



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 118450937 A

(43) 申请公布日 2024.08.06

(21) 申请号 202280084705.9

(22) 申请日 2022.11.28

(30) 优先权数据

2021-209133 2021.12.23 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.06.20

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2022/043646 2022.11.28

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/120040 JA 2023.06.29

(71) 申请人 花王株式会社

地址 日本

(72) 发明人 铃木政宏 宅见洋辉

(74) 专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司 11322

专利代理师 龙淳 王磊

(51) Int.Cl.

*B01J 13/14* (2006.01)

*A61Q 13/00* (2006.01)

*C11D 3/08* (2006.01)

*C11D 7/14* (2006.01)

*C11B 9/00* (2006.01)

权利要求书1页 说明书30页

(54) 发明名称

组合物

(57) 摘要

本发明的组合物含有 (A) 内包功能剂的二氧化硅胶囊、(B) 选自硅酸和硅酸盐中的化合物、以及水, (B) 成分与 (A) 成分分开含于组合物中。

1. 一种组合物,其含有下述(A)成分、(B)成分和水,其中,  
(B)成分与(A)成分分开含于组合物中,  
(A)成分:内包功能剂的二氧化硅胶囊;  
(B)成分:选自硅酸和硅酸盐中的化合物。
2. 如权利要求1所述的组合物,其中,  
(B)成分为下述式(B1)所表示的化合物:  
$$M_2O \cdot nSiO_2 \cdot mH_2O \text{ (B1)}$$
式中,M为选自碱金属原子和氢原子中的原子,n为1.0以上4.0以下的数,m为5.0以上50.0以下的数。
3. 如权利要求1或2所述的组合物,其中,  
(A)成分的以所内包的功能剂计的含量与(B)成分的以二氧化硅计的含量的质量比(B)/(A)为0.05以上。
4. 如权利要求1~3中任一项所述的组合物,其中,  
还含有下述(C)成分:  
(C)成分:表面活性剂。
5. 如权利要求4所述的组合物,其中,  
(A)成分的以所内包的功能剂计的含量与(C)成分的含量的质量比(C)/(A)为90以上。
6. 如权利要求1~5中任一项所述的组合物,其中,  
(A)成分的功能剂为选自香料、香料前体、油剂、抗氧化剂、冷感剂、温感剂、抗菌剂、染料、色素、紫外线吸收剂、有机硅、溶剂和油溶性聚合物中的1种以上。
7. 权利要求1~6中任一项所述的组合物作为纤维处理剂、卫生用品用添加剂或香妆品的应用。
8. 一种用途,其将权利要求1~6中任一项所述的组合物用作纤维处理剂、卫生用品用添加剂或香妆品。

## 组合物

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种含有内包功能剂的胶囊的组合物。

### 背景技术

[0002] 香料、感觉剂、保湿剂、杀菌剂等功能剂被调配于各种用途的制品中。例如，香料在柔顺剂、衣物用洗涤剂、身体用清洗剂等制品中，以对制品本身或衣物、身体等赋予香味的目的而使用。此时，要求能够稳定地保持香料，使得制品中香味不会消失。为了使此种功能剂的效果持续，尝试将功能剂封入微胶囊中并配合于制品中。

[0003] 另外，先前使用的将三聚氰胺等树脂作为壁材的微胶囊可能会因基于今后的社会的环保意识提高而进行的规则修订等而属于微塑料，存在带来环境负荷的顾虑。另一方面，二氧化硅胶囊因壁材为无机化合物而不属于微塑料，如果能配合于制品中，便能够期待环境负荷的降低。

[0004] 在日本特开2015-128762号公报中公开了一种微胶囊，其是通过规定的制造方法而获得的，具有包含1种以上有机化合物的芯、包含芯且包含二氧化硅作为构成成分的第一壳、和包含第一壳且包含二氧化硅作为构成成分的第二壳，该微胶囊的平均粒径为0.5 $\mu\text{m}$ 以上50 $\mu\text{m}$ 以下。

[0005] 在日本特表2009-504812号公报中公开了一种含有表面活性剂以及其他洗涤剂和清洁剂的常见成分的水性液状洗涤剂和清洁剂，其中该剂含有至少1种胶囊，该胶囊在基质中包含活性成分、硅酸铝和二氧化硅，硅酸铝与二氧化硅以1:10~10:1的比率存在。

[0006] 在日本特表2011-517323号公报中公开了一种包含被胶囊封入的香料组合物的香料载体系统、以及含有该香料载体系统的表面活性剂组合物，该香料组合物在水性介质中含有香料化合物的乳液，且被胶囊封入到包含含硅材料的壳内，该壳的平均直径尺寸小于30微米。

### 发明内容

[0007] 本发明提供一种包含内包有功能剂的二氧化硅胶囊和水且高温下的保存稳定性更加优异的组合物。

[0008] 本发明涉及一种组合物，其含有下述(A)成分、(B)成分和水，(B)成分与(A)成分分开含有于组合物中，

[0009] (A)成分：内包功能剂的二氧化硅胶囊；

[0010] (B)成分：选自硅酸和硅酸盐中的化合物。

[0011] 根据本发明，提供一种组合物，其包含内包有功能剂的二氧化硅胶囊和水且高温下的保存稳定性更加优异。

### 具体实施方式

[0012] 作为(A)成分的内包功能剂的二氧化硅胶囊，例如可以列举具有包含二氧化硅作

为构成成分的壳、和在该壳的内部包含功能剂的芯的胶囊。

[0013] (壳)

[0014] (A)成分可以列举具有包含二氧化硅作为构成成分的壳的成分。(A)成分的壳可以为构成壳的结构的一部分或实质全部以二氧化硅作为构成成分而成。就高温保存稳定性的观点而言,二氧化硅优选为由通过烷氧基硅烷等的水解生成硅烷醇化合物的原料二氧化硅生成。就高温保存稳定性的观点而言,本发明的(A)成分的壳优选为通过将烷氧基硅烷作为前体的溶胶-凝胶反应而形成。在本发明中,“溶胶-凝胶反应”的意思是指烷氧基硅烷通过水解和缩聚反应,经过溶胶和凝胶状态而形成作为壳的构成成分的二氧化硅的反应。具体而言,例如使四烷氧基硅烷水解,硅烷醇化合物通过脱水缩合反应和脱醇缩合反应生成硅氧烷低聚物,进而进行脱水缩合反应,由此形成二氧化硅。

[0015] 作为原料二氧化硅,例如可以列举选自四氯化硅、四烷氧基硅烷、烷基烷氧基硅烷、水玻璃和金属硅酸盐中的至少1种。其中,就高温保存稳定性的观点而言,优选为四烷氧基硅烷、烷基烷氧基硅烷,更优选为四烷氧基硅烷。

[0016] 作为四烷氧基硅烷的具体例,可以列举:四甲氧基硅烷、四乙氧基硅烷、四丙氧基硅烷等。就高温保存稳定性的观点而言,优选为四甲氧基硅烷、四乙氧基硅烷,更优选为四乙氧基硅烷。

[0017] 作为烷基烷氧基硅烷的具体例,可以列举:甲基三甲氧基硅烷、甲基三乙氧基硅烷、乙基三甲氧基硅烷、乙基三乙氧基硅烷、苯基三甲氧基硅烷、苯基三乙氧基硅烷、二甲基二甲氧基硅烷、甲基苯基二甲氧基硅烷、二甲基二乙氧基硅烷、二苯基二乙氧基硅烷、甲基苯基二乙氧基硅烷、乙基苯基二甲氧基硅烷、二乙基二乙氧基硅烷、乙基苯基二乙氧基硅烷、三甲基甲氧基硅烷、三甲基乙氧基硅烷、二甲基苯基乙氧基硅烷、三乙基甲氧基硅烷、三乙基乙氧基硅烷等。

[0018] 这些可以单独使用1种或将2种以上组合使用。另外,也可以使用这些的缩合物等。

[0019] 另外,本发明的二氧化硅胶囊的壳也可以在不损害本发明的效果的范围内,包含二氧化硅以外的无机聚合物作为构成成分。在本发明中,无机聚合物是指包含无机元素的聚合物。作为该无机聚合物,可以列举仅由无机元素构成的聚合物、主链仅由无机元素构成且具有有机基团作为侧链或取代基的聚合物等。

[0020] 就高温保存稳定性的观点而言,上述无机聚合物优选为包含金属元素或半金属元素的金属氧化物,进而优选为将金属烷氧化物 $[M(OR)_x]$ 作为前体,并通过与上述二氧化硅的溶胶-凝胶反应相同的反应形成的聚合物。此处,M为金属或半金属元素,R为烷基。

[0021] 作为构成金属烷氧化物的金属或半金属元素,可以列举钛、锆、铝、锌等。

[0022] 壳可以具有第一壳和第二壳,(A)成分也可以具有包含包含1种以上的功能剂的芯的第一壳、和包含第一壳的第二壳。进而,本发明的(A)成分也可以具有与第二壳接触且由有机高分子化合物形成的第三壳。若为这样的多层壳,则能够长期保持香料等功能剂,就高温保存稳定性的观点而言较为优选。

[0023] 就高温保存稳定性的观点而言,壳(在具有第一壳与第二壳的情况下为第一壳)的厚度优选为5nm以上,并且,优选为20nm以下,更优选为15nm以下。另外,就高温保存稳定性的观点而言,壳(在具有第一壳与第二壳的情况下为第一壳)优选为尽可能不具有细孔的致密层,以长期保持所内包的功能剂。

[0024] 在(A)成分具有第二壳的情况下,就高温保存稳定性的观点而言,第二壳的厚度优选为10nm以上,更优选为20nm以上,并且,优选为100nm以下,更优选为80nm以下。就高温保存稳定性的观点而言,第二壳优选成为如下中孔结构,该中孔结构采用不仅在沿着与第一壳的界面的方向上存在二氧化硅,而且在厚度方向上也存在二氧化硅的高级结构。

[0025] 此处,第二壳中的“中孔结构”是指结构内所存在的细孔(所谓的中孔(mesopore))的直径就高温保存稳定性的观点而言,处于优选为超过2nm,更优选为10nm以上,进而优选为30nm以上,并且,优选为50nm以下,更优选为45nm以下,进而优选为40nm以下的范围的结构。

[0026] 通过使第二壳为中孔结构,(A)成分具有较高的机械强度。

[0027] (A)成分的第一和第二壳的平均厚度、以及第一和第二壳的孔径能够通过透射式电子显微镜(TEM)观察进行测定。具体而言,在透射式电子显微镜观察下,在照片上实测第一壳以及第二壳的厚度、第一壳及第二壳的孔径。改变5次视野进行该操作。根据所获得的资料求出第一壳和第二壳的厚度以及孔径的分布。透射式电子显微镜的倍率的标准为1万~10万倍,可根据(A)成分的大小适当调节。此处,可以使用例如商品名“JEM-2100”(日本电子株式会社制造)作为透射式电子显微镜(TEM)。

[0028] (芯)

