



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 148703

[C] (45) PATENT MEDDELT

30. NOV. 1983
(51) Int. Cl.³ B 01 J 13/02

(21) Patentsøknad nr. 763696
(22) Inngitt 29.10.76
(24) Løpedag 29.10.76

(41) Alment tilgjengelig fra 03.05.77
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 22.08.83
(30) Prioritet begjært 30.10.75, USA, nr. 627400

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte til fremstilling av polyurea-
mikrokapsler.

(71)(73) Søker/Patenthaver STAUFFER CHEMICAL COMPANY,
Westport, CT 06880,
USA.

(72) Oppfinner HERBERT BENSON SCHER,
Moraga, CA,
USA.

(74) Fullmektig Siv.ing. Sigrun E. Græsbøll,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner USA (US) patent nr. 3577515 (424-32)

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av forbedrede, adskilte mikrokapsler av polyurea som har distinkte vegger av polyurea dannet ved grenseflatepolymerisasjonen av en organisk fase som inneholder et polyisocyanat og en vannfase.

Fremgangsmåten er karakterisert ved at den organiske fase tilsettes et løsningsmiddel under mikroinnkapslingen som omfatter følgende trinn:

a) en organisk fase som omfatter et med vann ikke-blandbart materiale som skal innkapsles, tilsettes et løsningsmiddel som er i stand til å utelukke vann fra det organiske materiale og polyisocyanatet;

b) det dannes en dispersjon av den organiske fase i en vannfase som omfatter vann, et overflateaktivt middel og et beskyttelseskolloid; eventuelt justeres dispersjonens pH-verdi; og

c) de distinkte polymervegger av polyurea dannes ved grenseflatepolymerisasjon, som omfatter hydrolyse av polyisocyanatet under oppvarming, idet det anvendes et løsningsmiddel som tilfredsstiller følgende likning: $\xi = \xi_0 \pm 0,8$, hvor ξ er løselighetsparameteren for løsningsmidlet og ξ_0 er løselighetsparameteren for polymeren.

Belgisk patent nr. 796.746 vedrører en metode for innkapsling av forskjellige med vann ikke-blandbare materialer som anvender et organisk isocyanat-utgangsmateriale for fremstilling av en kapselomslutning av polyurea rundt et materiale som ikke er blandbart med vann, dispergert i en vandig, kontinuerlig fase.

Kapsler av denne type har en rekke anvendelser, de kan f.eks. inneholde farvestoffer, farve, kjemiske reagenser, farmasøytika, aromastoffer, kunstgjødsel, fungicider, baktericider, pesticider, slik som herbicider, insekticider og lignende, hvilke substanser kan være oppløst, suspendert eller på annen måte dispergert i eller som kjernemateriale som skal innhylles i kapslen. Materiale som skal innkapsles kan anvendes i den opprinnelige dispersjon ved en temperatur over sitt smeltepunkt, eller oppløses eller dispergeres i et passende med vann ikke-blandbart organisk løsningsmiddel. Straks materialet er innkapslet, konserveres det i flytende eller

annen form inntil det frigjøres ved hjelp av midler eller utstyr som bryter, knuser, smelter eller på annen måte fjerner kapseloverflaten, eller inntil man oppnår frigjøring ved diffusjon under egnede betingelser. Et viktig, spesielt trekk ved foreliggende oppfinnelse, sammen med andre trekk og fordeler ifølge oppfinnelsen, er det at man selektivt kan regulere veggporøsiteten og dannelsen av adskilte vegger av polyurea ved å hindre vann fra å komme til den organiske fase under polymerisasjonen som omfatter omsetning mellom polyisocyanat-monomerer.

Effektiv innkapsling ved grenseflate-polymerisasjon av et organisk isocyanat-utgangsmateriale kan oppnås ved en fremgangsmåte som anvender to hovedsakelig ikke-blandbare væsker, den ene betegnet en vandig fase og den andre en organisk fase, og omfatter etablering av en fysikalsk dispersjon av den organiske fase i den vandige fase. Den organiske fase inneholder isocyanat-utgangsmateriale for kapseloverflaten eller kapselomhyllingen av polyurea. Grenseflate-polymerisasjonen, som den betegnes, omfatter hydrolyse av en isocyanatmonomer for fremstilling av et amin, som deretter omsetter seg med en annen isocyanatmonomer for dannelse av polyureaomhyllingen. Kapsler som er fremstilt på denne måte kan variere i størrelse fra ca. 0,5 til ca. 100 μm .

