

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningsskrift nr. 123781

Int. Cl. B 01 g 1/00 Kl. 55f-16
B 01 g 1/00 12c-3

Patentsøknad nr. 160.550 Inngitt 19.11.1965

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.7.1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 17.1.1972

Prioritet begjært fra: 23.11.1964 USA,
nr. 413348

The National Cash Register Company,
Main and K Streets, Dayton 9, Ohio, USA.

Oppfinner: Joseph Anthony Bakan,
1230 Benfield Drive,
Dayton, Ohio, USA.

Fullmektig: Mag. scient. Per Aubert.

Fremgangsmåte til massefremstilling av meget
små kapsler.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte til massefremstilling av meget små kapsler i en væskeproduserende bærer, idet hver kapsel omfatter en kjerne og en sømløs beskyttende vegg som omgir kjernen. Ved "meget små kapsler" menes kapsler som har en gjennomsnittstørrelse på fra f.eks. 1,5 mikron til over 1000 mikron.

Den kapseldannende prosessen i foreliggende oppfinnelse omfatter opprettelsen av et system som er i bevegelse og består av følgende tre faser som er innbyrdes uforenlige:

- a) et bæremedium som danner en kontinuerlig flytende fase som utgjør en vesentlig volumdel av de tre fasene tilsammen,
- b) en diskontinuerlig fase bestående av meget små, bevegelige legemer av kjernemateriale, enten i fast form eller flytende form, dispergert

123781

i nevnte medium (bæreren) og

c) en diskontinuerlig fase av meget små, bevegelige enheter av veggdannende materiale dispergert i mediet og bestående av en væskeformig oppløsning av ett eller flere veggdannende polymermaterialer som har en viskositet større enn viskositeten til det flytende medium (a) og hvilket materiale er i stand til å fukte kjernematerialet ved berøring, idet nevnte oppløsning har en avtagende oppløselighet i mediet med en økning i temperatur.

Det angitte kriterium at kjernematerialet, oppløsningen med polymermaterialet, og bærermediet er innbyrdes uforenlige, er brukt i den mening at deres eksistens hver for seg i systemet ikke må svekkes av reaktivitet eller blandbarhet mellom dem.

Oppløsningen med polymermaterialer bør fortrinnsvis ha en viskositet på omkring 200 - 4000 centipois og denne fase utgjør fortrinnsvis 5 - 20 volumprosent av det totale tre-fasesystem.

På grunn av den evne polymeroppløsningen har til å fukte kjernematerialet, og på grunn av viskositet og volumforholdet av den dispergerte fasen av veggdannende polymeroppløsning, er den dispergerte, veggdannende polymeroppløsningen i stand til å avsette seg rundt de dispergerte enheter av kjernemateriale og er også i stand til etter avsettelsen å holde seg som en vegg mot forskyvningskreftene som forekommer i forbindelse med omrøringen av systemet. Avleiringene akkumulerer seg til en maksimum tykkelse som kan varieres ved å variere mengden av veggmateriale som tilføres og ved å variere graden av og typen på omrøring som blir benyttet; disse parametre kan varieres i samsvar med den ønskede grad av beskyttelse av kjernematerialet og de beskyttende egenskaper til det veggdannende materiale som er valgt.

Etter avleiringen av væskeformig eller flytende oppløsning av veggdannende polymermateriale, heves temperaturen i systemet over gelledannelsestemperaturen til det veggdannende polymer for å herde kapselveggene og derved komprimere og gi dem større varighet og større ugjennomtrengelighet overfor kjernematerialet og omgivelsene, blant andre egenskaper.

Etter herdingen av kapselveggene ved heving av temperaturen, er det nødvendig å utskille de herdete kapslene ved en temperatur over den ved hvilken en vesentlig mengde av det veggdannende polymermateriale ville bli oppløst i bærermediet. Hvis imidlertid de herdete kapselveggene blir behandlet slik at de blir permanent uoppløselige i bærermediet, da er det åpenbart intet behov for separering av kapslene

og systemet kan settes tilbake til romtemperatur uten å ta hensyn til at veggmaterialet vil gjenoppløses i bærermediet.