[0029] 本发明的(A)成分的芯包含1种以上的功能剂。功能剂例如可以为油溶性液体。在使用香料作为该功能剂的情况下,(A)成分通过将该香料内包于壳的内部,在壳破开时,释放出香料而产生香味。

[0030] 作为功能剂,例如可以列举选自香料、香料前体、油剂、抗氧化剂、冷感剂、温感剂、抗菌剂、染料、色素、紫外线吸收剂、有机硅、溶剂、和油溶性聚合物中的1种以上,进而选自香料、香料前体、油剂、抗氧化剂、冷感剂、温感剂、抗菌剂、紫外线吸收剂、和溶剂中的1种以上,进而选自香料和香料前体中的1种以上。另外,功能剂也可以为保湿剂等护肤成分、化妆油、防腐剂、抗氧化剂、杀虫成分和防虫成分。

[0031] 作为香料,例如可以列举: $\gamma$ -十一酸内酯、2-亚环己基-2-苯基乙腈、突厥烯酮、 $\delta$ -突厥酮、 $\alpha$ -甲基- $\beta$ -(对叔丁基苯基)-丙醛、 $\beta$ -紫罗兰酮、没药醛、三环[5.2.1.0-2,6]癸烷-2-甲酸乙酯、香茅醇、香叶醇、 $\alpha$ -紫罗兰酮、广藿香醇、6,7-二氢-1,1,2,3,3-五甲基-4(5H)-二氢茛酮、二氢茉莉酮酸甲酯、己基肉桂醛、戊基肉桂醛、丙烯酸丙基环己酯、丁酸二甲苯基羟甲酯、丙酸三环癸烯酯、水杨酸戊酯、 $\gamma$ -甲基紫罗兰酮、 $\alpha$ -突厥酮、 $\beta$ -突厥酮、 $\beta$ -萘甲醚、苯基己醇、2-甲基-4-(2,2,3-三甲基-3-环戊烯-1-基)-2-丁烯-1-醇、十二氢-3a,6,6,9a-四甲基萘并[2,1-b]呋喃、 $\gamma$ -壬内酯、甲基 $\beta$ -萘基酮、丁香酚、新铃兰醛、乙酸二甲苯基羟甲酯、异突厥酮、2-亚环己基-2-苯基乙腈、 $\gamma$ -癸内酯、 $\alpha$ -甲基-3,4-亚甲基二氧基氢肉桂醛、7-甲基-3,5-二氢-2H-苯并二氧杂环庚酮、乙酸三环癸烯酯(乙酸三环癸烯酯)、丙酸三环癸烯酯、2-戊基氧基乙醇酸烯丙酯、1-(2-叔丁基环己氧基)-2-丁醇、香茅氧基乙醛、吡啶、4-甲基-3-癸烯-5-醇、对薄荷烷-8-硫醇基-3-酮、3-(对叔丁基苯基)丙醛、肉桂酸乙酯、5-甲基-3-庚酮肟、邻氨基苯甲酸甲酯、萜品醇、 $\beta$ -石竹烯、乙酸香茅酯、乙酸香叶酯、乙酸橙花酯、乙酸对叔丁基环己酯、乙酸邻叔丁基环己酯、四氢香叶醇、2-异丁基-4-羟基-4-甲基四氢吡喃醇(FLOSOSA)、 $\alpha$ -王朝酮、顺式茉莉酮、二环[3.2.1]辛烷-8-酮-1,5-二甲基-肟、2,4-二甲基-4,4 $\alpha$ ,5,9 $\beta$ -四氢茛并[1,2-d]-间二噁英、3-(对乙基苯基)-2,2-二甲基丙醛、2-叔

丁基环己基碳酸乙酯、苯甲酸己酯、4-乙酰氧基-3-戊基四氢吡喃、十二烷基醛、二氢- $\beta$ -紫罗兰酮、碳酸甲基环辛酯、甲基苯基缩水甘油酸乙酯、异丁香酚、二苯醚、2,2,5-三甲基-5-戊基环戊酮、百里香酚、橙花素、5,6-二甲基-8-异丙烯基、二环[4,4,0]-1-癸烯-3-酮、3-(4-异丙基苯基)-丙醛、4-异丙基环己烷甲醇、甲基邻氨基苯甲酸甲酯、十二烷腈3-十二烯醛、辛醛、壬醛、癸醛、铃兰醛、对叔丁基氢肉桂醛、二甲基四氢苯甲醛、乙酸己酯、乙酸沉香酯、乙酸松油酯、己酸烯丙酯、水杨酸己酯、水杨酸苄酯、水杨酸环己酯、水杨酸顺式-3-己烯酯、二氢茉莉酸甲酯、仙客来醛、柠檬烯、芳樟醇、四氢芳樟醇、二氢月桂烯醇、甲基 $\beta$ -萘基酮、Iso E Super、甲基柏木醚、Javanol (Givaudan公司制造)、降龙涎香醚、1,8-桉树脑、香叶腈、香茅腈、11-氧杂-16-十六内酯(麝香R-1, Givaudan制造)、巴西酸亚乙酯、十二烷二酸亚乙酯、开司米酮、环十五内酯、环十六内酯、黄葵内酯等。香料可以为包含多种香料的香料组合物。

[0032] 作为香料前体,例如可以列举与水反应而释放香料成分的化合物等。具体而言,可以列举:具有源自香料醇的烷氧基成分的硅酸酯化合物、具有源自香料醇的烷氧基成分的脂肪酸酯化合物、由源自香料醛或香料酮的羰基成分与醇化合物的反应而获得的缩醛化合物或者半缩醛化合物、由源自香料醛或香料酮的羰基成分与伯胺化合物的反应而获得的希夫碱化合物、由源自香料醛或香料酮的羰基成分与胍化合物的反应而获得的半胺缩醛化合物或者脎化合物。

[0033] 另外,作为其他形态的香料前体,可以列举与光反应而释放香料成分的化合物。例如可以列举:具有源自香料醇的烷氧基成分的2-硝基苄基醚化合物、具有源自香料醛或香料酮的羰基成分的 $\alpha$ -酮酯化合物、具有源自香料醇的烷氧基成分的香豆酸酯化合物。这些香料前体例如也可以聚丙烯酸的一部分羧基与香料醇的反应产物等聚合物的形式使用。这些之中,优选为具有源自香料醇的烷氧基成分的硅酸酯化合物。

[0034] 功能剂的ClogP值优选为2以上,更优选为3以上,进而优选为4以上,并且,优选为30以下,更优选为20以下,进而优选为10以下。通过使功能剂的ClogP值为2以上,功能剂向(A)成分内的胶囊化率(以下,也称为“内包率”)提高。此处,在功能剂是包含多种香料的香料组合物的情况下也与上述相同,通过使香料组合物的ClogP值为2以上,能够提高香料组合物向(A)成分内的胶囊化率(内包率)。

[0035] 此处,ClogP值是利用A.Leo in“Comprehensive Medicinal Chemistry”,Vol.4,(C.Hansch,P.G.Sammes,J.B.Taylor and C.A.Ramsden,Eds.),p.295,Pergamon Press,1990所记载的方法计算所得的“计算logP(ClogP)”,是通过程序CLOGP v4.01计算所得的ClogP值。在为包含多种香料的香料组合物的情况下,该香料组合物的ClogP值能够通过将各香料的ClogP值乘以香料组合物中的体积比并作为它们的和而求出。

[0036] 另外,就功能剂的保持性的观点而言,功能剂的油水界面张力在25°C下,优选为7mN/m以上,更优选为10mN/m以上,进而优选为13mN/m以上。功能剂的油水界面张力例如能够通过接触角计“DropMaster DM-501”(商品名,协和界面科学株式会社制造)进行测定。

[0037] 就在制品中的配合性的观点、及功能剂的保持性的观点而言,(A)成分的体积平均粒径优选为0.5 $\mu$ m以上,更优选为0.7 $\mu$ m以上,进而优选为1 $\mu$ m以上,并且,优选为50 $\mu$ m以下,更优选为10 $\mu$ m以下,进而优选为5 $\mu$ m以下。

[0038] 此外,在本发明中,(A)成分的体积平均粒径能够用实施例所记载的方法进行测

定。例如,可以使用激光衍射/散射式粒径分布测定装置“LA-960”(商品名,株式会社堀场制作所制造)进行测定。在该情况下,测定使用流动池,介质设定为水,折射率设定为1.40-0i。将包含(A)成分的分散液添加至流动池中,以透射率显示90%左右的浓度实施测定,并以体积基准求出平均粒径。

[0039] 在(A)成分为具有包含二氧化硅作为构成成分的第一壳和第二壳、以及在该第一壳的内部包含1种以上的功能剂的芯的(A)成分的情况下,该(A)成分例如能够通过具有下述步骤(1)和(2)的制造方法获得:

[0040] 步骤(1):在包含表面活性剂(例如阳离子性表面活性剂)的水相中混合包含1种以上的功能剂与原料二氧化硅(例如四烷氧基硅烷)的有机相并进行乳化后,在酸性条件下进行溶胶-凝胶反应而形成壳,形成包含上述功能剂的胶囊的步骤;

[0041] 步骤(2):在包含步骤(1)中所获得的胶囊的分散液中进一步添加原料二氧化硅(例如四烷氧基硅烷)并进行溶胶-凝胶反应,形成具有包含第一壳的第二壳的胶囊的步骤。

[0042] 更具体而言,上述(A)成分例如能够通过具有下述步骤(1a)和(2a),且根据需要还具有下述步骤(3a)的制造方法获得:

[0043] 步骤(1a):在包含表面活性剂(例如阳离子性表面活性剂)的水相中,使包含1种以上的功能剂与四烷氧基硅烷且四烷氧基硅烷的量相对于功能剂为10质量%以上60质量%以下的有机相乳化,并在酸性条件下进行溶胶-凝胶反应,形成具有芯和第一壳的胶囊的步骤;

[0044] 步骤(2a):在包含步骤(1a)中所获得的胶囊的水分散体中进一步添加四烷氧基硅烷,将步骤(2a)的溶胶-凝胶反应的初始pH值维持为低于步骤(1a)的溶胶-凝胶反应的初始pH值来进行溶胶-凝胶反应,形成具有包含第一壳的第二壳的胶囊的步骤;

[0045] 步骤(3a):将包含步骤(2a)中所获得的胶囊的分散液与有机高分子化合物(例如阴离子性合成高分子化合物)水溶液加以混合,形成具有第三壳的胶囊的步骤。

[0046] 此处,步骤(1)和步骤(2)、以及步骤(1a)和步骤(2a)中的“溶胶-凝胶反应”是使原料二氧化硅(二氧化硅前体)在酸性条件下进行水解和缩聚,由此,一边使醇脱离,一边进行聚合,而合成第一壳和第二壳的二氧化硅的反应。

[0047] 上述制造方法例如可以参照日本特开2015-128762号公报、日本特开2017-114802号公报等而进行。在上述制造方法中,通常(A)成分以分散于水中的状态获得。也可以根据用途而直接使用该水分散液,根据情况将(A)成分分离后使用。作为分离方法,能够采用过滤、离心分离等。