Visse organiske materialer som betegnes "ikke-blandbart med vann" er i stand til å oppløse en betraktelig mengde vann. Når dette finner sted under dannelsen av mikrokapselveggen av polyurea på overflaten av dråpen, vil det være en øket polymerdannelse gjennom kjernematerialet. Mens vann er vesentlig for systemet som anvender organiske polyisocyanater for fremstilling av vegger av polyurea, er tilsetningen av vann i det med vann ikke-blandbare materiale i kapselkjernen ikke ønsket. Nærværet og mengden av vann i det organiske eller det med vann ikke-blandbare materiale som skal innkapsles vil være avhengig av egenskapene til materialet. Ifølge oppfinnelsen er det mulig å utelukke vann fra kjernematerialet eller den organiske fase og derved skaffe tilveie forbedrede, adskilte mikrokapsler av polyurea med distinkte, velformede vegger.

Det har en tid vært behov for forbedrede mikrokapsler

som bedre kan regulere tapet av aktivt kjernemateriale. Tidligere metoder krevet at permeabiliteten av mikrokapselveggen skulle reguleres ved å variere tykkelsen og tverr-bindende tetthet. Også ønskelig, og tidligere vanskelig å oppnå, er å hindre vann fra å komme inn i den organiske fase under dannelsen av mikrokapsler av polyurea som inneholder visse organiske materialer som oppløser uønskede mengder av vann.

Det var derfor et mål ved foreliggende oppfinnelse å skaffe tilveie en ny fremgangsmåte for mikroinnkapsling, og de produkter som fremstilles ved denne, er karakterisert ved optimale egenskaper når det gjelder frigjøringshastigheten ved dannelsen av vegger av polyurea og ved selektivt å regulere veggporøsiteten.

Et annet mål ved foreliggende oppfinnelse var å skaffe tilveie et nytt system for mikroinnkapsling som anvender et foretrukket løsningsmiddel som i kraft av gode løselighets-egenskaper for polymer gir reduksjon i porestørrelsen av mikrokapselveggen. Omvendt kan ved anvendelse av et dårlig løsningsmiddel for polymer permeabiliteten av kapselveggen økes ved å øke porestørrelsen av mikrokapselveggen.

Det var et ytterligere mål ved foreliggende oppfinnelse å skaffe tilveie mikrokapsler som har forbedret evne til å regulere frigjøringshastigheten. Frigjøringshastigheten er en følge av diffusjonspereabiliteten av den resulterende mikrokapselvegg.

Et annet mål ved foreliggende oppfinnelse var å skaffe tilveie en forbedret fremgangsmåte for fremstilling av adskilte mikrokapsler med tynne vegger og som er relativt ugjenomtremgelige når det gjelder tap av kjernemateriale inntil ønsket frigjøringstid og betingelser. Fremgangsmåten er meget allsidig og gir et regulerbart middel for å oppnå en rekke variasjoner i veggtykkelse, permeabilitet, polymersammensetning og frigjøringssegenskaper i de derved fremstilte produkter.

De ovenfor angitte mål er således oppnådd ved å fremstille mikrokapsler av polyurea, idet man anvender et godt løsningsmiddel for polymer i kjernen sammen med den aktive bestanddel. Omvendt kan øket permeabilitet oppnås ved å anvende et dårlig løsningsmiddel for polymeren. Det vil si at perme-

abiliteten av mikrokapselveggen, for å regulere porøsiteten av veggen, er tilsetning av løsningsmidler eller ikke-løsningsmidler for mikrokapselpolymerveggen i den organiske fase før mikroinnkapslingen. Innkapslingsmetoden er følgelig hovedsakelig som angitt i belgisk patent nr. 796.746; det er imidlertid funnet at valget av organisk løsningsmiddel som tilsettes i kjernen av kapslene kan gi den ønskede virkning av reduksjon eller økning i porestørrelsen, så vel som utelukkelse av vann fra kjernematerialet, d.v.s. aktivt materiale.