Ifølge foreliggende oppfinnelse er det således tilveiebragt en fremgangsmåte til massefremstilling av meget små kapsler hvor det opprettes et trefasesystem bestående av et flytende bærermedium som utgjør en kontinuerlig første fase, en andre fase dispergert deri bestående av meget små, mobile enheter av kjernemateriale, og en tredje fase dispergert deri bestående av små dråpeenheter dannet av en veggdannende oppløsning av et polymermateriale som er i stand til å fukte kjernematerialet, hvorved polymermaterialet avsetter seg på og danner en flytende vegg rundt partiklene av kjernematerialet, kjennetegnet ved at polymermaterialet har en avtagende oppløselighet med stigende temperatur i bærermediet, og at herdingen av de således dannede vegger av det faseseparerte og avsatte polymermateriale oppnåes ved å heve systemets temperatur til en temperatur over gelpunktet til polymermaterialet og ved at de herdete kapslene skilles fra resten av systemet ved en temperatur over den ved hvilken gjenoppløsning av kapselveggene finner sted i vesentlig grad.

I store trekk benytter den nye fremgangsmåten for massefremstilling av kapsler i et væskeformig bærermedium ved opprettelse av et system som definert ovenfor, egenskapen med avtagende oppløselighet med økning i temperatur på det veggdannende polymermateriale i bærermediet for å herde de kapselveggene som er under dannelsen. Denne egenskapen kan også benyttes ved dannelsen av oppløsningen bestående av veggdannende polymermateriale, hvor separeringen av den veggdannende polymeroppløsningsfasen helt eller delvis frembringes ved å heve temperaturen i massen.

Ved en foretrukken utførelse omfatter fremgangsmåten dannelsen av en oppløsning av det veggdannende polymermateriale som har nedsatt oppløselighet med stigende temperatur i bærermediet og dispergering av kjernematerialet i nevnte oppløsning. Ved oppvarming og omrøring av massen, utskilles en koacervatoppløsning av det veggdannende polymermaterialet, som avsettes omkring kjernematerialet for således å danne embryoniske kapsler. Fortsatt oppvarming ved samme eller høyere temperaturer bevirker en herdning av det utfelte materialet. Deretter foretas separering av kapslene ved de forhøyede temperaturene, og etter dette tørkes de utskilte kapslene.

Ved en annen utførelsesform angår fremgangsmåten en tilsetning av bestanddeler for å danne systemet, uten nødvendigheten av å

123781

utgå fra en oppløsning av det veggdannende polymermaterialet, til en utskilt koacervatoppløsning av polymermateriale; dvs. hvis man kjenner de relative konsentrasjoner av de forskjellige bestanddelene og de forhold som vil produsere en koacervatoppløsning, er det bare nødvendig å tilveiebringe disse bestanddeler i de nødvendige relative mengder og under forhold som gir en koacervatoppløsning av polymermaterialet. De forskjellige bestanddeler i systemet, unntatt det veggdannende polymermaterialet, kan f.eks. bringes til en temperatur ved hvilken det er kjent at koacervatoppløsningen vil dannes, og det veggdannende polymermateriale kan deretter tilsettes for å fremstille en koacervatoppløsning av polymermateriale og følgelig innhulle kjernematerialet i et uferdig skall av veggdannende polymermateriale.

I en videre utførelse dannes en koacervatoppløsning av det veggdannende polymermaterialet og dette separeres fra dens likevektsvæske. Et system for mikroinnkapsling som benytter seg av den utskilte polymeroppløsningen kan oppnåes ved å danne et trefasesystem som beskrevet ovenfor, hvori en flytende bærer, som er forskjellig fra likevektsvæsken til koacervatoppløsningen, benyttes, idet den væskeformige bærer oppfyller de andre kriterier for uforenlighet som er angitt tidligere.