[0048] (A)成分中,功能剂的含量例如可以为5质量%以上、进而10质量%以上、进而12质量%以上,并且,可以为50质量%以下、进而45质量%以下、进而40质量%以下。

[0049] 本发明的组合物就高温保存稳定性的观点而言,在组合物中,含有以所内包的功能剂的含量计,优选为0.02质量%以上、更优选为0.05质量%以上、进而优选为0.1质量%以上、进而更优选为0.2质量%以上,并且,优选为10质量%以下、更优选为5质量%以下、进而优选为1质量%以下的(A)成分。

[0050] (B)成分为选自硅酸和硅酸盐中的化合物。作为(B)成分,可以列举下述式(B1)所表示的化合物。

[0051]  $M_2O \cdot nSiO_2 \cdot mH_2O$ (B1)

[0052] [式中,M为选自碱金属原子和氢原子中的原子,n为1.0以上4.0以下的数,m为5.0以上50.0以下的数]。

[0053] 式(B1)中,M的碱金属原子可以列举钠原子、钾原子。

[0054] 式(B1)中,就高温保存稳定性的观点而言,n优选为1.8以上4.0以下、更优选为1.9以上3.5、进而优选为2.0以上3.3以下的数。m优选为10.0以上48.0以下、更优选为11.0以上35.0、进而优选为11.5以上30.0以下的数。

[0055] 就高温保存稳定性的观点而言,(B)成分优选为硅酸钠(泡花碱)。硅酸钠例如可以使用以1号硅酸钠、2号硅酸钠、3号硅酸钠、4号硅酸钠、5号硅酸钠等市售的产品。另外,硅酸钠可以使用JIS K 1408所规定的硅酸钠。

[0056] 作为具体的(B)成分的例子,可以列举下述表所表示的化合物。

硅酸盐的例子		组成(质量%)					摩尔比	
		Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	合计	n (SiO <sub>2</sub> /M <sub>2</sub> O)	m (H <sub>2</sub> O/M <sub>2</sub> O)
硅酸钠	例 1	15.6	31.8		52.6	100.0	2.1	11.6
	例 2	11.8	28.6		59.6	100.0	2.5	17.3
	例 3	9.5	29.1		61.4	100.0	3.2	22.3
	例 4	7.7	25.0		67.4	100.0	3.4	30.2
	例 5	7.1	25.7		67.2	100.0	3.8	32.7
硅酸钾	例 6		28.0	22.0	50.0	100.0	2.0	11.9
	例 7		21.0	9.0	70.0	100.0	3.7	40.7
偏硅酸钠	例 8	28.9	27.5		43.6	100.0	1.0	5.2
	例 9	22.0	21.0		57.0	100.0	1.0	8.9

[0057] 关于本发明的组合物,就高温保存稳定性的观点而言,能够在组合物中含有优选为0.001质量%以上、更优选为0.01质量%以上、进而优选为0.05质量%以上、进而更优选为0.15质量%以上,并且,优选为0.5质量%以下、更优选为0.4质量%以下、进而优选为0.3质量%以下的(B)成分。此外,本发明中的组合物中的(B)成分的含量是以二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)计的含量,具体而言,可以用下述实施例所记载的方法定量。

[0058] 就高温保存稳定性的观点而言,本发明的组合物的(A)成分的以所内包的功能剂计的含量与(B)成分的以二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)计的含量的质量比即(B)/(A)优选为0.01以上,更优选为0.05以上,进而优选为0.25以上,进而更优选为0.75以上,并且,优选为1.0以下。

[0059] (B)成分与(A)成分分开含于组合物中,即(B)成分以不内包于(A)成分的二氧化硅胶囊的状态存在于组合物中。上述与(B)成分相关的%或质量比是以与(A)成分分开含于组

合物中的 (B) 成分的量为准的。

[0061] 就高温保存稳定性的观点而言,本发明的组合物还可以含有下述 (C) 成分。其中,内包于 (A) 成分中的表面活性剂不包括 (C) 成分中,

[0062] (C) 成分:表面活性剂。

[0063] 作为 (C) 成分,就组合物中的 (A) 成分或其他基剂的分散稳定性、用作清洁剂的情况下的清洁性、及高温保存稳定性的观点而言,优选为选自 (C1) 阴离子表面活性剂(以下,称为 (C1) 成分)、和 (C2) 非离子表面活性剂中的1种以上的表面活性剂,更优选为选自 (C2) 非离子表面活性剂(以下,称为 (C2) 成分)中的1种以上的表面活性剂。

[0064] 就高温保存稳定性的观点而言,(C1) 成分的阴离子表面活性剂可以列举具有烃基的磺酸及其盐、具有烃基的硫酸酯及其盐、具有烃基的羧酸及其盐,优选为具有烃基的磺酸盐、具有烃基的羧酸盐。上述烃基可以为烷基或烯基。就高温保存稳定性的观点而言,上述烃基的碳原子数例如为3以上,优选为7以上,更优选为9以上,进而优选为11以上,并且,优选为22以下,更优选为20以下,进而优选为18以下。作为上述盐,可以列举:钠盐、钾盐等一价金属盐、镁盐等二价金属盐、铵盐、单乙醇胺盐、二乙醇胺盐、三乙醇胺盐等有机胺盐;就高温保存稳定性的观点而言,优选为钠盐。

[0065] 就高温保存稳定性的观点而言,(C1) 成分优选为选自下述 (c1-1) 成分~(c1-5) 成分中的1种以上的阴离子表面活性剂,更优选为选自 (c1-1) 成分中的1种以上的阴离子表面活性剂。

[0066] (c1-1) 成分:下述通式 (c1-1) 所表示的磺酸或其盐,

[0067]  $R^1-B-SO_3M$  (c1-1)

[0068] [式 (c1-1) 中, $R^1$ 表示碳原子数3以上21以下的烷基或烯基,B表示苯环,M表示氢原子、碱金属、碱土金属(1/2原子)、铵、或有机铵。相对于结合于B的 $R^1$ ,磺酸基结合于邻位、间位或对位];

[0069] (c1-2) 成分:碳原子数14以上24以下的内烯烃磺酸的盐;

[0070] (c1-3) 成分:碳原子数8以上20以下的脂肪酸的盐;

[0071] (c1-4) 成分:下述通式 (c1-4) 所表示的硫酸酯或其盐,

[0072]  $R^2-O-[(PO)_m/(EO)_n]-SO_3M$  (c1-4)

[0073] [式 (c1-4) 中, $R^2$ 表示碳原子数8以上22以下的烷基或烯基,与氧原子结合的碳原子为第1碳原子,PO表示亚丙氧基,EO表示亚乙氧基,EO与PO可以为嵌段或无规结合,/是表示无关PO与EO的结合顺序的符号,m和n为平均加成摩尔数,m为0以上5以下,且n为0以上16以下,并且M表示氢原子、碱金属、碱土金属(1/2原子)、铵或有机铵];

[0074] (c1-5) 成分:下述通式 (c1-5) 所表示的 $\alpha$ -磺基脂肪酸酯或其盐, $R^3-CH(SO_3M)COOR^4$  (c1-5)

[0075] [式 (c1-5) 中, $R^3$ 表示碳原子数6以上20以下的烷基或烯基, $R^4$ 表示碳原子数1以上6以下的烷基,M表示氢原子、碱金属、碱土金属(1/2原子)、铵或有机铵]。

[0076] 式 (c1-1) 中,就高温保存稳定性的观点而言, $R^1$ 的碳原子数为3以上,优选为5以上,更优选为6以上,进而优选为7以上,并且,为21以下,优选为20以下,更优选为19以下,进而优选为18以下。

[0077] 式 (c1-1) 中,就高温保存稳定性的观点而言,M优选为碱金属、有机铵,更优选为

钠。此外,本发明中的(c1-1)成分的含量是以换算成钠盐的化合物的量为基准的。

[0078] 作为具体的(c1-1)成分,可以列举烷基(碳原子数4以上)苯磺酸、异丙苯磺酸。

[0079] 就高温保存稳定性的观点而言,(c1-2)成分的内烯烃磺酸盐的碳原子数为14以上,优选为16以上,更优选为18以上,并且,为24以下,更优选为22以下,进而优选为20以下。

[0080] (c1-2)成分中,除内烯烃磺酸盐以外,也可以列举合成时所生成的羟基烷磺酸盐或烯基磺酸盐。

[0081] 作为(c1-2)成分的盐,可以列举:钠、钾等碱金属盐;钙、镁等碱土金属盐;铵盐、有机铵盐,例如单乙醇铵、二乙醇铵、三乙醇铵等烷醇铵盐。就高温保存稳定性的观点而言,优选列举碱金属盐、碳原子数2以上6以下的烷醇铵盐。此外,本发明中的(c1-2)成分的含量是以换算成钾盐的化合物的量为基准的。

[0082] 就高温保存稳定性的观点而言,(c1-3)成分的脂肪酸的碳原子数为8以上,优选为10以上,更优选为12以上,并且,为20以下,更优选为18以下,进而优选为16以下。

[0083] 作为(c1-3)成分的盐,就高温保存稳定性的观点而言,可以列举:碱金属盐、碱土金属(1/2原子)盐、铵盐或有机铵盐。此外,本发明中的(c1-3)成分的含量是以换算成酸型(氢原子)的化合物的量为基准的。

[0084] 具体的(c1-3)成分可以列举:辛酸盐、癸酸盐、月桂酸盐、肉豆蔻酸盐、棕榈酸盐、硬脂酸盐、椰子脂肪酸盐、棕榈脂肪酸盐、棕榈仁脂肪酸盐等。

[0085] 式(c1-4)中,就高温保存稳定性的观点而言, $R^2$ 优选为碳原子数9以上、更优选为10以上、进而优选为12以上,并且,优选为18以下、更优选为16以下、进而优选为14以下的烷基或烯基。 $R^2$ 优选为烷基,就高温保存稳定性的观点而言, $R^2$ 更优选为直链烷基。

[0086] 式(c1-4)中,就高温保存稳定性的观点而言,m优选为4以下,更优选为3以下。

[0087] 式(c1-4)中,就高温保存稳定性的观点而言,n优选为0以上,更优选为1以上,进而优选为2以上,进而更优选为4以上,并且,优选为10以下,更优选为8以下,进而优选为6以下。

[0088] 式(c1-4)中,就高温保存稳定性的观点而言,M优选为氢原子、钠、钾等碱金属、镁、钙等碱土金属(1/2原子)或有机铵。就高温保存稳定性的观点而言,M更优选为钠、钾等碱金属、单乙醇铵、二乙醇铵等烷醇铵,进而优选为钠。

