することにより、マイクロカプセル水分散液を安定化させる方法である。

本発明において、「安定化」とは、マイクロカプセル水分散液中に含まれるマイクロカプセルに内包される香料等の有効成分である有機化合物の漏洩を抑制することで、マイクロカプセルに内包される該有機化合物を長期間保持することを意味する。

本発明のマイクロカプセル水分散液の安定化方法は、（A）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（B）成分を添加する際に必要に応じて（C）成分又は（D）成分及び前述の他の成分を更に添加してもよい。

ここで、（A）成分～（D）成分及び他の成分についての説明は、上述したマイクロカプセル水分散液の項における説明と同様であるため省略する。

[0056] 例えば、（A）成分がシリカカプセルである場合には、本発明のマイクロカプセル水分散液の安定化方法としては、（A）成分としてシリカカプセルを含む水分散体と、（B）成分と、並びに必要に応じて（C）成分又は（D）成分及び前述の他の成分とを、混合する工程を含む方法が好ましい。シリ

カプセルを含む水分散体は、前述の方法により得ることができる。

各成分の添加順序は、特に制限はないが、(A)成分を含むマイクロカプセル水分散体に、(B)成分、必要に応じて(C)成分をこの順で添加してpHを調整した後、必要に応じて前述の他の成分を添加することが好ましい。(B)成分及び必要に応じて用いる(C)成分は、必要に応じて水溶液として添加してもよい。

また、マイクロカプセル水分散液が(D)成分を含む場合には、(A)成分を含むマイクロカプセル水分散体に(D)成分を添加した後、(B)成分及び必要に応じて(C)成分をこの順で添加してpHを調整した後、必要に応じて前述の他の成分を添加することが好ましい。(D)成分は必要に応じて水溶液として添加してもよい。

(A)成分を含むマイクロカプセル水分散体、(B)成分、並びに必要に応じて用いる(C)成分又は(D)成分及び他の成分の混合温度は、マイクロカプセルの分散安定性を向上させて、長期保持性を向上させる観点、及びは、好ましくは15℃以上、より好ましくは20℃以上であり、そして、好ましくは35℃以下、より好ましくは30℃以下である。

また、各成分の混合は、公知の攪拌装置等を用いることができる。

[0057] 上述した実施形態に関し、本発明は更に以下のマイクロカプセル水分散液、マイクロカプセル水分散液の製造方法、及びマイクロカプセル水分散液の安定化方法を開示する。

<1> 下記の(A)成分及び(B)成分を含有する、マイクロカプセル水分散液。

(A)成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

(B)成分：(B1)アミノ酸、(B2)ポリヒドロキシアミン、及び(B3)水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上

[0058] <2> (B)成分の少なくとも1つの解離段における25℃での酸解離指数pKaが、好ましくは7.5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、そして、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、より更に好ましくは10.0以下である、前記<1>に記載のマイクロカプセル水分散液。

<3> (B)成分が、好ましくは(B1)アミノ酸及び(B2)ポリヒドロキシアミンから選ばれる1種以上であり、より好ましくは(B1)アミノ酸を含み、更に好ましくは(B1)アミノ酸である、前記<1>又は<2>に記載のマイクロカプセル水分散液。

<4> (B1)アミノ酸が、好ましくは中性アミノ酸及び酸性アミノ酸から選ばれる1種以上であり、より好ましくは中性アミノ酸であり、更に好ましくはモノアミノモノカルボン酸であり、より更に好ましくはグリシン及びアラニンから選ばれる1種以上であり、より更に好ましくはグリシンである、前記<1>~<3>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

[0059] <5> 更に、(C)成分としてアルカリ剤(ただし、(B)成分を除く)を含有する、前記<1>~<4>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

<6> (C)成分が、好ましくはアルカリ金属の水酸化物、珪酸塩、炭酸塩、及びリン酸塩、並びに有機アミンから選ばれる1種以上であり、より好ましくはアルカリ金属の珪酸塩及び総炭素数が1以上10以下であるモノヒドロキシアルキルアミンから選ばれる1種以上であり、更に好ましくは珪酸钠ナトリウム及び総炭素数が2以上6以下であるモノヒドロキシアルキルアミンから選ばれる1種以上であり、より更に好ましくは2号珪酸钠ナトリウム及びモノエタノールアミンから選ばれる1種以上である、前記<5>に記載のマイクロカプセル水分散液。

