

(19) DANMARK



(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT** (11) **146011 B**



DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

(21) Patentansøgning nr.: 1971/72

(51) Int.Cl.³: **B 01 J 13/02**

(22) Indleveringsdag: 21 apr 1972

(41) Alm. tilgængelig: 23 okt 1972

(44) Fremlagt: 24 maj 1983

(86) International ansøgning nr.: –

(30) Prioritet: 22 apr 1971 IT 23494/71

(71) Ansøger: *ANIC S.P.A.; Palermo, IT, *PROTEZIONE RICERCA INDUSTRIALE S.A.; Lugano, CH.

(72) Opfinder: Ettore *Luzzatto; IT.

(74) Fuldmægtig: Internationalt Patent-Bureau

(54) **Mikrokapsel i form af et filament samt fremgangsmåde til dens fremstilling**

DK 146011 B

Opfindelsen angår en mikrokapsel i form af et filament, hvori et aktivt materiale er omsluttet af et beskyttelsesmateriale.

Fra beskrivelsen til dansk patentansøgning nr. 3427/69 (nu patent nr. 133 157) kendes filamentformede mikrokapsler af denne art. Det aktive materiale er her et enzym, som er fordelt i små hulrum som jævnt dispergerede dråber, der hver er fuldstændig omsluttet af beskyttelsesmateriale. Enzymet er derved hindret i at vandre ud gennem beskyttelsesmateriale, men kan trods dette udøve sin katalysatorvirkning på de reagenser, hvori filamentet bliver anbragt. Filamentet fremstilles ved spinding af et enkelt, fælles udgangsmateriale bestående af en homogen blanding eller emulsion af det aktive materiale og beskyttelsesmateriale med førstnævnte fordelt som dråber eller faste partikler. Denne fremstillingsteknik er ofte vanskelig at gennemføre og bekostelig, især ved små filamentdiametre, og mulighederne for at variere forholdet mellem mængderne af de to materialer er begrænset. I forbindelse hermed kan det volde vanskeligheder at opnå en mekanisk styrke af beskyttelsesmateriale, som er tilstrækkelig til at muliggøre håndteringen af filamenterne.

En mikrokapsel ifølge opfindelsen adskiller sig fra de kendte ved, at det aktive materiale udgør eller indgår som bestanddel af en kerne i form af en i filamentets længderetning sammenhængende streng, og at beskyttelsesmateriale ligger som en rørformet skal uden om strengen.

Idet således det aktive materiale og beskyttelsesmateriale hver for sig er sammenhængende i hele filamentets længde, kan mikrokapslerne problemfrit fremstilles ved kendt teknik til samtidig ekstru-

sion af en kerne og et omgivende skalformet hylster. Det er inden for vide grænser muligt at variere mængdeforholdet mellem materialerne og dermed opnå de mest hensigtsmæssige diametre af kernen og skallen, specielt med henblik på sidstnævntes mekaniske styrke. Først når skallen fjernes, gennembrydes eller på anden måde destrueres lokalt eller i sin helhed, bliver det aktive materiale i kernen frigjort. Ved passende valg af skallens materiale og tykkelse kan frigørelsen ske ved et bestemt tryk, en forudbestemt temperatur eller ved tilstedeværelsen af et bestemt fysisk eller kemisk opløsningsmiddel.

Skallen kan ifølge opfindelsen bestå af et polymert materiale, fortrinsvis en syntetisk lineær polymer, som er orienteret i filamentets længderetning. Sådanne materialer giver filamentet høj styrke i længderetningen og væsentlig lavere tværstyrke, hvilket kan lette opdelingen af filamentet i kortere stykker.

Ifølge opfindelsen kan kernen have en sammensat opbygning og i væsentlig grad bidrage til kapslens mekaniske modstandsdygtighed. Kernen kan specielt være sammensat af et ydre lag af det aktive materiale og et centralt bærelag, som kan have vilkårlige kemiske egenskaber.

Tværmålet af en mikrokapsel ifølge opfindelsen vil som regel ligge mellem 15 og 40 μm , men kan til visse anvendelser gå op til omkring 100 μm eller endnu mere. Tværsnittet er fortrinsvis cirkulært.