[0089] 此外,本发明中的(c1-4)成分的含量是以换算成钠盐的化合物的量为基准的。

[0090] 作为具体的(c1-4)成分,就高温保存稳定性的观点而言,优选为烷基的碳原子数为12以上14以下并且亚丙氧基的平均加成摩尔数为0以上4以下、亚乙氧基的平均加成摩尔数为1以上4以下的(聚氧丙烯)聚氧乙烯烷基醚硫酸酯钠盐。即,(c1-4)成分优选为通式(c1-4)中, $R^2$ 为碳原子数12以上14以下的烷基、m为0以上4以下、n为1以上4以下、M为钠的化合物。

[0091] 式(c1-5)中,就高温保存稳定性的观点而言, $R^3$ 优选为碳原子数8以上、更优选为10以上,并且,优选为18以下、更优选为16以下的烷基或烯基。 $R^3$ 优选为烷基。

[0092] 式(c1-5)中,就高温保存稳定性的观点而言, $R^4$ 为碳原子数1以上、优选为5以下、更优选为4以下的烷基。

[0093] 式(c1-5)中,就高温保存稳定性的观点而言,M优选为氢原子、钠、钾等碱金属、镁、钙等碱土金属(1/2原子)或有机铵。就高温保存稳定性的观点而言,M更优选为钠、钾等碱金

属、单乙醇铵、二乙醇铵等烷醇铵,进而优选为钠。

[0094] 此外,本发明中的(c1-5)成分的含量是以换算成钠盐的化合物的量为基准的。

[0095] 作为具体的(c1-5)成分,就高温保存稳定性的观点而言,优选为式(c1-5)中, $R^3$ 为11以上14以下的烷基、 $R^4$ 为甲基的 $\alpha$ -磺基脂肪酸甲酯钠或其盐。

[0096] 就高温保存稳定性的观点而言,(C2)成分的非离子表面活性剂可以列举蔗糖脂肪酸酯、甘油脂肪酸酯、山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧亚烷基山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧亚烷基脂肪酸酯、脂肪酸烷醇酰胺或其环氧烷加成物、聚氧亚烷基烷基醚、烷基糖苷、聚氧亚烷基烷基醚、甘油单醚等,优选为聚氧亚烷基醚、脂肪酸甲酯烷氧基化物。

[0097] 作为(C2)成分,就高温保存稳定性的观点而言,可以列举下述通式(c2-1)所表示的化合物。

[0098]  $R^5-(CO)_x-O-(AO)_y-R^6$  (c2-1)

[0099] [式中, $R^5$ 为碳原子数9以上18以下的烷基或烯基, $R^6$ 为氢原子或甲基, $CO$ 为羰基, $x$ 为0或1的数, $AO$ 为选自碳原子数2以上4以下的亚烷氧基中的1种以上的亚烷氧基, $y$ 为平均加成摩尔数且为3以上50以下。在 $AO$ 包含2种以上的亚烷氧基的情况下,可以为无规结合,也可以为嵌段结合]。

[0100] 式(c2-1)中,就高温保存稳定性的观点而言, $R^5$ 的碳原子数为9以上,优选为10以上,更优选为11以上,进而优选为12以上,并且,为17以下,优选为16以下,更优选为15以下,进而优选为14以下。

[0101] 式(c2-1)中,就高温保存稳定性的观点而言, $AO$ 为选自碳原子数2以上4以下的亚烷氧基中的1种以上的亚烷氧基,优选为选自亚乙氧基和亚丙氧基中的1种以上的亚烷氧基。

[0102] 式(c2-1)中,就高温保存稳定性的观点而言, $x$ 为0或1的数,优选为0。

[0103] 式(c2-1)中,就高温保存稳定性的观点而言, $y$ 为3以上,优选为5以上,更优选为7以上,进而优选为8以上,进而更优选为9以上,进而更优选为10以上,并且,为50以下,优选为40以下,更优选为30以下,进而优选为20以下,进而更优选为15以下。

[0104] 式(c2-1)中, $R^6$ 优选为氢原子。

[0105] 例如,就高温保存稳定性的观点而言,(C2)成分可以列举下述通式(c2-2)所表示的化合物。该化合物是在上述通式(c2-1)中 $AO$ 为亚乙氧基和亚丙氧基的化合物。

[0106]  $R^7-O-(EO)_s-(PO)_t-(EO)_r-H$  (c2-2)

[0107] [式中, $R^7$ 为碳原子数8以上18以下的烷基或烯基, $EO$ 为亚乙氧基, $PO$ 为亚丙氧基, $s$ 、 $t$ 、 $r$ 分别为平均加成摩尔数, $s$ 为0以上30以下, $t$ 为0.1以上5以下, $r$ 为0以上30以下]。

[0108] 在本发明的组合物中含有(C)成分的情况下,就组合物中的(A)成分或其他基剂的分散稳定性、将该组合物用作清洁剂的情况下的清洁性、及高温保存稳定性的观点而言,在组合物中含有优选为1质量%以上、更优选为2质量%以上、进而优选为5质量%以上、进而更优选为10质量%以上、进而更优选为20质量%以上,并且,优选为40质量%以下、更优选为35质量%以下、进而优选为30质量%以下的(C)成分。

[0109] 就高温保存稳定性的观点而言,本发明的组合物的(A)成分的以所内包的功能剂计的含量与(C)成分的含量的质量比即(C)/(A)优选为0以上,更优选为5以上,进而优选为10以上,进而更优选为25以上,进而更优选为50以上,进而更优选为90以上,并且,优选为

1000以下,更优选为700以下,进而优选为500以下,进而更优选为200以下。

[0110] 为了抑制(A)成分的内包功能剂的二氧化硅胶囊的分离,本发明的组合物可含有增粘剂作为(D)成分。其中,内包于(A)成分中的增粘剂不包括在(D)成分中。就抑制(A)成分的分离、高温保存稳定性的观点而言,本发明的组合物中的(D)成分的含量优选为0.05%质量以上,更优选为0.07%质量以上,进而优选为0.1质量%以上,并且,就本发明的组合物的粘度降低、高温保存稳定性的观点而言,优选为1质量%以下,更优选为0.8质量%以下,进而优选为0.5质量%以下。

[0111] 作为(D)成分,可以使用配合有胶囊颗粒的组合物中通常使用的增粘剂。就抑制(A)成分的分离、高温保存稳定性的观点而言,例如可以使用选自氢化蓖麻油、丙烯酸系聚合物、聚乙二醇、丙烯酰胺系聚合物、纤维素纳米纤维、多糖类等中的1种以上作为(D)成分。就使用时的液体粘度变化的观点而言,(D)成分优选为具有触变性的增粘剂。

[0112] 就稳定地配合(C)成分的观点及高温保存稳定性的观点而言,本发明的组合物还可以含有具有羟基的有机溶剂作为(E)成分。其中,内包于(A)成分中的具有羟基的有机溶剂不包括在(E)成分中。

[0113] 就高温保存稳定性的观点而言,(E)成分的具体例可以列举下述(E1)~(E6)的化合物:

[0114] (E1) 乙醇、异丙醇等碳原子数2以上4以下的一元醇;

[0115] (E2) 乙二醇、丙二醇、丁二醇、己二醇、甘油等碳原子数2以上8以下的二元以上六元以下的多元醇;

[0116] (E3) 二乙二醇、三乙二醇、四乙二醇、二丙二醇、三丙二醇等碳原子数4以上12以下的二醇醚;

[0117] (E4) 二乙二醇单甲醚、二乙二醇单乙醚、二乙二醇单丙醚、二乙二醇单丁醚、二丙二醇单甲醚、二丙二醇单乙醚、三丙二醇单甲醚、1-甲氧基-2-丙醇、1-乙氧基-2-丙醇、3-甲基-1,3-丁二醇、1-甲基甘油醚、2-甲基甘油醚、1,3-二甲基甘油醚、1-乙基甘油醚、1,3-二乙基甘油醚、1-戊基甘油醚、2-戊基甘油醚、1-辛基甘油醚、2-乙基己基甘油醚、二乙二醇单丁醚等二元以上四元以下的多元醇的烷基(碳原子数1以上10以下)醚;

[0118] (E5) 苯氧基乙醇、二乙二醇单苯醚、三乙二醇单苯醚、平均分子量约480的聚乙二醇单苯醚、2-苄氧基乙醇、二乙二醇单苄醚等二醇的芳香族醚;

[0119] (E6) 3-甲氧基-3-甲基-1-丁醇等上述(E1)~(E5)以外的有机溶剂。

[0120] 就稳定地配合(C)成分的观点和高温保存稳定性的观点而言,(E)成分优选为选自二乙二醇单丁醚、乙醇、乙二醇、丙二醇、和丁二醇中的1种以上,更优选为选自二乙二醇单丁醚、乙二醇、和丙二醇中的1种以上。

[0121] 在本发明的组合物含有(E)成分的情况下,就稳定地配合(C)成分的观点和高温保存稳定性的观点而言,在组合物中含有优选为1质量%以上、更优选为3质量%以上、进而优选为5质量%以上的(E)成分,并且,就抑制(A)成分中的功能剂从二氧化硅胶囊漏泄的观点何高温保存稳定性的观点而言,含有优选为20质量%以下、更优选为18质量%以下、进而优选为15质量%以下的(E)成分。

[0122] 本发明的组合物中,就低温环境下的该组合物中的固形物的析出抑制或分离抑制、以及高温保存稳定性的观点而言,还可以含有pH值调节剂作为(F)成分。其中,内包于

(A) 成分中的pH值调节剂不包括在(F)成分中。

[0123] 作为pH值调节剂,可以列举选自如下的化合物:

[0124] (1) 盐酸或硫酸等无机酸、柠檬酸、琥珀酸、苹果酸、反丁烯二酸、酒石酸、丙二酸、顺丁烯二酸等有机酸、对甲苯磺酸、二甲苯磺酸等酸剂;以及

[0125] (2) 氢氧化钠或氢氧化钾、氨或其衍生物、单乙醇胺或二乙醇胺、三乙醇胺等胺盐等、碳酸钠、碳酸钾等碱剂。

[0126] 在本发明的组合物含有(F)成分的情况下,就低温环境下的该组合物中的固形物的析出抑制或分离抑制、以及高温保存稳定性的观点而言,在组合物中含有优选为0.01质量%以上、更优选为0.03质量%以上、进而优选为0.05质量%以上,并且,优选为2质量%以下、更优选为1.5质量%以下、进而优选为1.0质量%以下的(F)成分。

[0127] 本发明的组合物的剩余部分为水。水通常使用液体清洁剂等所使用的水,可以使用去离子水(离子交换水)或对于离子交换水添加有1mg/kg以上5mg/kg以下的次氯酸钠的水。另外,也可以使用蒸馏水、自来水。

[0128] 关于本发明的组合物,就高温保存稳定性的观点而言,在组合物中含有优选为50质量%以上、更优选为60质量%以上、进而优选为65质量%以上,并且,优选为99.8质量%以下、更优选为95质量%以下、进而优选为90质量%以下的水。

[0129] 除上述成分以外,也可以在不损害本发明的效果的范围内,在本发明的组合物中配合下述(G1)~(G7)成分。但是,这些成分不包括内包于(A)成分中的成分:

[0130] (G1) 聚丙烯酸、聚顺丁烯二酸、羧甲基纤维素等再污染防止剂和分散剂;

[0131] (G2) 过氧化氢、过碳酸钠或过硼酸钠等漂白剂;

[0132] (G3) 四乙酰基乙二胺、日本特开平6-316700号的通式(I-2)~(I-7)所表示的漂白活化剂等漂白活化剂;

[0133] (G4) 选自纤维素酶、淀粉酶、果胶酶、蛋白酶和脂肪酶中的1种以上的酶;

[0134] (G5) 荧光染料,例如以Tinopal CBS(商品名,Ciba Specialty Chemicals制造)或Whitex SA(商品名,住友化学公司制造)市售的荧光染料;

[0135] (G6) 丁基羟基甲苯、二苯乙烯化甲酚、亚硫酸钠和亚硫酸氢钠等抗氧化剂;

[0136] (G7) 色素、香料、二氯生(Diclosan)等抗菌防腐剂、有机硅等消泡剂。

[0137] 就低温环境下的该组合物中的固形物的析出抑制或分离抑制、高温保存稳定性的观点而言,本发明的组合物在25°C下的pH值优选为4以上,更优选为5以上,进而优选为6以上,并且,优选为9以下,更优选为8.5以下,进而优选为8以下。pH值根据以下所记载的pH值的测定方法进行测定。

[0138] [pH值的测定方法]

[0139] 将pH测定用复合电极(HORIBA制造9615S计量法型号JF15)连接于pH计(HORIBA制造pH/离子计D-71),接通电源。使用饱和氯化钾水溶液(3.33摩尔/L)作为pH电极内部液。接着,分别将pH4.01标准液(邻苯二甲酸盐标准液)、pH6.86(中性磷酸盐标准液)、pH9.18标准液(硼酸盐标准液)填充至100mL烧杯中,在25°C的恒温槽中浸渍30分钟。将pH测定用电极浸于调整为恒温的标准液中3分钟,按pH6.86→pH9.18→pH4.01的顺序进行校正操作。将作为测定对象的样品调整为25°C,将上述pH计的电极浸渍于样品中,测定3分钟后的pH值。

[0140] 就操作的容易性以及高温保存稳定性的观点而言,本发明的组合物在25°C下的粘

度优选为10mPa·s以上,更优选为20mPa·s以上,进而优选为30mPa·s以上,并且,优选为400mPa·s以下,更优选为300mPa·s以下,进而优选为200mPa·s以下。此外,这些粘度是使用B型粘度计(东京计器株式会社制造,VISCOMETER MODEL DVM-B),以转子No.3或4、转速60r/min、测定时间60秒测得的。

[0141] 本发明的组合物例如能够用于清洁剂、柔顺剂、抗皱剂(例如喷雾型抗皱剂)等纤维处理剂、纸尿布等卫生用品用添加剂、芳香剂、乳液、化妆液、化妆水、美容液、霜、凝胶制剂、毛发处理剂、医药部外品(准药品)等化妆品等的用途。

[0142] 除上述实施方式以外,本发明还公开以下方式。可以将与本发明的组合物相关的记载根据需要修正后应用于这些方式。另外,可以将各方式的记载根据需要修正后应用于其他方式。

[0143] <1>

[0144] 一种组合物,其含有下述(A)成分、(B)成分和水,其中,

[0145] (B)成分与(A)成分分开含于组合物中,

[0146] (A)成分:内包功能剂的二氧化硅胶囊;

[0147] (B)成分:选自硅酸和硅酸盐中的化合物。

[0148] <2>

[0149] 如<1>所记载的组合物,其中,(A)成分具有包含二氧化硅作为构成成分的壳、和在该壳的内部包含功能剂的芯。

[0150] <3>

[0151] 如<2>所记载的组合物,其中,壳具有第一壳和第二壳,进而具有包含包含1种以上的功能剂的芯的第一壳、和包含第一壳的第二壳。

[0152] <4>

[0153] 如<3>所记载的组合物,其中,壳具有与第二壳接触且由有机高分子化合物形成的第三壳。

[0154] <5>

[0155] 如<2>至<4>中任一项所记载的组合物,其中,壳(在具有第一壳和第二壳的情况下为第一壳)的厚度优选为5nm以上,并且,优选为20nm以下,更优选为15nm以下。

[0156] <6>

[0157] 如<2>至<5>中任一项所记载的组合物,其中,壳(在具有第一壳和第二壳的情况下为第一壳)为不具有细孔的致密层。

[0158] <7>

[0159] 如<1>至<6>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分具有第一壳和第二壳,第二壳的厚度优选为10nm以上,更优选为20nm以上,并且,优选为100nm以下,更优选为80nm以下。

[0160] <8>

[0161] 如<1>至<7>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分具有第一壳和第二壳,第二壳成为中孔结构,该中孔结构采用在沿着与第一壳的界面的方向和厚度方向上存在二氧化硅的高级结构,此处,第二壳中的“中孔结构”是结构内所存在的细孔(所谓的中孔)的直径处于优选为超过2nm、更优选为10nm以上、进而优选为30nm以上,并且,优选为50nm以

下、更优选为45nm以下、进而优选为40nm以下的范围的结构。

[0162] <9>

[0163] 如<1>至<8>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分的功能剂为选自香料、香料前体、油剂、抗氧化剂、冷感剂、温感剂、抗菌剂、染料、色素、紫外线吸收剂、有机硅、溶剂、和油溶性聚合物中的1种以上,进而为选自香料、香料前体、油剂、抗氧化剂、冷感剂、温感剂、抗菌剂、紫外线吸收剂、和溶剂中的1种以上,进而为选自香料和香料前体中的1种以上。

[0164] <10>

[0165] 如<1>至<8>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分的功能剂为选自护肤成分、化妆油、防腐剂、抗氧化剂、杀虫成分和防虫成分中的1种以上。

[0166] <11>

[0167] 如<1>至<10>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分的体积平均粒径优选为0.5 $\mu\text{m}$ 以上,更优选为0.7 $\mu\text{m}$ 以上,进而优选为1 $\mu\text{m}$ 以上,并且,优选为50 $\mu\text{m}$ 以下,更优选为10 $\mu\text{m}$ 以下,进而优选为5 $\mu\text{m}$ 以下。

[0168] <12>

[0169] 如<1>至<11>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分具有包含二氧化硅作为构成成分的第一壳和第二壳、以及在该第一壳的内部包含1种以上的功能剂的芯,该(A)成分通过具有下述步骤(1)和(2)的制造方法而获得,

[0170] 步骤(1):在包含表面活性剂(例如阳离子性表面活性剂)的水相中混合包含1种以上的功能剂和原料二氧化硅(例如四烷氧基硅烷)的有机相进行乳化后,在酸性条件下进行溶胶-凝胶反应而生成壳,形成内包上述功能剂的胶囊的步骤;

[0171] 步骤(2):在包含步骤(1)中所获得的胶囊的分散液中进一步添加原料二氧化硅(例如四烷氧基硅烷)进行溶胶-凝胶反应,形成具有包含第一壳的第二壳的胶囊的步骤。

[0172] <13>

[0173] 如<1>至<12>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分具有包含二氧化硅作为构成成分的第一壳和第二壳、以及在该第一壳的内部包含1种以上的功能剂的芯,该(A)成分通过具有下述步骤(1a)和(2a)、且根据需要还具有下述步骤(3a)的制造方法而获得,

[0174] 步骤(1a):在包含表面活性剂(例如阳离子性表面活性剂)的水相中,使包含1种以上的功能剂和四烷氧基硅烷且四烷氧基硅烷的量相对于功能剂为10质量%以上60质量%以下的有机相乳化,在酸性条件下进行溶胶-凝胶反应,形成具有芯与第一壳的胶囊的步骤;

[0175] 步骤(2a):在含有步骤(1a)中所获得的胶囊的水分散体中进一步添加四烷氧基硅烷,将步骤(2a)的溶胶-凝胶反应的初始pH值维持为低于步骤(1a)的溶胶-凝胶反应的初始pH值来进行溶胶-凝胶反应,形成具有包含第一壳的第二壳的胶囊的步骤;

[0176] 步骤(3a):将包含步骤(2a)中所获得的胶囊的分散液与有机高分子化合物(例如阴离子性合成高分子化合物)水溶液加以混合,形成具有第三壳的胶囊的步骤。

[0177] <14>

[0178] 如<12>或<13>所记载的组合物,其中,步骤(1)和步骤(2)、以及步骤(1a)和步骤(2a)中的溶胶-凝胶反应是使原料二氧化硅(二氧化硅前体)在酸性条件下进行水解和缩

聚,由此,一边使醇脱离,一边进行聚合,而合成第一壳和第二壳的二氧化硅的反应。

[0179] <15>

[0180] 如<1>至<14>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分中,功能剂的含量为5质量%以上,进而10质量%以上,进而12质量%以上,并且,为50质量%以下,进而45质量%以下,进而40质量%以下。

[0181] <16>

[0182] 如<1>至<15>中任一项所记载的组合物,其中,在组合物中,以所内包的功能剂的含量计,含有优选为0.02质量%以上、更优选为0.05质量%以上、进而优选为0.1质量%以上、进而更优选为0.2质量%以上,并且,优选为10质量%以下、更优选为5质量%以下、进而优选为1质量%以下的(A)成分。

[0183] <17>

[0184] 如<1>至<16>中任一项所记载的组合物,其中,(B)成分为下述式(B1)所表示的化合物。

[0185]  $M_2O \cdot nSiO_2 \cdot mH_2O$  (B1)

[0186] [式中,M为选自碱金属原子和氢原子中的原子,n为1.0以上4.0以下的数,m为5.0以上50.0以下的数]。

[0187] <18>

[0188] 如<17>所记载的组合物,其中,式(B1)中,M的碱金属原子选自钠原子和钾原子。

[0189] <19>

[0190] 如<17>或<18>所记载的组合物,其中,式(B1)中,n优选为1.8以上4.0以下、更优选为1.9以上3.5、进而优选为2.0以上3.3以下的数。

[0191] <20>

[0192] 如<17>至<19>中任一项所记载的组合物,其中,式(B1)中,m优选为10.0以上48.0以下、更优选为11.0以上35.0、进而优选为11.5以上30.0以下的数。

[0193] <21>

[0194] 如<1>至<20>中任一项所记载的组合物,其中,(B)成分为硅酸钠(silicate sodium),进而为选自1号硅酸钠、2号硅酸钠、3号硅酸钠、4号硅酸钠和5号硅酸钠中的硅酸钠或JIS K 1408所规定的硅酸钠。