Denne nye fremgangsmåten er rettet mot et system hvori polymerveggmaterialet har en vesentlig oppløselighet i et oppløsningsmiddel, f.eks. vann ved rom- eller lavere temperatur, og tilveiebringer således et innkapslet materiale som kan utløses i et flytende medium ved lav temperatur ved oppløsning av kapselveggen. En ytterligere fordel ved foreliggende fremgangsmåte er at kjernematerialet, hvis oppløselighet avtar ved stigende temperatur, kan innkapsles effektivt ved fremgangsmåten.

Fuktevirkingen av polymermaterialene i oppløsning når det gjelder et spesielt kjernemateriale, kan måles ved hjelp av standard kontakt-vinkelmålinger, absorpsjonsmålinger og lignende, og egnede utvalg av polymere kan gjøres ut fra disse målinger. Oppløsningsmidlet for polymermaterialet (-ene) kan i noen tilfeller velges for å forhøye fuktevirkingen av en oppløsning av et spesielt polymermateriale i forhold til et valgt kjernemateriale.

Enten den væskeformige oppløsningen av veggdannende polymermateriale er dannet ved å fremkalle en faseseparering eller ved å tilsette bestanddeler i passende mengde for å danne nevnte oppløsning, uten å gå veien om faseseparering, så kan den virkning som forårsaker

eller bibeholder separeringen av den veggdannende polymeroppløsningen skyldes en eller flere "varierende betingelser". Vanligvis vil den avtagende uoppløselighet av det veggdannende polymermaterialet med økende temperatur, benyttes som en "varierende betingelse". Illustrerende for "varierende betingelser" som kan brukes alene eller i kombinasjon med forhøyelse av temperaturen i massen, er tilstedeværelsen av en komplementær polymer, tilstedeværelsen av et ikke-oppløsningsmiddel for det veggdannende polymermateriale som er forenlig med bærer materialet, eller andre kjente teknikker som tilveiebringer en "varierende betingelse" for fremkalling eller bibeholdelse av en separert oppløsning av det veggdannende polymermateriale, som f.eks. forandring i mikroionkonsentrasjon (salt, pH), som alle er teknikker som benyttes for å bevirke separering av en koacervatoppløsning.

Det foretrukne system er et i hvilket den væsken som benyttes sammen med den veggdannende polymeroppløsning, også benyttes som et hovedbestanddelmateriale for bærermediet og hvori det finnes en bestanddel i form av en polymer som ikke innehar egenskapen av nedsatt oppløselighet med øket temperatur og som er komplementær for det veggdannende polymermateriale, i den betydning at det medvirker til å skape en uforenlighet mellom bæreren og oppløsningen av det væskedannende polymermateriale(ene) og forårsaker eller bibeholder oppløsningen som en adskilt fase i systemet. Den komplementære polymer kompletterer med andre ord et væskesystem i hvilket den væskedannende oppløsningen av polymermateriale kan bestå som en adskilt fase, som kan dispergeres i bæreren ved omrøring, på grunn av frastøtingskrefter mellom polymermaterialet i den veggdannende oppløsningen og det komplementære materialet. Uten det komplementære polymermaterialet, hvis bæreren omfattet eller besto av samme væske som er brukt som oppløsningsmiddel for den væskedannende polymeroppløsning, ville bæreren være mer forenlig med og ville fortynne polymeroppløsningen. Således innebærer den nevnte uforenlighet mellom bæreren og oppløsningen av veggdannende polymermateriale tilstedeværelsen av et komplementært materiale som en bestanddel av bærermediet når dette omfatter en væske som er forenlig med eller identisk med oppløsningsmidlet benyttet i den veggdannende, koacervatoppløsning.