[0060] <7> 前記無機物が、好ましくは金属元素又は半金属元素を含む金属酸化物であり、より好ましくは金属アルコキシド $[M(OR)_x]$ をシェル前駆体としたゾルーゲル反応により形成されてなる無機重合体であり、更に好ましくはケイ素、アルミニウム、及びチタンから選ばれる1種以上の金属アルコキシドをシェル前駆体としたゾルーゲル反応により形成されてなる無機重

合体であり、より更に好ましくはアルコキシシランをシェル前駆体としたゾルーゲル反応により形成されてなるシリカである、前記<1>～<6>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

<8> 前記アルコキシシランが、好ましくはテトラアルコキシシランである、前記<7>に記載のマイクロカプセル水分散液。

<9> (A) 成分が、シリカを構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセルである、前記<1>～<6>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

<10> 前記シェルが、アルコキシシランの加水分解重縮合物であるシリカを構成成分として含む内殻と、該内殻の外側に更にアルコキシシランの加水分解重縮合物であるシリカを構成成分として含む外殻とを有する多層シェルである、前記<9>に記載のマイクロカプセル水分散液。

[0061] <11> 前記有機化合物が、好ましくは、香料；香料前駆体；油剤；酸化防止剤；抗菌剤；肥料；繊維、皮膚、及び毛髪等の表面変性剤；冷感剤；染料；色素；シリコーン；溶媒；及び油性ポリマーから選ばれる1種以上、より好ましくは、香料、香料前駆体、油剤、酸化防止剤、抗菌剤、肥料、表面変性剤、及び溶媒から選ばれる1種以上、更に好ましくは香料、香料前駆体、油剤、酸化防止剤、及び溶媒から選ばれる1種以上、より更に好ましくは香料、香料前駆体及び油剤から選ばれる1種以上、より更に好ましくは香料及び香料前駆体から選ばれる1種以上である、前記<1>～<10>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

<12> 前記有機化合物の cLogP 値は、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3以上であり、そして、好ましくは30以下、より好ましくは20以下、更に好ましくは10以下である、前記<1>～<11>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

<13> 前記(A)成分のマイクロカプセルのメジアン径 D_{50} が、好ましくは $100\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $75\mu\text{m}$ 以下、更に好ましくは $50\mu\text{m}$ 以下、より更に好ましくは $30\mu\text{m}$ 以下、より更に好ましくは $10\mu\text{m}$ 以下

であり、そして、好ましくは $0.01\text{ }\mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $0.05\text{ }\mu\text{m}$ 以上、更に好ましくは $0.07\text{ }\mu\text{m}$ 以上、より更に好ましくは $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以上、より更に好ましくは $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上、より更に好ましくは $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上である、前記<1>～<12>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

[0062] <14> 下記の(A)成分、(B)成分、及び(C)成分を含有する、マイクロカプセル水分散液。

(A)成分：シリカを構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

(B)成分：(B1)アミノ酸、(B2)ポリヒドロキシアミン、及び(B3)水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上

(C)成分：アルカリ剤(ただし、(B)成分を除く)

<15> (B)成分が、好ましくは(B1)アミノ酸及び(B2)ポリヒドロキシアミンから選ばれる1種以上であり、より好ましくは(B1)アミノ酸を含み、更に好ましくは(B1)アミノ酸である、前記<14>に記載のマイクロカプセル水分散液。

<16> (B1)成分が、好ましくは中性アミノ酸及び酸性アミノ酸から選ばれる1種以上であり、より好ましくは中性アミノ酸であり、更に好ましくはモノアミノモノカルボン酸であり、より更に好ましくはグリシン及びアラニンから選ばれる1種以上であり、より更に好ましくはグリシンである、前記<14>又は<15>に記載のマイクロカプセル水分散液。

<17> (C)成分が、好ましくはアルカリ金属の水酸化物、珪酸塩、炭酸塩、及びリン酸塩、並びに有機アミンから選ばれる1種以上であり、より好ましくはアルカリ金属の珪酸塩及び総炭素数が1以上10以下であるモノヒドロキシアルキルアミンから選ばれる1種以上であり、更に好ましくは珪酸ナトリウム及び総炭素数が2以上6以下であるモノヒドロキシアルキルアミンから選ばれる1種以上であり、より更に好ましくは2号珪酸ナトリウム及びモノエタノールアミンから選ばれる1種以上である、前記<14>～<