[0195] <22>

[0196] 如<1>至<21>中任一项所记载的组合物,其中,(B)成分为选自下述表的例1~例9中的化合物。

硅酸盐 的例子		组成 (质量%)					摩尔比	
		Na <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	合计	n (SiO <sub>2</sub> /M <sub>2</sub> O)	m (H <sub>2</sub> O/M <sub>2</sub> O)
硅 酸 钠	例 1	15.6	31.8		52.6	100.0	2.1	11.6
	例 2	11.8	28.6		59.6	100.0	2.5	17.3
	例 3	9.5	29.1		61.4	100.0	3.2	22.3
	例 4	7.7	25.0		67.4	100.0	3.4	30.2
	例 5	7.1	25.7		67.2	100.0	3.8	32.7
硅 酸 钾	例 6		28.0	22.0	50.0	100.0	2.0	11.9
	例 7		21.0	9.0	70.0	100.0	3.7	40.7
偏 硅 酸 钠	例 8	28.9	27.5		43.6	100.0	1.0	5.2
	例 9	22.0	21.0		57.0	100.0	1.0	8.9

[0197] [0198] <23>

[0199] 如<1>至<22>中任一项所记载的组合物,其中,在组合物中,含有优选为0.001质量%以上、更优选为0.01质量%以上、进而优选为0.05质量%以上、进而更优选为0.15质量%以上,并且,优选为0.5质量%以下、更优选为0.4质量%以下、进而优选为0.3质量%以下的(B)成分。

[0200] <24>

[0201] 如<1>至<23>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分的以所内包的功能剂计的含量与(B)成分的以二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)计的含量的质量比(B)/(A)优选为0.01以上、更优选为0.05以上、进而优选为0.25以上、进而更优选为0.75以上,并且,优选为1.0以下。

[0202] <25>

[0203] 如<1>至<24>中任一项所记载的组合物,其还含有下述(C)成分:

[0204] (C)成分:表面活性剂。

[0205] <26>

[0206] 如<25>所记载的组合物,其中,(C)成分为选自(C1)阴离子表面活性剂(以下,称为(C1)成分)、和(C2)非离子表面活性剂中的1种以上的表面活性剂,进而为选自(C2)非离子表面活性剂(以下,称为(C2)成分)中的1种以上的表面活性剂。

[0207] <27>

[0208] 如<26>所记载的组合物,其中,(C1)成分的阴离子表面活性剂为选自具有烃基的磺酸及其盐、具有烃基的硫酸酯及其盐、以及具有烃基的羧酸及其盐中的阴离子性表面活性剂,进而为选自具有烃基的磺酸盐、和具有烃基的羧酸盐中的阴离子性表面活性剂。

[0209] <28>

[0210] 如<27>所记载的组合物,其中,上述烃基为烷基或烯基。

[0211] <29>

[0212] 如<27>或<28>所记载的组合物,其中,上述烃基的碳原子数为3以上、优选为7以上、更优选为9以上、进而优选为11以上,并且,优选为22以下、更优选为20以下、进而优选为18以下。

[0213] <30>

[0214] 如<27>至<29>中任一项所记载的组合物,其中,上述阴离子表面活性剂的盐为选自钠盐、钾盐等一价金属盐、镁盐等二价金属盐、铵盐、单乙醇胺盐、二乙醇胺盐、三乙醇胺盐等有机胺盐中的盐,进而为钠盐。

[0215] <31>

[0216] 如<26>至<30>中任一项所记载的组合物,其中,(C1)成分为选自下述(c1-1)成分~(c1-5)成分中的1种以上的阴离子表面活性剂,进而为选自下述(c1-1)成分中的1种以上的阴离子表面活性剂:

[0217] (c1-1)成分:下述通式(c1-1)所表示的磺酸或其盐,

[0218]  $R^1-B-SO_3M(c1-1)$

[0219] [式(c1-1)中, $R^1$ 表示碳原子数3以上21以下的烷基或烯基,B表示苯环,M表示氢原子、碱金属、碱土金属(1/2原子)、铵或有机铵。相对于结合于B的 $R^1$ ,磺酸基结合于邻位、间位或对位];

[0220] (c1-2)成分:碳原子数14以上24以下的内烯烃磺酸的盐;

[0221] (c1-3)成分:碳原子数8以上20以下的脂肪酸的盐;

[0222] (c1-4)成分:下述通式(c1-4)所表示的硫酸酯或其盐,

[0223]  $R^2-O-[(PO)_m/(EO)_n]-SO_3M(c1-4)$

[0224] [式(c1-4)中, $R^2$ 表示碳原子数8以上22以下的烷基或烯基,与氧原子结合的碳原子为第1碳原子,PO表示亚丙氧基,EO表示亚乙氧基,EO与PO可以为嵌段或无规结合,/是表示无关PO与EO的结合顺序的符号,m和n为平均加成摩尔数,m为0以上5以下,且n为0以上16以下,并且M表示氢原子、碱金属、碱土金属(1/2原子)、铵或有机铵];

[0225] (c1-5)成分:下述通式(c1-5)所表示的 $\alpha$ -磺基脂肪酸酯或其盐, $R^3-CH(SO_3M)COOR^4$   
(c1-5)

[0226] [式(c1-5)中, $R^3$ 表示碳原子数6以上20以下的烷基或烯基, $R^4$ 表示碳原子数1以上6以下的烷基,M表示氢原子、碱金属、碱土金属(1/2原子)、铵或有机铵]。

[0227] <32>

[0228] 如<31>所记载的组合物,其中,式(c1-1)中, $R^1$ 的碳原子数为3以上,优选为5以上,更优选为6以上,进而优选为7以上,并且,为21以下,优选为20以下,更优选为19以下,进而优选为18以下。

[0229] <33>

[0230] 如<31>或<32>所记载的组合物,其中,式(c1-1)中,M为碱金属或有机铵,进而为钠。

[0231] <34>

[0232] 如<31>至<33>中任一项所记载的组合物,其中,(c1-1)成分为选自烷基(碳原子数4以上)苯磺酸、和异丙苯磺酸中的表面活性剂。

[0233] <35>

[0234] 如<31>至<34>中任一项所记载的组合物,其中,(c1-2)成分的内烯烃磺酸盐的碳原子数为14以上,优选为16以上,更优选为18以上,并且,为24以下,更优选为22以下,进而优选为20以下。

[0235] <36>

[0236] 如<31>至<35>中任一项所记载的组合物,其中,(c1-2)成分的盐为选自钠、钾等碱金属盐、钙、镁等碱土金属盐、铵盐、和有机铵盐、例如单乙醇铵、二乙醇铵、三乙醇铵等烷醇铵盐中的盐,进而为选自碱金属盐、和碳原子数2以上6以下的烷醇铵盐中的盐。

[0237] <37>

[0238] 如<31>至<33>中任一项所记载的组合物,其中,(c1-3)成分的脂肪酸的碳原子数为8以上,优选为10以上,更优选为12以上,并且,为20以下,更优选为18以下,进而优选为16以下。

[0239] <38>

[0240] 如<31>至<37>中任一项所记载的组合物,其中,(c1-3)成分的盐为碱金属盐、碱土金属(1/2原子)盐、铵盐或有机铵盐。

[0241] <39>

[0242] 如<31>至<38>中任一项所记载的组合物,其中,(c1-3)成分为选自辛酸盐、癸酸盐、月桂酸盐、肉豆蔻酸盐、棕榈酸盐、硬脂酸盐、椰子脂肪酸盐、棕榈脂肪酸盐、和棕榈仁脂肪酸盐中的脂肪酸的盐。

[0243] <40>

[0244] 如<31>至<39>中任一项所记载的组合物,其中,式(c1-4)中, $R^2$ 为碳原子数8以上、优选为9以上、更优选为10以上、进而优选为12以上,并且,22以下、优选为18以下、更优选为16以下、进而优选为14以下的烷基或烯基,进而为烷基,进而为直链烷基。

[0245] <41>

[0246] 如<31>至<40>中任一项所记载的组合物,其中,式(c1-4)中,m优选为4以下,更优选为3以下。

[0247] <42>

[0248] 如<31>至<41>中任一项所记载的组合物,其中,式(c1-4)中,n为0以上,优选为1以上,更优选为2以上,进而优选为4以上,并且,优选为10以下,更优选为8以下,进而优选为6以下。

[0249] <43>

[0250] 如<31>至<42>中任一项所记载的组合物,其中,式(c1-4)中,M优选为氢原子、钠、钾等碱金属、镁、钙等碱土金属(1/2原子)或有机铵,更优选为钠、钾等碱金属、或单乙醇铵、二乙醇铵等烷醇铵,进而优选为钠。

[0251] <44>

[0252] 如<31>至<43>中任一项所记载的组合物,其中,(c1-4)成分为烷基的碳原子数为12以上14以下并且亚丙氧基(プロピオキシ基)的平均加成摩尔数为0以上4以下、亚乙

氧基的平均加成摩尔数为1以上4以下的(聚氧丙烯)聚氧乙烯烷基醚硫酸酯钠盐,即(c1-4)成分是通式(c1-4)中, $R^2$ 为碳原子数12以上14以下的烷基、 $m$ 为0以上4以下、 $n$ 为1以上4以下、 $M$ 为钠的化合物。

[0253] <45>

[0254] 如<31>至<44>中任一项所记载的组合物,其中,式(c1-5)中, $R^3$ 为碳原子数6以上、优选为8以上、更优选为10以上,并且,20以下、优选为18以下、更优选为16以下的烷基或烯基,进而为烷基。

[0255] <46>

[0256] 如<31>至<45>中任一项所记载的组合物,其中,式(c1-5)中, $R^4$ 为碳原子数1以上、优选为5以下、更优选为4以下的烷基。

[0257] <47>

[0258] 如<31>至<46>中任一项所记载的组合物,其中,式(c1-5)中, $M$ 优选为氢原子、钠、钾等碱金属、镁、钙等碱土金属(1/2原子)或有机铵,更优选为钠、钾等碱金属、或单乙醇铵、二乙醇铵等烷醇铵,进而优选为钠。

[0259] <48>

[0260] 如<31>至<47>中任一项所记载的组合物,其中,(c1-5)成分是式(c1-5)中, $R^3$ 为11以上14以下的烷基、 $R^4$ 为甲基的 $\alpha$ -磺基脂肪酸甲酯钠或其盐。

[0261] <49>

[0262] 如<26>至<48>中任一项所记载的组合物,其中,(C2)成分的非离子表面活性剂为选自蔗糖脂肪酸酯、甘油脂肪酸酯、山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧亚烷基山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧亚烷基脂肪酸酯、脂肪酸烷醇酰胺或其环氧烷加成物、聚氧亚烷基烷基醚、烷基糖苷、聚氧亚烷基烷基醚、和甘油单醚中的非离子表面活性剂,进而为选自聚氧亚烷基醚、和脂肪酸甲酯烷氧基化物中的非离子表面活性剂。

[0263] <50>

[0264] 如<26>至<49>中任一项所记载的组合物,其中,(C2)成分为下述通式(c2-1)所表示的化合物:

[0265]  $R^5 - (CO)_x - (AO)_y - R^6$  (c2-1)