Opfindelsen angår også en fremgangsmåde til fremstilling af mikrokapslerne, og fremgangsmåden er ejendommelig ved, at separat tilført skalmateriale og kernemateriale indeholdende det aktive materiale ekstruderes samtidig i fluid tilstand gennem koncen-

triske eller excentriske dyser, og at i det mindste skalmaterialet bringes til størkning, uden at kontinuiteten afbrydes. En excentrisk placering af kernen medfører en tilsvarende svækkelse af skallens styrke i

5 en langsgående linie og kan derved lette gennembrydning af skallen ved mekanisk påvirkning, hvilket ellers kan være vanskeligt ved meget tynde filamentter.

Ifølge opfindelsen foretrækkes det, at skalmaterialet og kernematerialet har samme viskositet under

10 ekstrusionen. Dette gælder især, når kernen ligger excentrisk i forhold til skallen, hvis tykkelse derfor varierer langs tværsnittets omkreds med deraf følgende uens størkningsforhold.

Generelt ekstruderes skalmaterialet i smeltet

15 eller højviskos tilstand ind i en organisk eller uorganisk væske. I det første tilfælde hærder skallen ved køling og i det andet tilfælde ved, at opløsningsmidlet fordampes eller ekstraheres i et koaguleringsbad.

20 Skalmaterialet har ved ekstrusionen typisk en viskositet mellem ca. 10.000 og ca. 40.000 mikropoise.

Ved højere viskositet kan der være tale om plastificerede masser snarere end ægte polymere opløsninger. Med henblik på opnåelse af en lignende

25 viskositet for det aktive materiale i kernen kan man gå frem på forskellig måde i overensstemmelse med naturen af selve materialet.

I ét tilfælde kan materialet være en vandig opløsning af et salt eller et andet vandopløseligt

30 stof, og opløsningen kan da gøres højviskos ved hjælp af et passende fortykkelsesmiddel, f.eks. polyvinylalkohol, en kendt gummi eller et cellulosederivat. Ved anvendelse af polyvinylalkohol med en passende molekylvægt kan man let opnå en viskositet

35 på 30.000 til 40.000 mikropoise ved stuetemperatur. Lignende foranstaltninger kan også benyttes med organiske opløsningsmidler.

I et andet tilfælde kan der anvendes et klæbende eller gummiagtigt materiale eller et materiale, som ikke bliver flydende ved stuetemperatur, og i dette tilfælde er det muligt, at materialet under
5 varmekstrusionsbetingelser allerede vil have den ønskede fluiditet og viskositet. Alternativt kan man smelte materialet eller plastificere det ved hjælp af et egnet organisk opløsningsmiddel. Når fremstillingen af filamenterne sker ved stuetemperatur eller nær
10 ved denne, bibeholdes de reologiske egenskaber, som kernen har på ekstrusionstidspunktet, generelt i de færdige filamenter. Det kan dog tænkes at de ændres, når processen, som frembringer hærdeningen af skallen, har indvirkning på kernen, som f.eks. ved hærdening
15 i et koagulationsbad, der ekstraherer en del af opløsningsmidlet i kernen, eller når et opløsningsmiddel trænger ind i skallen for til slut at blive ekstraheret derfra eller fordampe eller at forblive inde-sluttet i skallen.

20 Hvis ekstrusionen derimod finder sted ved højere temperatur, vil de reologiske egenskaber af kernematerialet ved stuetemperatur være modificerede, og materialet vil generelt blive fortykket, eventuelt helt størkne. Kernen kan være fremstillet af et mate-
25 riale med en sådan smeltetemperatur i forhold til ekstrusionstemperaturen, at materialet har de ønskede reologiske egenskaber på ekstrusionstidspunktet og derefter er fast ved stuetemperatur. Materialet må i al fald have sådanne reologiske egenskaber, at
30 en reduktion af filamenttværsnittet under fremstillingen bliver mulig. Denne tværsnitsreduktion sker uundgåeligt efter afgang fra spindedyserne.

De flydende filamenter kvalder generelt ved afgang fra spindedysen, men derefter reduceres tvær-
35 snittet som følge af filamenternes opspoling. Fila-

mentets tværsnit kan yderligere reduceres ved en efterfølgende koldstrækning i luften eller i et opløsningsmiddel eller ved en temperatur, som er højere end stuetemperatur, men lavere end smeltetemperaturen.