Utvalget av løsningsmidler er vanligvis stort, avhengig av det spesielle monomersystem som anvendes for fremstilling av den porøse, polymere mikrokapselveggen. Løsningsmidlet bør ikke være et så godt løsningsmiddel for polymeren, at det er fullstendig blandbart i alle forhold, heller ikke bør løsningsmidlet være et materiale som er et ikke-løsningsmiddel for monomeren. Materialer som er helt løselige resulterer vanligvis i et polymerprodukt som ikke har noen tilsynelatende porestørrelse og er svellet av løsningsmidlet, mens mikrokapsler som har polymervegger fremstilt ved anvendelse av ikke-løsningsmidler har porestørrelser som er for store til å anvendes i praksis. Egnede løsningsmidler for foreliggende oppfinnelse kan være ufortynnede og ikke blandede løsningsmidler, egnede løsningsmidler kan imidlertid lett fremstilles ved å blande løsningsmidler og ikke-løsningsmidler eller alternativt ved å velge et egnet løsningsmiddel som har de ønskede egenskaper.

Egnede løsningsmidler og blandinger av løsningsmidler bestemmes lett for fremstilling av et gitt polymersystem ved å anvende forholdet: $\bar{S} = \bar{S}_0 \pm 0,8$, hvor $\bar{S}$ er løselighetsparameteren for løsningsmiddelsystemet og $\bar{S}_0$ er løselighetsparameteren for polymeren. Polymerer med lav porøsitet oppnås når løselighetsparameteren faller innenfor dette område. Løselighetsparameterne er omtalt i "Some Factors Affecting the Solubility of Polymers", P.A. Small, Journal of Applied Chemistry 3, 71 (1953) og også Harry Burnell, "Interchemical Review", 14, 3-16 31-46 (1955). For blandede løsningsmidler beregnes verdien av $\bar{S}$ lett ut fra additivt middel på vektbasis.

Særlig fordelaktig ifølge foreliggende oppfinnelse er anvendelsen av løsningsmidlet xylen. Xylen som et løsningsmiddel i kjernen av polyurea-mikrokapslene har vist seg å være ytterst fordelaktig. Tap av kjernemateriale kan minskes ved å fremstille en distinkt og tettere, d.v.s. mer tett, kompakt, skallstruktur for å redusere permeabiliteten.

Ved en foretrukket utførelsesform av fremgangsmåten kan kjernematerialet effektivt mikroinnkapsles ved grenseflatepolymerisasjon av et organisk isocyanat-utgangsmateriale ved en fremgangsmåte som anvender to hovedsakelig ikke-blandbare væsker, hvor én betegnes en vandig fase og den annen betegnes en organisk fase, og som omfatter etablering av en fysikalsk dispersjon av den organiske fasen i den vandige fasen. Den organiske fasen inneholder det organiske isocyanat-utgangsmateriale for kapselhuden eller kapselomhyllingen av polyurea, den aktive bestanddel og polymerløsningsmidlet. Grenseflatepolymerisasjon for fremstilling av kapselveggen omfatter hydrolyse av en isocyanatmonomer for fremstilling av et amin som deretter omsettes med en annen isocyanatmonomer for fremstilling av polyureaomhylling. Tilsetning av ytterligere reaktant er ikke nødvendig når dispersjonen danner dråper av organisk fase i en kontinuerlig flytende fase, d.v.s. vandig fase, er oppnådd. Deretter, og fortrinnsvis under moderat omrøring av dispersjonen, oppnås dannelsen av kapselhuden eller kapselomhyllingen av polyurea rundt de dispergererte organiske dråper ved oppvarming av den kontinuerlige flytende fasen eller ved å tilsette en katalytisk mengde av et basisk amin eller et annet middel som er i stand til å øke hydrolysehastigheten av isocyanat, slik som tri-n-butyltinnacetat, eventuelt i tillegg å justere pH av dispersjonen, og derved å oppnå den ønskede kondensasjon ved grenseflaten mellom de organiske dråpene og den kontinuerlige fasen.