16＞のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

[0063] <18> マイクロカプセル水分散液中の（A）成分の含有量又は配合量が、好ましくは50質量%以下、より好ましくは45質量%以下、更に好ましくは40質量%以下、より更に好ましくは35質量%以下、より更に好ましくは30質量%以下であり、そして、好ましくは5質量%以上、より好ましくは10質量%以上、更に好ましくは15質量%以上、より更に好ましくは18質量%以上、より更に好ましくは20質量%以上である、前記<1>～<17>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

<19> マイクロカプセル水分散液中の（B）成分の含有量又は配合量が、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.15質量%以上、更に好ましくは0.2質量%以上であり、そして、好ましくは1質量%以下、より好ましくは0.7質量%以下、更に好ましくは0.5質量%以下、より更に好ましくは0.4質量%以下、より更に好ましくは0.3質量%以下である、前記<1>～<18>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

<20> マイクロカプセル水分散液中の（A）成分100質量部に対する（B）成分の含有量又は配合量が、好ましくは0.1質量部以上、より好ましくは0.5質量部以上、更に好ましくは0.9質量部以上であり、そして、好ましくは5.0質量部以下、より好ましくは4.0質量部以下、更に好ましくは3.0質量部以下、より更に好ましくは2.0質量部以下である、前記<1>～<19>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

[0064] <21> 更に、（D）成分として分散剤を含有する、前記<1>～<20>のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

<22> （D）成分が、好ましくはアニオン性界面活性剤であり、より好ましくはアニオン性基を有する低分子分散剤、及びアニオン性基を有する高分子分散剤から選ばれる1種以上であり、更に好ましくは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、並びにカルボキシ基及びスルホン酸基から選ばれる少なくとも1種のアニオン性基を有する高分子分散剤から選ばれる1種以上であり、より更に好ましくは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、及びカルボキ

シ基を有する高分子分散剤から選ばれる１種以上であり、より更に好ましくは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、並びにアクリル酸、メタクリル酸、及びマレイン酸、及び無水マレイン酸から選ばれる少なくとも１種のカルボキシ基含有ビニルモノマー由来の構成単位を含むカルボキシ基を有する高分子分散剤から選ばれる１種以上であり、より更に好ましくは、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、アクリル酸単独重合体、メタクリル酸単独重合体、アクリル酸／マレイン酸共重合体、メタクリル酸／マレイン酸共重合体、アクリル酸／無水マレイン酸共重合体、メタクリル酸／無水マレイン酸共重合体、及びこれらの単独重合体又は共重合体の塩から選ばれる１種以上である、前記＜２１＞に記載のマイクロカプセル水分散液

＜２３＞ マイクロカプセル水分散液中の（Ｄ）成分の含有量又は配合量が、好ましくは０．０５質量％以上、より好ましくは０．０７質量％以上、更に好ましくは０．１質量％以上であり、そして、好ましくは３質量％以下、より好ましくは２質量％以下、更に好ましくは１質量％以下、より更に好ましくは０．７質量％以下、より更に好ましくは０．５質量％以下である、前記＜２１＞又は＜２２＞に記載のマイクロカプセル水分散液。

＜２４＞ マイクロカプセル水分散液中の（Ａ）成分１００質量部に対する（Ｄ）成分の含有量又は配合量が、好ましくは０．１質量部以上、より好ましくは０．３質量部以上、更に好ましくは０．５質量部以上であり、そして、好ましくは１０質量部以下、より好ましくは９．０質量部以下、更に好ましくは８．０質量部以下、より更に好ましくは７．０質量部以下、より更に好ましくは５．０質量部以下、より更に好ましくは３．０質量部以下、より更に好ましくは２．０質量部以下、より更に好ましくは１．７質量部以下である、前記＜２１＞～＜２３＞のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

[0065] ＜２５＞ マイクロカプセル水分散液のｐＨが、好ましくは７．５以上、より好ましくは８．０以上、更に好ましくは８．５以上、より更に好ましくは９．０以上であり、そして、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、前記＜ 1＞～＜ 24＞のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

[0066] ＜ 26＞ （A）成分を含む水分散体と（B）成分とを混合する工程を含む、前記＜ 1＞～＜ 25＞のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液の製造方法。