For at vende tilbage til sammensætningen af kernen kan det aktive materiale foreligge i fast tilstandsform og være indesluttet i et bæremateriale, som i sig selv har de ønskede reologiske egenskaber, navnlig den rigtige viskositet under ekstrusionsbetingelserne. Bærematerialet kan også her være vand eller en vandig opløsning, som hensigtsmæssigt er fortykket med et fortykkelsesmiddel eller med en plastificeret polymer, eller det kan være opløst i et organisk opløsningsmiddel eller i et flydende materiale, som har den korrekte viskositet i ekstrusionstilstanden og er fast ved stuetemperatur.

Opfindelsen forklares i det følgende nærmere under henvisning til den rent skematiske tegning, på hvilken

fig. 1 viser et snit i en spindedyse til fremstilling af et filament ifølge opfindelsen med koncentrisk opbygning,

fig. 2 et lignende snit i en dyse til fremstilling af et filament med excentrisk opbygning,

fig. 3 et snit i en spindedyse, der navnlig er egnet til ekstrusion af materialer med meget forskellig viskositet og i det viste tilfælde til fremstilling af filamenter med excentrisk opbygning,

fig. 4 et apparat til hældning af skallen i et koaguleringsbad, og

fig. 5 og 6 tværsnit gennem filamenter med henholdsvis koncentrisk og excentrisk opbygning.

Fremstillingen af filamenter af koncentrisk opbygning og med en kerne 6 og en skal 7 som vist i fig. 5 kan ske i en ekstrusions-spindedyse som den i fig. 1 viste, hvor kernematerialet leveres fra en første volumetrisk pumpe til et hul 10 i en plade 11, medens skalmaterialet leveres af en anden volumetrisk pumpe til et hul 12 i pladen 11 og gennem en spalte 13 mellem denne og en anden plade 14 til et hul 15 i pladen 14.

10 Hullerne 10 og 15 udmunder i spindedyser 16 og 17. Materialet, som ekstruderes gennem dysen 16, danner en flydende tråd, som fortsætter ind i hullet 15, hvor den omgives af skalmaterialet, og det sammensatte filament ekstruderes gennem dysen 17.

15 Ved ekstrusion i varm tilstand refererer de reologiske egenskaber af de pågældende materialer til ekstrusionstemperaturen.

Et excentrisk tværsnit med en kerne 8 og en skal 9 som vist i fig. 6 fremstilles i et apparat som det i fig. 2 viste, hvor de forskellige dele har samme henvisningstal som i fig. 1 med tilføjet index, og hvor akse for hullet 10' og dysen 16' er forskudt i forhold til akse for hullet 15' og dysen 17'.

25 En bedre styring af tværsnittet, navnlig ved en meget fluid kerne, kan som vist i fig. 3 opnås ved udformning af den inderste dyse som et rør 26, som enten kan slutte i den omgivende dyse 27 eller, specielt ved en excentrisk kerne, rage ud gennem denne dyse som vist i fig. 3, hvor røret slutter ved kvældepunktet for skalmaterialet.

30 Med en sådan spindedyse er forholdet mellem viskositeterne af kernematerialet og skalmaterialet mindre kritisk, og i praksis kan der fremstilles fi-

lamenter med en meget fluid kerne, navnlig hvis opbygningen er koncentrisk og dysen 26 derfor er koaksial med dysen 27.

5 Dette arrangement er især hensigtsmæssigt, hvis de færdige filamenter skal have en diameter på 100 μm eller mere.

Diameteren af dysen 17, 17' eller 27 for skallen står i forhold til den ønskede diameter af det færdige filament, og i almindelighed er det med dyse-
10 diametre på mellem 60 og 350 μm , afhængigt af materialerne, muligt ved tværsnitsreduktion at fremstille filamenter med en diameter fra 10 til 40 μm .

Diameteren af dysen 16, 16' eller 26 er i reglen, men ikke nødvendigvis, en smule mindre.