På denne måten fremstilles helt tilfredsstillende, adskilte mikrokapsler som har en overflate eller yttervegg som består av polyurea fremstilt ved omsetningen og som inneholder innkapslet kjernemateriale og polymerløsningsmiddel. I løpet av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er omsetningen som gir overflaten eller innhyllingen for kapselen vanligvis avsluttet, slik at det i alt vesentlig ikke er tilbake uomsatt polyisocyanat. Dersom det anvendes et godt løsningsmiddel for polymer i kjernen, vil porestrukturen av mikrokapselen bli redusert og det vil

148703

derfor være en reduksjon i permeabiliteten av veggen. Dersom det anvendes et dårlig løsningsmiddel for polymer, vil veggen være mer porøs og permeabiliteten vil øke. Det er ikke nødvendig å adskille kapslene for ønsket anvendelse, d.v.s. det innkapslede materiale kan anvendes direkte, avhengig av hva det skal brukes til. Imidlertid kan slike adskillelser før anvendelse utføres ved hjelp av vanlige adskillelsesfremgangsmåter som omfatter f.eks. sedimentering, filtrering eller skumming av de oppsamlede kapsler, vasking og, om ønsket, tørking. Produktet ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen er særlig egnet for direkte anvendelser i landbruket, andre midler kan tilsettes slik som fortykningsmidler, biocider, overflateaktive midler og dispergeringsmidler for å forbedre lagringsstabiliteten og lette bruken. Den opprinnelige dispersjon av den organiske fasen i den vandige fasen kan lettes ved egnet emulgerings- eller dispergeringsmiddel, og regulering av størrelsen og jevnheten av de endelige kapslene påvirkes lett ved hvilken som helst egnet metode for å dispergere en væske i en annen.

Forbedrede mikrokapsler som har vegger av polyurea ble fremstilt ifølge oppfinnelsen. Oppfinnelsen illustreres ytterligere av de følgende eksempler.

Eksempel 1

Polymerløsningsmiddelteknikken ifølge foreliggende oppfinnelse ble anvendt for innkapsling av herbicidet "EPTAM" (EPTC), S-etyldipropyltiokarbamat. Formålet var å redusere tapet av aktiv bestanddel ved å gjøre veggen mindre permeabel, og å eliminere øket vann-penetrering inn i kjernemateriale. Xylen ble valgt som et godt løsningsmiddel for aromatisk polyureavegg.

Mikrokapsler ble fremstilt som følger:

Vann (300 ml) som inneholder 2,0% nøytralisert beskyttende kolloid av poly-(metylvinyleter/maleinsyreanhydrid) og 0,3% lineær alkoholetoksylat emulgator ble plassert i et åpent reaktorkar. I en separat beholder ble blandet sammen 270 g S-etyldipropyltiokarbamat (et herbicid), 68 g xylen, 18,2 g polymetylenpolyfenylisocyanat (PAPI) og 9,1 g tolylendiisocyanat (TDI 80% 2,4 og 20% 2,6). Denne blanding ble deretter tilsatt til reaktorkaret og emulgert ved hjelp av et røreverk som gir høye skjærkrefter. Det resulterende partikkelområde var ca. 5

til ca. 30 μm . Det var bare nødvendig med svak omrøring for resten av omsetningen. Temperaturen av reaktantene ble hevet til 50°C i løpet av 20 minutter. Temperaturen ble holdt ved 50°C i 2 timer og 40 min.

Det ble dispergert 3,5 g "Attagel 40" (attapulgitt clay), 14,0 g natriumtripolyfosfat og 0,35 g "Dowcide G" (natriumpentaklorfenat) inn i mikrokapseldispersjonen under høye skjærkrefter. pH ble justert til 11,0 med 3,5 ml 50% natriumhydroksyd.

Denne formuleringen dispergerer meget godt i vann og det kan observeres adskilte kapsler i et mikroskop. Disse kapslene har et vegginnhold på ca. 7,5%.

De fremstilte materialer blir bioanalysert ved å bestemme prosent gresskontroll etter 24 timers forsinket tilsetning. Under den 24 timer lange perioden fordampes EPTC normalt og gir derved vesentlig redusert herbicid virkning. Det er gjort en sammenligning mellom prøvene og et emulgerbart konsentrat som blindprøve. Alle materialene ble påført i en effektiv mengde på 0,114 g/m² a.i. Resultatene av forsøkene fremgår av tabell I.