Beskaffenheten av kjernematerialet er den primære veileder for valg av det polymerdannende materiale og av kjernematerialets oppløsningsmiddel, og også for valg av den væskeformige bærer hvis den ikke skal bestå av eller omfatte, som en bestanddel, det samme materiale

som benyttes som oppløsningsmiddel for det veggdannende polymermaterialiet. Grunnen til dette er at prosessbetingelsene vanligvis er valgt med det mål å innkapsle et gitt kjernemateriale. Det veggdannende polymermaterialiet kan være av hydrofil eller hydrofob natur, og også i dette tilfelle er det beskaffenheten av kjernematerialet og nødvendigheten for at kjernematerialet og veggdannende materiale skal være uforenlige, som dikterer valget av polymermateriale. I det foretrukne system foretas det videre valg fra den klasse polymerer og oppløsningsmidler som tilfredsstiller disse kriterier, ved å velge fra de polymer-oppløsningsmiddelpar som kan danne en veggdannende polymer-oppløsning. Når bærermediet, i det foretrukne system, er laget hovedsakelig eller helt av samme materiale som polymeroppløsningsmidlet, vedrører det eneste videre valg av komplementært materiale, som igjen må tilfredsstille kravet om uforenlighet. Det komplementære materialet må være uforenlig med kjernematerialet og må virke slik at det gjør oppløsningen av det veggdannende polymermaterialiet mer uforenlig med bærermediet.

Et komplementært materiale ekvivalent med et polymermateriale, kan være en annen væske som er et ikke-oppløsningsmiddel for polymermaterialiet i den veggdannende oppløsning og som derfor skaper en uforenlighetsbetingelse i bærermaterialiet hvorved den veggdannende polymeroppløsning bevirkes til å eksistere som en adskilt fase. Et annet alternativ er å benytte en væske som bærermateriale, hvilken væske, i tillegg til å være uforenlig på grunn av at den ikke er blandbar med kjernematerialet, er et ikke-oppløsningsmiddel for det veggdannende polymer og er ikke-blandbart med oppløsningsmidlet for den veggdannende oppløsning. Et slikt væskeformig bærermateriale er derfor uforenlig med polymeroppløsningen og tillater den sistnevnte å bestå som en adskilt fase.

Eksempler på veggdannende polymermateriale som har egenskapen av nedsatt oppløselighet med økende temperatur omfatter metylcellulose, polyvinylmetyleter, og etylhydroksyetylcellulose.

Eksempler på polymermaterialsammensetninger for bruk i det foretrukne system hvori det er benyttet et supplerende polymermateriale er som følger: metylcellulose som veggdannende materiale sammen med dekstran, hydroksypropyldekstran, polyvinylalkohol, eller polyvinylpyrrolidon, eller gummi arabikum.

Vann kan benyttes som oppløsningsmiddel for den veggdannende oppløsning i de tilfeller hvor det veggdannende polymer er av hydrofil

natur, og organiske oppløsningsmidler kan benyttes når polymermaterialet er av hydrofob natur. Valget av oppløsningsmiddel er åpenbart avhengig av oppløseligheten av det veggdannende polymermateriale i oppløsningsmidlet. Når innkapslingen omfatter en faseseparering, burde oppløsningsmidlet fortrinnsvis være et hvori polymermaterialet er noenlunde oppløselig ved romtemperatur, slik at det ved forhøyelse av temperaturen vil bli tilstrekkelig polymer tilgjengelig for faseseparering og avleiring rundt kjernematerialet.

Vanligvis kan nedgangen i oppløselighet for det veggdannende polymermateriale med stigende temperatur, bevirkes av hensiktsmessig valg av polymer og oppløsningsmiddel. Oppløsningsevnen varierer både med størrelse og form på oppløsningsmiddel-molekylene. Som en regel er små oppløsningsmiddel-molekyler bedre oppløsningsmidler ved forhøyede temperaturer enn ved lavere temperaturer, mens derimot med store oppløsningsmolekyler er det motsatte tilfelle. For et gitt oppløsningsmiddel, eller enda oppløsningsmidler med samme størrelse, vil kompakte molekyler være bedre oppløsningsmidler ved forhøyede temperaturer, og utstrakte molekyler bedre oppløsningsmidler ved lavere temperaturer.