＜ 27＞ （A）成分を含む水分散体と、（B）成分と、（C）成分と、を混合する工程を含む、前記＜ 1＞～＜ 26＞のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液の製造方法。

[0067] ＜ 28＞ 下記の（A）成分及び（B）成分を含有する、マイクロカプセル水分散液の製造方法であって、

（A）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に 1 種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

（B）成分：（B 1）アミノ酸、（B 2）ポリヒドロキシアミン、及び（B 3）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる 1 種以上

（A）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（B）成分を添加する工程を含む、マイクロカプセル水分散液の製造方法。

＜ 29＞ 前記工程が、（A）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（B）成分、（C）成分をこの順で添加して pH を調整する工程である、前記＜ 28＞に記載のマイクロカプセル水分散液の製造方法。

＜ 30＞ 前記工程が、（A）成分を含むマイクロカプセル水分散体に（D）成分を添加した後、（B）成分及び（C）成分をこの順で添加して pH を調整する工程である、前記＜ 28＞又は＜ 29＞に記載のマイクロカプセル水分散液の製造方法。

[0068] ＜ 31＞ 下記の（A）成分及び（B）成分を含有する、マイクロカプセル水分散液の安定化方法であって、

（A）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に 1 種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル

（B）成分：（B 1）アミノ酸、（B 2）ポリヒドロキシアミン、及び（

B 3) 水酸化第四級アンモニウムから選ばれる 1 種以上

(A) 成分を含むマイクロカプセル水分散体に、(B) 成分を添加することにより、マイクロカプセル水分散液を安定化させる、マイクロカプセル水分散液の安定化方法。

< 3 2 > (A) 成分を含むマイクロカプセル水分散体に、(B) 成分、(C) 成分をこの順で添加して pH を調整する工程を含む、前記< 3 1 >に記載のマイクロカプセル水分散液の安定化方法。

< 3 3 > (A) 成分を含むマイクロカプセル水分散体に (D) 成分を添加した後、(B) 成分及び (C) 成分をこの順で添加して pH を調整する工程を含む、前記< 3 1 >又は< 3 2 >に記載のマイクロカプセル水分散液の安定化方法。

実施例

[0069] 実施例及び比較例における各種測定は、以下の方法により行った。

〔メジアン径 D_{50} の測定〕

乳化滴のメジアン径 D_{50} 及びマイクロカプセルのメジアン径 D_{50} は、レーザ回折／散乱式粒子径分布測定装置「LA-960」（商品名、株式会社堀場製作所製）を用いて測定した。測定はフローセルを使用し、媒体は水、分散質の屈折率は $1.45 - 0i$ に設定した。乳化液又はマイクロカプセルを含む水分散体をフローセルに添加し、透過率が 90% 付近を示した濃度で測定を実施し、体積基準でメジアン径 D_{50} を求めた。

[0070] 〔pH の測定〕

pH 電極「9680S-10D」（商品名、株式会社堀場製作所製）を使用したポータブル型 pH 計「D-71」（商品名、株式会社堀場製作所製）を用いて、25℃における pH を測定した。

[0071] 〔粘度の測定〕

マイクロカプセル水分散液の粘度は、E 型粘度計（モデル：TVE35L、東機産業株式会社製）を用いて、コーンロータは $1^{\circ} 34' \times R24$ を使用し、回転速度は、20 rpm、測定温度は 25℃で測定した。

[0072] <モデル香料>

マイクロカプセルに内包する有機化合物として、表 1 に示す組成を有するモデル香料 A（体積平均 $cLogP$: 3.9、比重 : 0.96）を用いた。なお、前記モデル香料の体積平均 $cLogP$ 値は、モデル香料に含まれる香料成分の $cLogP$ 値にそれぞれモデル香料中における体積比率を乗じ、それらの和として算出した。この算出において、モデル香料 A 中の含有量が 0.5 質量%以上である香料成分の全てを考慮し、モデル香料 A 中の含有量が 0.5 質量%未満の香料成分についても、比重及び $cLogP$ 値が明らかなものについては計算に加えた。

[0073] [表1]

表 1: モデル香料 A

香料成分名	含有量 (質量%)	$cLogP$
メチルジヒドロジャスモネート	19.7	3.0
γ -デカラクトン	13.0	2.6
エチレンブラシレート	11.5	4.7
o-tert-ブチルシクロヘキシルアセテート	10.6	4.4
アンバーコア	7.7	4.1
その他	37.5	