[0266] [式中, $R^5$ 为碳原子数9以上18以下的烷基或烯基, $R^6$ 为氢原子或甲基, $CO$ 为羰基, $x$ 为0或1的数, $AO$ 为选自碳原子数2以上4以下的亚烷氧基中的1种以上的亚烷氧基, $y$ 为平均加成摩尔数且为3以上50以下。在 $AO$ 包含2种以上的亚烷氧基的情况下,可以无规结合,也可以嵌段结合]。

[0267] <51>

[0268] 如<50>所记载的组合物,其中,式(c2-1)中, $R^5$ 的碳原子数为9以上,优选为10以上,更优选为11以上,进而优选为12以上,并且,为17以下,优选为16以下,更优选为15以下,进而优选为14以下。

[0269] <52>

[0270] 如<50>或<51>所记载的组合物,其中,式(c2-1)中, $AO$ 为选自亚乙氧基和亚丙氧基中的1种以上的亚烷氧基。

[0271] <53>

- [0272] 如<50>至<52>中任一项所记载的组合物,其中,式(c2-1)中,x为0。
- [0273] <54>
- [0274] 如<50>至<53>中任一项所记载的组合物,其中,式(c2-1)中,y为3以上,优选为5以上,更优选为7以上,进而优选为8以上,进而更优选为9以上,进而更优选为10以上,并且,为50以下,优选为40以下,更优选为30以下,进而优选为20以下,进而更优选为15以下。
- [0275] <55>
- [0276] 如<50>至<54>中任一项所记载的组合物,其中,式(c2-1)中, $R^6$ 为氢原子。
- [0277] <56>
- [0278] 如<26>至<49>中任一项所记载的组合物,其中,(C2)成分为下述通式(c2-2)所表示的化合物:
- [0279]  $R^7-O-(EO)_s-(PO)_t-(EO)_r-H$ (c2-2)
- [0280] [式中, $R^7$ 为碳原子数8以上18以下的烷基或烯基,E0为亚乙氧基,P0为亚丙氧基,s、t、r分别为平均加成摩尔数,s为0以上30以下,t为0.1以上5以下,r为0以上30以下]。
- [0281] <57>
- [0282] 如<25>至<56>中任一项所记载的组合物,其中,在组合物中,含有优选为1质量%以上、更优选为2质量%以上、进而优选为5质量%以上、进而更优选为10质量%以上、进而更优选为20质量%以上,并且,优选为40质量%以下、更优选为35质量%以下、进而优选为30质量%以下的(C)成分。
- [0283] <58>
- [0284] 如<25>至<57>中任一项所记载的组合物,其中,(A)成分的以所内包的功能剂计的含量与(C)成分的含量的质量比(C)/(A)优选为0以上、更优选为5以上、进而优选为10以上、进而更优选为25以上、进而更优选为50以上、进而更优选为90以上,并且,优选为1000以下、更优选为700以下、进而优选为500以下、进而更优选为200以下。
- [0285] <59>
- [0286] 如<1>至<58>中任一项所记载的组合物,其还含有下述(D)成分:
- [0287] (D)成分:增粘剂。
- [0288] <60>
- [0289] 如<59>所记载的组合物,其中,在组合物中,含有0.05%质量以上、进而0.07%质量以上、进而0.1质量%以上,并且,1质量%以下、进而0.8质量%以下、进而0.5质量%以下的(D)成分。
- [0290] <61>
- [0291] <1>至<60>中任一项所记载的组合物作为纤维处理剂、卫生用品用添加剂或香妆品的应用。
- [0292] <62>
- [0293] 如<61>所记载的应用,其中,纤维处理剂为清洁剂、柔顺剂或除皱剂。
- [0294] <63>
- [0295] 如<61>或<62>所记载的应用,其中,卫生用品用添加剂为纸尿布用添加剂。
- [0296] <64>
- [0297] 如<61>至<63>中任一项所记载的应用,其中,香妆品为选自芳香剂、乳液、化

妆液、化妆水、美容液、霜、凝胶制剂、毛发处理剂和准药品中的1种以上。

[0298] <65>

[0299] 一种用途,其中,将<1>至<60>中任一项所记载的组合物作为纤维处理剂、卫生用品用添加剂或香妆品使用。

[0300] <66>

[0301] 如<65>所记载的用途,其中,纤维处理剂为选自清洁剂、柔顺剂和除皱剂中的1种以上。

[0302] <67>

[0303] 如<65>或<66>所记载的用途,其中,卫生用品用添加剂为纸尿裤用添加剂。

[0304] <68>

[0305] 如<65>至<67>中任一项所记载的用途,其中,香妆品为选自芳香剂、乳液、化妆液、化妆水、美容液、霜、凝胶制剂、毛发处理剂和准药品中的1种以上。

[0306] [实施例]

[0307] <实施例和比较例>

[0308] 使用下述配合成分,制备表2~6所示的组合物,使用所获得的组合物,并用下述方法进行保存稳定性等的评价。

[0309] <配合成分>

[0310] [(A)成分]

[0311] • A-1:由下述方法1所获得的内包香料的二氧化硅胶囊

[0312] [方法1]

[0313] 步骤(1)

[0314] 将3.0g的Quartamin 60W(商品名,花王株式会社制造,鲸蜡基三甲基氯化铵,有效成分30质量%)用750g的离子交换水稀释,获得水相成分。在该水相成分中添加将200g的表1所示的配合比率的样本香料A1与50g的四乙氧基硅烷(以下,也称为“TEOS”)加以混合而制备得到的油相成分,使用均质搅拌机(HsiangTai制造,型号:HM-310,以下相同)以转速8,500rpm使混合液乳化,获得乳化液。此时的乳化滴的体积平均粒径为1.4 $\mu\text{m}$ 。

[0315] 使用1%硫酸水溶液将所获得的乳化液的pH值调节为3.8后,移至具备搅拌桨和冷却器的可分离式烧瓶中,将液温保持为30 $^{\circ}\text{C}$ ,并且以200rpm搅拌24小时,获得含有具有包含样本香料A1的芯与包含二氧化硅的第一壳的二氧化硅胶囊的水分散体。

[0316] 步骤(2)

[0317] 一边将步骤1中所获得的水分散体在液温30 $^{\circ}\text{C}$ 下进行搅拌,一边历时420分钟滴加21g的TEOS。滴加后,进而继续搅拌17小时,然后进行冷却,由此形成包含第一壳的第二壳,获得含有样本香料A1内包于非晶质二氧化硅中的二氧化硅胶囊(样本香料A1(功能剂)的含量在二氧化硅胶囊中为19.4质量%)的水分散体。二氧化硅胶囊的体积平均粒径为2.1 $\mu\text{m}$ 。乳化滴和二氧化硅胶囊(I)的体积平均粒径使用激光衍射/散射式粒径分布测定装置“LA-960”(商品名,堀场制作所株式会社制造)进行测定。测定使用流动池,介质设定为水,折射率设定为1.40-0i。将乳化液或包含二氧化硅胶囊的水分散体添加至流动池中,以透射率显示90%左右的浓度实施测定,以体积基准求出体积平均粒径(其他(A)成分的体积平均粒径的测定方法也相同)。

[0318] 此外,第一壳的厚度约为5nm,第二壳的厚度为5~30nm。

[0319] 此外,样本香料A1使用具有下述表1所示的组成的香料(体积平均ClogP:3.9,比重:0.96)。此外,上述样本香料A1的体积平均ClogP值是将样本香料A1中所包含的香料成分的ClogP值分别乘以样本香料A1中的体积分率并通常作为它们的和计算的。在该计算中,考虑了样本香料A1中的含量为0.5质量%以上的全部香料成分,关于样本香料A1中的含量低于0.5质量%的香料成分,比重和ClogP值已知的也包括在计算中。

[0320] [表1]

样本香料 A1		
香料成分		
种类	含量 (质量%)	ClogP
二氢茉莉酸甲酯	19.7	3.0
$\gamma$ -癸内酯	13.0	2.6
巴西酸亚乙酯	11.5	4.7
乙酸邻叔丁基环己酯	10.6	4.4
棕土芯	7.7	4.1
其他	37.5	-

[0321] [0322] • A-2:利用下述方法2所获得的内包香料的二氧化硅胶囊

[0323] [方法2]

[0324] 将1.80g的商品名“Quartamin 60W”(花王株式会社制造;鲸蜡基三甲基氯化铵,有效成分30质量%)用448.20g的离子交换水稀释,制备水溶液。在该水溶液中添加将120g的样本香料A2与30g的四乙氧基硅烷(TEOS)加以混合而制备得到的油相,并使用设定为转速8500rpm的均质搅拌机使混合液乳化。使用1wt%的硫酸将pH值调节为3.7后,移至具备搅拌桨和冷却器的可分离式烧瓶中,将液温保持为30°C,并以160rpm搅拌17小时,获得包含由非晶质二氧化硅胶囊化得到的体积平均粒径1.9 $\mu$ m的二氧化硅胶囊(样本香料A2(功能剂)的含量在二氧化硅胶囊中为20质量%)的悬浮液。

[0325] 其中,样本香料A2的组成为柠檬烯(Limonene)25质量%、甲基异丁香酚(Methyl-iso-eugenol)25质量%、 $\alpha$ -己基肉桂醛( $\alpha$ -Hexylcinnamaldehyde)50质量%。

[0326] • A-3:利用下述方法3所获得的内包冷感赋予剂的二氧化硅胶囊

[0327] [方法3]

[0328] 步骤(1)

[0329] 将0.90g的商品名“Quartamin 60W”(花王株式会社制造;鲸蜡基三甲基氯化铵,有效成分30质量%)用224.10g的离子交换水稀释,制备水溶液。在该水溶液中添加将60g的冷感赋予剂与15g的四乙氧基硅烷(TEOS)加以混合而制备得到的油相,使用设定为转速8500rpm的均质搅拌机使混合液乳化。使用1wt%的硫酸将pH值调节为3.7后,移至具备搅拌

浆和冷却器的可分离式烧瓶中,将液温保持为30°C,并且以160rpm搅拌24小时。

[0330] 步骤(2)

[0331] 接着,以液温保持为30°C、悬浮液的pH值为3.7,历时420分钟滴加9.0g的TEOS。滴加后,进而继续搅拌24小时,然后进行冷却,由此获得包含由非晶质二氧化硅胶囊化得到的体积平均粒径1.4 $\mu$ m的二氧化硅胶囊(冷感赋予剂(功能剂)的含量在二氧化硅胶囊中为20质量%)的悬浮液。

[0332] 其中,冷感赋予剂的组成为L-薄荷脑(L-menthol)60质量%、肉豆蔻酸异丙酯10质量%、水杨酸己酯30质量%。

[0333] • A-4:内包紫外线吸收剂的二氧化硅胶囊(紫外线吸收剂(功能剂)的含量在二氧化硅胶囊中为37质量%),Merck公司EusolexUV-Pearls 0B-S(制品名)

[0334] [(B)成分]

[0335] • B-1:硅酸钠(2号硅酸钠,富士化学株式会社,Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O=11.8/28.6/59.6(质量%))