Kjernematerialer kan være et hvilket som helst stoff som overlever enkeltvis i systemet, men de kjernematerialer for hvilke fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er særlig egnet er, som angitt tidligere, de materialer som er uoppløselige i bærerfasen, som f.eks. kloroform, klorert bifenyl ("AROCOLOR"), kerosen, acetyliert monoglycerid ("Myvacet"), sitronolje, mentol, aspirin, harpikser, pigmenter og fargestoffer.

Foreliggende oppfinnelse skal i det følgende beskrives under henvisning til et system hvori et komplementært polymer er tilstede, og hvori temperaturen i massen er hevet for å fremkalle, i det minste delvis, faseseparering. Den veggdannende polymer, den komplementære polymer, og oppløsningsmidlet, kan tilsettes i hvilken som helst rekkefølge, men det foretrekkes først å danne en fortynnet oppløsning av det veggdannende polymermateriale og deretter fremkalle fasesepareringen ved tilsetning av det komplementære polymermaterialet, og deretter heve temperaturen på systemet.

Det komplementære polymermateriale er i det ovenfor nevnte tilfelle et som enten ikke har noen affinitet eller en mindre affinitet for kjernematerialet enn det tilsiktede veggdannende polymermaterialet således at det er oppløsningen av dette som vil avsette seg rundt de dispergerede kjernelegemene.

123781

Tilsetningen av det komplementære polymermateriale til en i begynnelsen fortynnet oppløsning av det veggdannende polymermateriale, tillater bedre regulering av fasesepareringen slik at den gir en veggdannende oppløsningsfase med riktig viskositet, og relative volumer, spesielt i en innledende operasjon for metoden er standardisert for alle spesielle kombinasjoner av polymermateriale og oppløsningsmiddel. I en slik innledende operasjon kan oppnåelsen av den ønskede viskositet i den veggdannende oppløsningsfasen tilveiebringes ved hjelp av mikroskopisk observasjon av en omrørt prøve av systemet inneholdende dispergert kjernemateriale, idet kriteriet er at når en brukbar veggdannende oppløsning er tilstede vil det kunne sees at det dannes adskilte legemer innen væskeformige vegger. En bekreftelse og basis for kvantitativ fastleggelse av betingelsene kan oppnås ved å tillate de to adskilte oppløsningsfasene å lagdele seg og deretter måle viskositeten og relativt volum av den fasen som inneholder det veggdannende polymermaterialet. Hvis viskositeten er for lav vil tilsetning av mer komplementært materiale forårsake en forøket konsentrasjon av den veggdannende fasen med en påfølgende økning av viskositeten i denne fasen, inntil den ønskede viskositet er oppnådd.

Det korrekte volumforhold av den veggdannende fasen, (av riktig viskositet) kan forutbestemmes til en tilstrekkelig nøyaktighet ved beregning ut fra raskt tilveiebragte data av forholdet mellom viskositet og konsentrasjon for en oppløsning av det tilsiktede veggdannende polymermaterialet i det valgte oppløsningsmidlet.

Tilsetningsrekkefølgen kan reverseres, eller de to polymermaterialene og oppløsningsmidlet kan settes sammen samtidig når først de riktige kvantitative forhold er tilveiebragt for de spesielle materialene som brukes, fordi det resulterende volum og viskositet (konsentrasjon) til de to adskilte fasene er uavhengig av blandingsrekkefølgen.

Kjernematerialet, som alltid er en mindre bestanddel av systemets totalvolum, kan tilsettes enten før, under eller etter adskillelsen av oppløsningen i to oppløsningsfaser. Likeledes kan omrøring av systemet begynnes før, i løpet av eller etter hvilket som helst av disse trinnene. Det er imidlertid foretrukket å foreta omrøring før, i løpet av og etter fasesepareringen og å innføre kjernematerialet etter at fasesepareringen har funnet sted.

Omrøringens intensitet gjøres slik at den reduserer kjernematerialet til den ønskede størrelse hvis det er nødvendig, og i alle

tilfelle for å forsikre grundig dispersjon av dette i bærer materialet. Størrelsen på kjernelegemene er valgt på forhånd for å gi den ønskede kapselstørrelsen etter å ha tatt hensyn til tykkelsen av innkapslingsveggen. Med faste kjernematerialer kan størrelsen på disse kjernelegemene forutbestemmes og tilveiebringes ved hjelp av en egnet malemetode.