[0074] ((A) 成分の合成)

合成例 1 - 1

(工程 1)

0.91 g のコータミン 60W（商品名、花王株式会社製、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、有効分 30 質量%）を 224.13 g のイオン交換水で希釈して水相成分を得た。この水相成分に、60.03 g のモデル香料 A と 15.10 g のテトラエトキシシラン（以下、「TEOS」ともいう）を混合して調製した油相成分を加え、室温（約 25℃）にて、で回転数 9,000 rpm で 10 分に設定したホモミキサー（Hsiang Tai 社製、モデル：HM-310）を用いて 10 分間混合液を乳化し、乳化液を得た。この時の乳化滴のメジアン径 D_{50} は 1.3 μm であった。

次いで、得られた乳化液の pH を、1 質量%硫酸水溶液を用いて 3.7 に

調整した後、攪拌翼と冷却器を備えたセパラブルフラスコに移し、液温を30℃に保ちつつ、200rpmで24時間攪拌し、モデル香料Aからなるコアと第一シェルとを有するマイクロカプセルを含む水分散体を得た。

(工程2)

次いで、工程1で得られた水分散体280.0gに対し、8.4gのTEOSを420分かけて滴下した。滴下後、更に17時間攪拌させて第一シェルを包接する第二シェルを形成し、モデル香料Aが非晶質シリカで内包されたシリカカプセル(A-1)を21.7質量%で含む水分散体を得た。シリカカプセル(A-1)のメジアン径 D_{50} は2.1 μm であった。なお、前記水分散体中のシリカカプセル(A-1)の含有量は、該シリカカプセル合成時の配合組成からの計算値である。

[0075] (マイクロカプセル水分散液の製造)

実施例1～2

以下の表2に示す組成となるように、20～25℃にて、(A)成分を含む水分散体に、(B)成分、(C)成分をこの順で添加してpHを表2に示す値に調整した後、防腐剤としてPROXEL BDN(商品名、ロンザジャパン株式会社製、有効成分：1,2-ベンズイソチアゾリン-3-オン)(以下、「PROXEL BDN」と表記する)を、水分散液中の濃度が実施例1において600ppmとなるように、実施例2においては1,000ppmとなるように添加し、マイクロカプセル水分散液を得た。

なお、実施例1で得られたマイクロカプセル水分散液の粘度は、4.5mPa・sであった。

[0076] 実施例3～7

以下の表2に示す組成となるように、20～25℃にて、(A)成分を含む水分散体に、(D)成分、(B)成分、(C)成分をこの順で添加してpHを9.5に調整した後、防腐剤としてPROXEL BDNを水分散液中の濃度が1,000ppmとなるように添加し、マイクロカプセル水分散液を得た。

実施例3～7で得られたマイクロカプセル水分散液を20℃で保管し、シリカカプセルのゲル化及び凝集の有無を観察したところ、14日後においてもシリカカプセルのゲル化や凝集は確認されず、マイクロカプセルの分散安定性が良好であった。

[0077] 比較例1

以下の表2に示す組成となるように、20～25℃にて、(A)成分を含む水分散体に、(C)成分を添加してpHを9.5に調整した後、防腐剤としてPROXEL BDNを水分散液中の濃度が1,000ppmとなるように添加し、マイクロカプセル水分散液を得た。

[0078] 比較例2

以下の表2に示す組成となるように、20～25℃にて、(A)成分を含む水分散体に、(D)成分、及び(C)成分を添加してpHを9.5に調整した後、防腐剤としてPROXEL BDNを水分散液中の濃度が1,000ppmとなるように添加し、マイクロカプセル水分散液を得た。

[0079] 表2中で用いた成分の詳細を以下に示す。

Tris: トリスヒドロキシメチルアミノメタン

2号珪酸ナトリウム: $2\text{Na}_2\text{O} \cdot 5\text{SiO}_2$ 水溶液、有効成分: 40質量%
(富士化学株式会社製)

LAS-Na: ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム (商品名: ネオペレックス G-25、花王株式会社製、有効成分: 25質量%)

ポイズ520: ポリカルボン酸型高分子界面活性剤 (商品名: ポイズ520、花王株式会社製、有効成分: 40質量%)

ポイズ521: ポリカルボン酸型高分子界面活性剤 (商品名: ポイズ521、花王株式会社製、有効成分: 40質量%)