[0336] • B-2:硅酸钠(1号硅酸钠,富士化学株式会社,Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O=15.6/31.8/52.6(质量%))

[0337] • B-3:硅酸钠(3号硅酸钠,富士化学株式会社,Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O=9.5/29.1/61.4(质量%))

[0338] • B-4:硅酸钠(4号硅酸钠,富士化学株式会社,Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O=7.7/25.0/67.4(质量%))

[0339] • B-5:硅酸钠(5号硅酸钠,富士化学株式会社,Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O=7.1/25.7/67.2(质量%))

[0340] [(C)成分]

[0341] • C-1:聚氧乙烯十二烷基醚硫酸钠(环氧乙烷(以下E0)的平均加成摩尔数:3)

[0342] • C-2:聚氧乙烯月桂醚(E0的平均加成摩尔数:10摩尔)

[0343] • C-3:碳原子数18的内烯烃磺酸钾盐。C-3中的烯烃体(烯烃磺酸钾)/羟基体(羟基烷烃磺酸钾)的质量比为16/84。C-3中的羟基体中的磺酸基的位置分布的质量比如下。1位/2位/3位/4位/5位/6~9位=1.5/22.1/17.2/21.8/13.5/23.9。另外,(I0-1S)/(I0-2S)=1.6(质量比)。此处,(I0-1S)/(I0-2S)是C-3中的磺酸基存在于2位以上4位以下的内烯烃磺酸盐(I0-1S)的含量与磺酸基存在于5位以上的内部烯烃磺酸盐(I0-2S)的含量的质量比。

[0344] 此外,C-3中所包含的羟基体的磺酸基的位置分布通过液相色谱质谱仪(以下,简称为LC-MS)进行测定。此外,双键存在于6位以上的内烯烃磺酸盐的波峰重合而无法明确地区分。用于测定的装置和分析条件如下。

[0345] [测定仪器]

[0346] LC(Liquid Chromatography,液相色谱仪)装置:“LC-20ASXR”(株式会社岛津制作所制造)

[0347] LC-MS(Liquid Chromatography-Mass Spectrometry,液相色谱质谱仪)装置:“LCMS-2020”(株式会社岛津制作所制造)

[0348] 色谱柱:ODS Hypersil(长度:250mm,内径:4.6mm,粒径:3 $\mu$ m,Thermo Fisher

Scientific公司制造)

[0349] 检测器:ESI(-)、 $m/z=349.15$ (C18)、 $321.10$ (C16)、 $293.05$ (C14)

[0350] [溶剂]

[0351] 溶剂A:10mM乙酸铵水溶液

[0352] 溶剂B:添加有10mM的乙酸铵的乙腈/水=95/5溶液

[0353] [洗脱条件]

[0354] 梯度:溶剂A60%溶剂B40%(0~15分钟)→溶剂A30%溶剂B70%(15.1~20分钟)  
→溶剂A60%溶剂B40%(20.1~30分钟)

[0355] 流速:0.5ml/min

[0356] 柱温:40°C

[0357] 进样量:5 $\mu$ l

[0358] • C-4:烷基苯磺酸钠(烷基组成:C10/C11/C12/C13=11/29/34/26(质量比),质量平均碳原子数=17.75)

[0359] • C-5:聚氧亚烷基月桂基醚(相对于月桂醇1摩尔,加成平均为9摩尔的E0后,加成平均为2摩尔的环氧丙烷(以下P0),进而加成平均为9摩尔的E0而成的化合物)

[0360] • C-6:聚氧亚烷基月桂基醚(相对于月桂醇1摩尔,加成平均为3.7摩尔的P0后,加成平均为16.5摩尔的E0而成的化合物)

[0361] • C-7:聚氧乙烯月桂基醚(E0的平均加成摩尔数:8.3摩尔)

[0362] • C-8:聚氧乙烯月桂基醚(E0的平均加成摩尔数:13.2摩尔)

[0363] • C-9:聚氧乙烯月桂基醚(E0的平均加成摩尔数:18.5摩尔)

[0364] [其他任意成分]

[0365] • 丙二醇:试剂,富士胶片和光纯药株式会社

[0366] • 二乙二醇单丁醚:试剂,富士胶片和光纯药株式会社

[0367] • 氢化蓖麻油:碘值1.5g-I2/100g

[0368] • 消泡剂:DOWSIL AC8066 Antifoam,东丽道康宁株式会社制造

[0369] • pH值调节剂:柠檬酸、单乙醇胺

[0370] <组合物的制备方法>

[0371] 将表中所示的配合成分中除(A)成分和(B)成分以外的成分首先以特定比率加以混合。之后,混合(B)成分,接着混合(A)成分,制备表的组合物。此时,关于A-1~A-3,以(A)成分(二氧化硅胶囊)以所内包的功能剂计的配合量成为表中所示的质量%的方式,使用方法1~3中所获得的水分散体或悬浮液,关于A-4,以(A)成分(二氧化硅胶囊)以所内包的功能剂计的配合量成为表中所示的质量%的方式,直接使用制品。即,表中的(A)成分的质量%或质量比是以以功能剂计的量为准的。此外,组合物的pH值(25°C)适当使用pH值调节剂以成为表中所示的值的方式进行调节。表中,pH值调节剂的配合量的“+”是指以将组合物的pH值设为规定值的量使用。

[0372] <高温下的保存稳定性的评价>

[0373] 将表的组合物10g放入塑料制的容器(15mL离心管,IWAKI制造)中,盖上盖子后放入50°C的恒温槽中保存1周。关于保存前后的外观,使用测色色差计(日本电色工业株式会社,Spectrophotometer SE600),以反射模式、No.2的标准板进行校正后进行L\*的测定。L\*

的测定中,利用滴管将保存前或保存后的组合物以不起泡的方式分别添加5mL在圆型比色皿(内径3.5cm、深度1.5cm)中,使用其作为样品。

[0374] <外观变化的评价>

[0375] 使用利用上述方法所测得的保存前和在50°C保存1周后的 $L^*$ 值,根据下述式算出 $\Delta L^*$ 值。

[0376]  $\Delta L^* = \text{在}50^\circ\text{C}\text{保存1周后的}L^*\text{值} - \text{保存前的}L^*\text{值}$

[0377]  $\Delta L^*$ 越接近0,表示外观越没有变化,故而越优选。

[0378] [表2]

[0379]

		实施例															
		1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8	1-9	1-10	1-11	1-12	1-13	1-14	1-15	1-16
组合物	(A)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1
	(B)	0.036	0.07	0.11	0.18	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02	0.04	0.06	0.08
	(C)					5.0	10.0	15.0	20.0								
	配合成分					5.0	10.0	15.0	20.0	5.0	10.0	15.0	20.0				
	(质)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	量	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
	(%)	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部	剩余部
		分	分	分	分	分	分	分	分	分	分	分	分	分	分	分	分
		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
		0.18	0.35	0.55	0.90	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.20	0.40	0.60	0.80
	0	0	0	0	25	50	75	100	25	50	75	100	0	0	0	0	
	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	
	43.8	43.6	45.1	46.0	47.5	44.6	42.6	42.6	48.5	45.3	42.7	42.6	43.4	42.4	42.0	41.6	
高温保存稳定性	43.3	43.5	45.1	46.0	42.7	46.8	44.5	42.6	46.3	47.2	44.6	42.2	43.3	42.3	41.9	41.5	
外观变化	0.5	0.1	0.1	0.0	4.8	-2.1	-2.0	0.0	2.1	-1.9	-1.9	-0.4	-0.1	-0.1	-0.1	-0.1	

[0380]

[表3]





[0385]

		实施例															
		3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-6	3-7	3-8	3-9	3-10	3-11	3-12	3-13	3-14	3-15	
(A)	A-1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	
(B)	B-1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	
配合成分 (质量%) 组合物	C-1	20									5	10	15				
	C-2		20											5	10	15	
	C-3			20													
	C-4				20												
	C-5					20											
	C-6						20										
	C-7							20									
	C-8								20								
	C-9									20							
	氢化蓖麻油	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	
	丙二醇	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	
	pH值调节剂	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	
	离子交换水	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	剩余部 分	
	合计	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
	(B) / (A) (质量比)	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	
	(C) / (A) (质量比)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	25	50	75	25	50	75	
	pH值 (25°C)	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	
高温保存稳定性	保存前的L*	37.25	37.36	37.28	37.34	37.35	37.38	37.38	37.25	37.38	37.35	37.36	37.34	37.32	37.32	37.34	
	保存后的L*	36.85	36.89	36.89	37.02	37.02	36.85	37.03	37.01	36.96	36.97	36.82	36.94	36.88	36.89	36.81	
外观变化	ΔL*	-0.4	-0.5	-0.4	-0.3	-0.3	-0.5	-0.4	-0.2	-0.4	-0.4	-0.5	-0.4	-0.4	-0.4	-0.5	

[0386]

[表6]

[0387]

	实施例										比较例	
	4-1	4-2	4-3	4-4	4-5	4-6	4-7	4-8	4-9	4-1		
(A)	A-1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
(B)	B-1	0.006	0.01	0.02	0.03	0.05						
	B-2						0.01					
	B-3							0.01				
	B-4								0.01			
	B-5									0.01		
(C)	C-2	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
	C-3	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	C-4	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	C-5	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
	丙二醇	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
丁二醇	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
氢化蓖麻油	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	
消泡剂	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	
柠檬酸	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	
单乙醇胺	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	
离子交换水	剩余部分	剩余部分	剩余部分	剩余部分	剩余部分	剩余部分	剩余部分	剩余部分	剩余部分	剩余部分	剩余部分	
合计	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
(B) / (A) (质量比)	0.03	0.05	0.10	0.15	0.25	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0	
(C) / (A) (质量比)	110	110	110	110	110	110	110	110	110	110	110	
pH值 (25°C)	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	
高温保存稳定性	保存前的L*	37.5	37.3	37.6	37.6	38.1	38.7	38.6	38.6	38.6	36.3	
	保存后的L*	33.6	36.9	39.0	38.9	39.5	38.2	38.5	38.1	38.1	27.2	
外观变化	△L*	-3.9	-0.5	1.4	1.3	1.3	-0.5	-0.1	-0.4	-0.4	-9.2	

[0388] 表中的(B)成分的含量是以二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)计的含量,利用以下方法进行定量。

[0389] <组合物中的二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)的定量>

[0390] 利用0.2μm的膜过滤器对组合物进行过滤。精确称量试样5g置于铂坩锅中并进行

灰化处理后,添加碱性熔剂(碳酸钠:硼酸=1:0.4,质量比)1g在电炉中熔融后,添加超纯水和6N盐酸5mL进行溶解,冷却后在50mL塑料容量瓶中定容。针对该样品,通过使用Thermo Fisher Scientific公司制造的iCAP6500Duo的ICP发光分析法,以 $\text{SiO}_2$ 的形式算出溶解于坯料中的盐。校准曲线使用对硅标准液(1000ppm)进行稀释并添加了等量碱性熔剂的样品而制作。