Tabell I

Blanding: x 120 g EPTC/1	% vegg i mikro- kapsel	Forhold PAPI TDI	Forhold EPTC Xylen	Biologiske forsøk med fuktig jord % gresskontroll 0,114 g/m ²	
				0 time	24 timers forsinket tilsetning
EPTC 6*				99	42
EPTC 2**	25	2,0	Alt EPTC	98	80
EPTC 3**	17	2,0	" EPTC	99	35
EPTC ^a 3**	7,5	2,0	4,0	99	96
EPTC 3**	7,5	2,0	9,0	99	96
EPTC 3**	7,5	2,0	19,0	99	97
EPTC 2**	15	2,0	4,0	99	98

* = Emulgerbart konsentrat (ikke-mikrokapselsystem)

** = Mikrokapseldispersjon

a = Fremstilt i eksemplene

Disse resultater viser at flyktighetstapet av EPTC fra mikrokapslen øker markert når prosent vegg reduseres fra 25% til 17% i fravær av xylen. Dersom imidlertid xylen er tilstede får man utmerket forsinket tilsetningsaktivitet ved fuktig jord

selv med 7,5% veggssystem. Xylenet reduserer porestørrelsen i polyureaveggen og reduserer derfor dens permeabilitet overfor EPTC.

Når xyleninnholdet i mikrokapslen med tynn vegg (7,5% vegg) ble redusert fikk man en mindre distinkt vegg. Når xyleninnholdet i mikrokapsler med tynn vegg ble redusert til null, var det umulig å fremstille adskilte mikrokapsler med en distinkt vegg.

Eksempel II

På samme måte som i eksempel I ble herbicidet "RO-NEET", cykloot, S-etylcykloheksyletyltiokarbamat mikroinnkapslet. Formålet ved å anvende fremgangsmåten var å redusere fordampningstapet. Formuleringene og resultatene fremgår av tabell II.

Tabell II

Prøve nr.	Blanding: x 120 g/l RO-NEET	% vegg	Forhold PAPI TDI	Forhold RO-NEET Xylen	Biologiske forsøk med fuktig jord % gresskontroll (0,114 g/m ²)	
					<u>Tilsatt</u>	
					0 time	24 timer
1*	4	7,5	2,0	-	51	39
2*	3	7,5	2,0	4,0	17	28
3*	3	15,0	2,0	4,0	4	3
4*	4	15,0	2,0	-	51	49
5**	6E	-	-	-	42	1

* = 1-4-mikrokapseldispersjon

** = Emulgerbart konsentrat (ikke-mikrokapselsystem)

Formuleringene 1 og 4 er sammenlignbar med "RO-NEET" 6 E når det gjelder herbicid virkning og viser utmerket våt-jord-motstandsdyktighet fremfor formuleringen 6E. Prøvene 2 og 3 inneholder xylen i den organiske fasen. Dette gjør at veggen er mindre porøs og derfor mindre permeabel overfor herbicidet. Den lave prosent gresskontroll i prøvene 2 og 3 ved umiddelbar tilsetning viser virkningen av xylenet i den organiske fasen under mikroinnkapslingen for å fremstille en mindre porøs og således en mindre permeabel vegg.

Eksempel IIIEksperimentell fremgangsmåte

En 4 grams prøve av mikrokapselformuleringen R-20458 (4-etylphenylgeranyleterepoksyd) (som inneholder ca. 10% R-20458), ble fortynnet til 100 ml med deionisert vann, og deretter ble 2 ml av denne suspensjon fortynnet i 2 liter, med deionisert vann, og man får en 4 ppm løsning av R-20458 dersom alt giftstoff var frigjort fra kapslene. Etter 0, 15, 60 og 120 min. ble en prøve på 250 ml fjernet fra den omrørte suspensjonen, mikrokapslene ble fjernet ved filtrering og filtratet ble analysert på R-20458. To filtreringsmetoder ble anvendt i to adskilte forsøk. Suspensjonen ble filtrert gjennom et "Millipore"-filter, 0,65 μm , ved å anvende et nytt filter hver gang, eller ble filtrert gjennom en frisk filterkake av "Celite 454" på en vakuumtrakt. Begge fremgangsmåtene ble utført under svakt vakuum; filtreringen av 250 ml tar bare 1 til 2 min. for begge metodene.