En annen alternativ fremgangsmåte er på forhånd å lage en væskeoppløsning av det veggdannende polymermateriale med den ønskede viskositet og deretter dispergere det i en bærer som er en væske som er ikke-blandbar med denne polymermaterialoppløsningen og med kjernematerialet.

Med dette unngås ethvert fasesepareringstrinn slik som det er nødvendig når det veggdannende polymermaterialet til å begynne med er tilstede i fortynnet oppløsning og må trekkes ut i en mer konsentrert oppløsning som en adskilt fase med den ønskede viskositet, enten på grunn av et annet komplementært polymermateriale eller på grunn av et komplementært ikke-oppløsningsmiddel for den veggdannende polymer.

I de følgende eksempler skal fremgangsmåten beskrives i detalj på den måten den anvendes til innkapsling av forskjellige materialer.

Eksempel I

50 ml av en olje, bestående av et 1:1 vektforhold av klorert difenyl og kerosen, tilsettes til 400 g av 1 % vandig metylcellulose ("HG-90")-oppløsning for således å danne en emulsjon av oljen med en dråpestørrelse i området på 100 - 500 mikron. 400 ml av en 25 % vandig dekstranoppløsning ved 25°C tilsettes under omrøring for å fremkalle faseseparering av en rik metylcelluloseoppløsning og etterfølgende ufullendt innkapsling av oljedråpene i en væskevegg. Deretter oppvarmes systemet til 50°C under omrøring i en 15 minutters periode. Etter dette vil det være dannet en fullstendig innkapsling av oljen i en selvbærende metylcellulosevegg.

Eksempel II

Oppløsninger av 25 % dekstran og 2 % metylcellulose ("Methocel 60HG") lages med kaldt vann (romtemperatur). Deretter tilsettes 50 ml av et acetyliert monoglycerid ("Myvacet") til 200 ml av den 25%-ige dekstranoppløsning. 200 ml av den 2 %-ige metylcelluloseoppløsningen tilsettes dråpevis. Etter dette foretas omrøring i 3 minutter, idet det gis anledning til god dispersjon av de to polymermaterialene rundt "Myvacet" oljedråpene, temperaturen i systemet heves langsomt

til 60°C og systemet settes til side. Ved 60°C fjernes laget av kapsler som dannes etter en stund og disse vaskes i en 80°C-oppløsning av 10 % Na₂SO₄. Overskudd vann filtreres av ved hjelp av en sil og kapslene gis anledning til å tørke på en fluidisert tørkeanordning.

Eksempel III

Til 400 ml 1.5 % metylcellulose ("Methocel 60 HG") i vann tilsettes ved 30°C 50 ml av et acetyleret monoglycerid ("Myvacet") som er dispergert for å sikre en størrelse på oljedråpene i området 500-1500 mikron. Etterat oljedråpene er godt dispergert i metylcelluloseoppløsningen, tilsettes 200 ml av en 25 % vandig oppløsning av dekstran dråpevis. Produktet varmes langsomt under omrøring til 60°C. Laget med kapsler som dannes etter en stund fjernes deretter og vaskes med 700 ml 10 % Na₂SO₄ (temperatur 80°C). Etter vasking fjernes overskudd vann ved hjelp av en sil og kapslene gis anledning til å tørke i 24 timer på en blåseanordning.

Eksempel IV

Under omrøring i alle trinnene tilsettes 50 g mentol til 300 g av en 2.5 % vandig metylcelluloseoppløsning. Deretter oppvarmes dispersjonen til 55°C. Så tilsettes 90 g av en 25 % vandig oppløsning av dekstran dråpevis og varmes til 60°C. Deretter tilsettes det følgende for å herde kapslene: (a) 2 g av en vandig sorbitoloppløsning ("Arlex"), (b) 0.1 g mono- og diglycerider av fettdannende fettsyrer ("Atmos 300"), og (c) 14 g av en 25 % vandig oppløsning av garvesyre, og kapslene omrøres i en time. Kapslene fjernes deretter fra resten av systemet og tørkes idet det benyttes konvensjonelle tørketeknikker.