[0080] [香料成分の長期保持性の評価]

実施例及び比較例のマイクロカプセル水分散液をスクリー管に封入した後、30℃で静置した。静置後14日間保管後に、マイクロカプセル水分散液をすくい取って20mgを精秤し、イオン交換水50gで希釈した後、メ

ンブレンフィルター（M i l l i p o r e 社製、製品名「O m n i p o r e」、型番「J A W P 0 4 7 0 0」）に通すことにより、メンブレンフィルター上にシリカカプセルを回収した。

更に、メンブレンフィルター上で、イオン交換水 1 0 m L、次いでヘキサン 1 0 m L によりシリカカプセルを洗浄後、該シリカカプセルを、内部標準としてトリデカンを $1 0 \mu\text{g}/\text{mL}$ の濃度で含むメタノール 1 0 m L に浸漬し、超音波照射装置（B r a n s o n 社製、型式「5 5 1 0」）を用いて出力 1 8 0 W、発振周波数 4 2 k H z の条件で超音波は 6 0 分間照射してシリカカプセル内の香料を溶出させた。この溶液をもう一度メンブレンフィルター（東洋濾紙株式会社製、製品名「D I S M I C」、型式「1 3 J P 0 2 0 A N」）に通液後、この溶液に含まれる各香料成分を、ガスクロマトグラフィーを用いて測定し、シリカカプセルに内包されていた香料成分の量 α とした。

また、実施例及び比較例で調製した 3 0 °C 保管前のマイクロカプセル水分分散液 2 0 m g を精秤し、メタノール 1 0 m L に浸漬し、超音波照射装置を用いて出力 1 8 0 W、発振周波数 4 2 k H z の条件で超音波は 6 0 分間照射してシリカカプセル内の香料を溶出させた。この溶液をメンブレンフィルター（東洋濾紙株式会社製、製品名「D I S M I C」、型式「1 3 J P 0 2 0 A N」）に通液後、この溶液に含まれる各香料成分を、ガスクロマトグラフィーを用いて測定し、マイクロカプセル水分分散液に含まれる香料成分の量 β とした。

モデル香料 A に含まれる香料成分としてメチルジヒドロジャスモネートの保持率を以下の式に従って算出し、長期保持性を評価した。

なお、分析の都合上、メチルジヒドロジャスモネートの保持率が 1 0 0 % を超えたものに関しては、メチルジヒドロジャスモネートの保持率を 1 0 0 % とした。

結果を以下の表 2 に示す。

メチルジヒドロジャスモネートの保持率 (%) = { (保管後のシリカカプ

セルに内包されていたメチルジヒドロジャスモネートの量 α) / (マイクロカプセル水分散液に含まれるメチルジヒドロジャスモネートの量 β) } $\times 100$

[0081] [表2]

表 2		マイクロカプセル水分散液									長期保持性	
		(A)成分		(B)成分			(C)成分	(D)成分			pH	香料成分の 保持率(%) (保管温度30℃、 保管日数14日間)
		種類	含有量 (配合量) (質量%)	種類	25℃での 酸解離 指数 pKa	含有量 (配合量) (質量%)	種類	種類	含有量 (配合量) (質量%) *1			
実施例	1	シリカカプセル (A-1)	21.1	グリシン	9.24	0.23	モノエタノール アミン	-	-	9.6	97	
	2	シリカカプセル (A-1)	21.0	アラニン	9.48	0.26	モノエタノール アミン	-	-	9.5	100	
	3	シリカカプセル (A-1)	20.8	グリシン	9.24	0.23	モノエタノール アミン	LAS-Na	0.30	9.5	100	
	4	シリカカプセル (A-1)	20.9	グリシン	9.24	0.22	2号珪酸 ナトリウム	ボイズ520 ボイズ521	0.05 0.11	9.5	88	
	5	シリカカプセル (A-1)	21.0	グリシン	9.24	0.22	モノエタノール アミン	ボイズ520 ボイズ521	0.05 0.10	9.5	94	
	6	シリカカプセル (A-1)	20.9	Tris	8.95	0.36	モノエタノール アミン	ボイズ520 ボイズ521	0.05 0.10	9.5	90	
	7	シリカカプセル (A-1)	20.7	Tris	8.95	0.35	モノエタノール アミン	LAS-Na	0.31	9.5	85	
比較例	1	シリカカプセル (A-1)	21.6	-	-	-	モノエタノール アミン	-	-	9.5	82	
	2	シリカカプセル (A-1)	21.3	-	-	-	モノエタノール アミン	LAS-Na	0.30	9.5	56	