148703

Tabell III

Innholdet av R-20458 av vannsuspensjoner av R-20458-mikrokapsler

<u>Prøve nr.</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
% vegg	7,5	25	7,5	7,5	7,5
PAPI/TDI	2,0	2	2,0	2,0	2,0
Løsningsmiddel	-	-	xylen	1,1,1-triklor- etan	Etylen- diklorid
(Løsningsmiddel/ R-20458 tekn.)			(2)	(2)	(2)

<u>Prøve</u>	<u>ppm R-20458</u>				
t = 0	0,2(,6) ^a	0,1	0,1	0,1	0,1
t = 15 min	1,1(1,2)	0,1	0,1	0,1	0,1
t = 60 min	1,5(1,8)	0,1	0,1	0,1	0,1(0,1)
t = 120 min	1,8(2,2)	0,1	0,1	0,1	0,17(0,2)

^a = Første verdi fra "Millipore"-filtreringen og annen verdi i () fra "Celite"-filtreringen. Bare én verdi er vist dersom verdiene var de samme i begge metoder.

Det insektjuvenile hormon passerer lett gjennom mikrokapsler med 7,5% vegg, men ble stoppet av mikrokapsler med 25% vegg og av løsningsmiddelholdige vegger fremstilt under mikrokapsling med et løsningsmiddel som er tilstede i den organiske fasen.

Eksempel IV

På samme måte som i eksempel I ble fremstilt mikrokapselformuleringer av tiokarbamaterbicide og motgift for denne, EPTC og N,N-diallyldikloracetamid, og bioanalyisert på våt jord. Bioanalysen ble utført for å undersøke prosent gresskontroll og prosent maisskade for å sammenligne mellom umiddelbar tilsetning og 24 timer forsinket tilsetning. Slik som tidligere reduserer nærværet av et løsningsmiddel, slik som xylen, i mikrokapselen under veggdannelsen i innkapslingssystemet størrelsen av mikroporene i polyureaveggen, og reduserer derved permeabiliteten av organiske molekyler gjennom mikrokapselveggen.

Tabell IV

Mikrokapselblandinger av EPTC + N,N-dialkyldikloracetamid

Prøve nr.	g Eptam 1	g motgift 1	Vektforhold i mikrokapsel ($\frac{\text{Eptam} + \text{motgift}}{\text{Xylen}}$)	% mikro- kapselvegg	PAPI TDI	% Gresskontroll ^{**} Tilsatt umiddelb. 24 tim.	% Mais-skade ^{**} PAG mais Tilsatt umiddelb. 24 tim.
1	360	30	4,0	7,5	2,0	99	0
2	360	30	9,0	7,5	2,0	100	0
3	360	30	19,0	7,5	2,0	100	10
4	360	30	Intet xylen	7,5	2,0	100	5
EPTC + motgift alene ^{***}	720	60		-	-	99	0
EPTC/6E alene ^{***}	720	-		-	-	99	0
11							

^{**} Anvendt mengde
0,114 g EPTC/m²
45,5 g motgift: N,N-diallyl-
dikloracetamid

^{***} Ikke-mikrokapselsystemer

^{**} Anvendt mengde²
0,228 g EPTC/m²
91 g motgift

og 0,114 g EPTC/m²
45,5 g motgift

Ytterligere 0,456 g EPTC/m² ble tilsatt
like før tilsetningen

148703

Dette forsøket indikerer at en reduksjon av xylen eller løsningsmiddelinnholdet i mikrokapselen vil forårsake øket flyktighetstap av motgiftskomponenten.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for fremstilling av forbedrede, adskilte mikrokapsler av polyurea som har distinkte vegger av polyurea dannet ved grenseflatepolymerisasjonen av en organisk fase som inneholder et polyisocyanat og en vannfase, k a r a k t e r i s e r t v e d at den organiske fase tilsettes et løsningsmiddel under mikroinnkapslingen som omfatter følgende trinn:

a) en organisk fase som omfatter et med vann ikke-blandbart materiale som skal innkapsles, tilsettes et løsningsmiddel som er i stand til å utelukke vann fra det organiske materiale og polyisocyanatet;

b) det dannes en dispersjon av den organiske fase i en vannfase som omfatter vann, et overflateaktivt middel og et beskyttelseskolloid; eventuelt justeres dispersjonens pH-verdi; og

c) de distinkte polymervegger av polyurea dannes ved grenseflatepolymerisasjon, som omfatter hydrolyse av polyisocyanatet under oppvarming, idet det anvendes et løsningsmiddel som tilfredsstiller følgende likning: $\xi = \xi_0 \pm 0,8$, hvor ξ er løselighetsparameteren for løsningsmidlet og ξ_0 er løselighetsparameteren for polymeren.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at det som løsningsmiddel i trinn a) anvendes xylen.