Eksempel V

Under omrøring hele tiden i hvert av trinnene tilsettes 35 g sitronolje til 300 g av en 2.5 % vandig metylcelluloseoppløsning. Omrøringen reguleres for å oppnå en sitronolje som har en dråpestørrelse i området på 500 mikron. Deretter tilsettes 5 g glycerol og dispersjonen oppvarmes til 55°C. Mens temperaturen holdes på 55°C tilsettes 90 g av en 25 % vandig dekstranoppløsning dråpevis. Deretter varmes kapslene til 60°C. Ved denne temperaturen tilsettes det følgende: (a) 0.02 g av mono- og diglycerider av fettdannende fettsyrer ("Atmos 300"), (b) 14 g av en 25 % vandig garvesyreoppløsning, og kapslene omrøres i en time. Kapslene fjernes deretter fra resten av systemet og tørkes ved bruk av konvensjonelle tørketeknikker.

Eksempel VI

Med omrøring hele tiden i hvert av trinnene, tilsettes 35 g

sitronolje til 300 g av en 2.5 % vandig metylcelluloseoppløsning. Omrøringen reguleres for å oppnå en sitronolje med en dråpestørrelse i området på 500 mikron. Deretter tilsettes 90 g av en 25 % dekstranoppløsning dråpevis. Så oppvarmes kapslene til 60°C og 3 g av en melamin/formaldehydharpiks ("Parez Resin 613") tilsettes. pH-verdien reguleres til 4.5 med en 10 % vandig eddiksyreoppløsning og systemet omrøres i en time ved 60°C. Deretter fjernes kapslene fra resten av systemet og tørkes ved bruk av konvensjonelle tørketeknikker.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte til massefremstilling av meget små kapsler hvor det opprettes et trefasesystem bestående av et flytende bærermedium som utgjør en kontinuerlig første fase, en andre fase dispergert deri bestående av meget små, mobile enheter av kjernemateriale, og en tredje fase dispergert deri bestående av små dråpeenheter dannet av en veggdannende oppløsning av et polymermateriale som er i stand til å fukte kjernematerialet, hvorved polymermaterialet avsetter seg på og danner en flytende vegg rundt partiklene av kjernematerialet, k a r a k t e r i s e r t v e d at polymermaterialet har en avtagende oppløselighet med stigende temperatur i bærermediet, og at herdingen av de således dannede vegger av det faseseparerte og avsatte polymermateriale oppnås ved å heve systemets temperatur til en temperatur over gelpunktet til polymermaterialet og ved at de herdete kapslene skilles fra resten av systemet ved en temperatur over den ved hvilken gjenoppløsning av kapselveggene finner sted i vesentlig grad.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den tredje fasen dannes ved å heve systemets temperatur til et punkt hvor en faseseparering og tilsynekomst av en koacervat fase av det veggdannende polymermateriale fremkalles fra en væskeoppløsning av dette.

3. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den tredje fasen dannes ved at det i systemet finnes, innbefattet en væskeoppløsning av det veggdannende polymermaterialet, en tilstrekkelig mengde av et komplementært polymermateriale som er i stand til å fremkalle faseseparering for derved å bevirke fremkomsten av en koacervat fase av det veggdannende polymer.

4. Fremgangsmåte ifølge krav 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at systemet under dannelsen av den tredje fasen oppvarmes til en temperatur over romtemperatur, men under gelpunktet for den vegg-

123781

12

—
dannende polymer for derved å assistere dannelsen av den tredje fasen ved å forårsake at koacervatfasen av veggdannende polymeroppløsning dannes.

Anførte publikasjoner:

Norsk patent nr. 98.771, 100.516, 100.735, 103.561, 107.070
Fransk patent nr. 1.304.960, 1.367.409
U.S. patent nr. 2.800.457, 2.969.331