*1:有効成分の含有量(配合量)(質量%)

[0082] 表2から、実施例のマイクロカプセル水分散液は、比較例のものと比べて、内包する香料成分の長期保持性に優れることが分かる。

また、実施例3及び7のマイクロカプセル水分散液は、同じ(D)成分を用いた比較例2と比べて、内包する香料成分の長期保持性に優れることが分かる。

産業上の利用可能性

[0083] 本発明によれば、内包する香料等の有効成分である有機化合物を長期間保持することができる、マイクロカプセル水分散液を得ることができる。そのため、本発明によれば、ランドリー製品、パーソナルケア製品、化粧品、家庭用液体製品等の各種製品への賦香をはじめとする各種機能性付与において、ゲル化や凝集による増粘等もなく取り扱いが容易なマイクロカプセル水分

散液を得ることができ、該マイクロカプセル水分散液は幅広く利用することができる。

請求の範囲

- [請求項1] 下記の（Ａ）成分及び（Ｂ）成分を含有する、マイクロカプセル水分散液。
- （Ａ）成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に１種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル
- （Ｂ）成分：（Ｂ１）アミノ酸、（Ｂ２）ポリヒドロキシアミン、及び（Ｂ３）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる１種以上
- [請求項2] 前記（Ｂ）成分の少なくとも１つの解離段における２５℃での酸解離指数 pK_a が 7.5 以上 13.0 以下である、請求項 1 に記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項3] 前記（Ｂ）成分が、（Ｂ１）アミノ酸を含む、請求項 1 又は 2 に記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項4] 前記（Ｂ１）アミノ酸が、グリシン及びアラニンから選ばれる１種以上である、請求項 3 に記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項5] 更に、（Ｃ）成分としてアルカリ剤（ただし、（Ｂ）成分を除く）を含有する、請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項6] 前記（Ｃ）成分が、アルカリ金属の水酸化物、珪酸塩、炭酸塩、及びリン酸塩、並びに有機アミンから選ばれる１種以上である、請求項 5 に記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項7] マイクロカプセル水分散液の pH が、7.5 以上 11.0 以下である、請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項8] マイクロカプセル水分散液中の前記（Ｂ）成分の含有量が、0.1 質量％以上 1 質量％以下である、請求項 1 ～ 7 のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項9] マイクロカプセル水分散液中の前記（Ａ）成分の含有量が、5 質量％以上 50 質量％以下である、請求項 1 ～ 8 のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。

- [請求項10] 更に、(D)成分として分散剤を含有する、請求項1～9のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項11] マイクロカプセル水分散液中の前記(D)成分の含有量が、0.05質量%以上3質量%以下である、請求項10に記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項12] 前記(A)成分が、シリカを構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセルである、請求項1～11のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項13] 前記(A)成分のマイクロカプセルのメジアン径 D_{50} が、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下である、請求項1～12のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項14] 前記有機化合物が、香料、香料前駆体、油剤、酸化防止剤、及び溶媒から選ばれる1種以上である、請求項1～13のいずれかに記載のマイクロカプセル水分散液。
- [請求項15] 下記の(A)成分及び(B)成分を含有する、マイクロカプセル水分散液の製造方法であって、
(A)成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル
(B)成分：(B1)アミノ酸、(B2)ポリヒドロキシアミン、及び(B3)水酸化第四級アンモニウムから選ばれる1種以上
(A)成分を含むマイクロカプセル水分散体に、(B)成分を添加する工程を含む、マイクロカプセル水分散液の製造方法。
- [請求項16] 下記の(A)成分及び(B)成分を含有する、マイクロカプセル水分散液の安定化方法であって、
(A)成分：無機物を構成成分として含むシェルと、該シェルの内部に1種以上の有機化合物を含むコアとを有するマイクロカプセル
(B)成分：(B1)アミノ酸、(B2)ポリヒドロキシアミン、

及び（B 3）水酸化第四級アンモニウムから選ばれる 1 種以上

（A）成分を含むマイクロカプセル水分散体に、（B）成分を添加することにより、マイクロカプセル水分散液を安定化させる、マイクロカプセル水分散液の安定化方法。