15 Tværsnitsreduktioner eller -forøgelser opnås ved styring af de ekstruderede filamenters opsamlingshastighed, således som det skematisk er vist i fig. 4. Et filamentbundt 30 ekstruderes gennem en spindedyse med flere hulsæt som de i fig. 1-3 viste ind
20 i et koaguleringsbad 31, hvor bundtet føres over ledevalser 32 og 33 og eventuelt undergår en tværsnitsformindskelse, hvorefter det føres over et system af skrå ledevalser 34 til et system af skrå strækvalser 35. Valserne 35 roterer med en flere
25 gange så høj hastighed som valserne 34 og frembringer derved en yderligere strækning af filamenterne enten koldt i luften som vist eller varmt eller i en væske eller i vanddamp.

Fra valserne 35 fortsætter filamenterne til
30 et opsamlingsorgan. Ved koagulation af skallen ved opløsningsmiddelekstraktion aftager skalvolumenet betydeligt ved at f.eks. 80 vægt% af den ekstruderede viskose opløsning ekstraheres og forbliver i koagulationsbadet, hvis skallen består af en 20
35 vægt% polymeropløsning.

Dette medfører en reduktion af skaltykkelsen, som overlejres på den formindskelse (eller forøgelse) af tykkelsen, der skyldes forholdet mellem hastigheden af filamenterne i valsesystemet 34 og den hastighed, som filamenterne har ved afgang fra spindedyden, og som er bestemt af portioneringspumperne, som presser den viskose opløsning gennem spindedyden. Derfor må koagulationen styres nøjagtigt med henblik på undgåelse af små revner i kernens yderzone, som ikke udsættes for påvirkningen fra koaguleringsbadet. Som nævnt i det foregående er det dog ikke udelukket, at den kan udsættes for denne påvirkning, enten direkte fordi kernen indeholder en væske, som kan ekstraheres af koaguleringsbadet, eller indirekte fordi en komponent af kernen vandrer fra kernen ud i skallen.

I nogle tilfælde kan sammentrækningen af skalmaterialiet udnyttes til forsætlig svækkelse af skallen med henblik på at lette dens brydning og kernematerialets frigørelse under forudbestemte betingelser.

Materialiet i skallen er som nævnt i det foregående i reglen en syntetisk lineær polymer, f.eks. regenereret cellulose, en ester eller andre derivater af cellulose, et polyamid, en polyester, en acrylpolymer, en chlorvinyl-, acetovinyl- eller polyvinylalkohol, et planteprotein eller en polyolefin, hvorved materialet naturligt vælges med hensyntagen til dets forlidelighed med kernematerialet, dets reologiske egenskaber, ekstrusionsbetingelserne, dets smeltepunkt samt dets mekaniske egenskaber, dvs. i relation til kernematerialets fremstillings- og conserveringsbetingelser.

Som nævnt i det foregående kan praktisk taget ethvert aktivt materiale eller en vilkårlig kombination af aktive materialer og bærematerialer komme i betragtning som kernemateriale, herunder monomere, 5 som skal omsættes for at danne polymere, reaktive katalysatorer eller acceleratorer, forbindelser, som skal omsættes for at danne farvestoffer, klæbestoffer eller klæbestofforbindelser, faste materialer med katalysatorfunktioner eller andre funktioner, 10 slibematerialer, pigmenter, trykfarver samt materialer med biologiske funktioner.

De fremstillede filamentlignende mikrokapsler kan benyttes som de foreligger i endeløse længder, eller de kan opdeles i stykker af en længde på op 15 til 1 meter eller mere eller ned til nogle centimeter eller millimeter.

Til mange anvendelsesformål monteres mikrokapslerne på todimensionale legemer, som folier eller plader. I disse tilfælde fungerer hvert filament som et stort antal sammenhængende mikrokapsler 20 med tilsvarende stort indhold af aktivt materiale, og filamentet kan placeres i todimensional form ved en vilkårlig egnet fremgangsmåde.

Navnlig hvis filamentet er kruset, hvilket 25 især kan forekomme, når det har en excentrisk opbygning, frembyder dette generelt ikke nogen vanskelighed. Flere filamenter ifølge opfindelsen kan sammenføjes, blandes, væves, arrangeres og manipuleres på en vilkårlig ønsket måde, og generelt kan de danne 30 selvbærende opbygninger.

Et typisk anvendelsesområde findes i klæbetechnikken, når det aktive kernemateriale har klæbende egenskaber. I dette tilfælde kan et lag af filamenter

placeres mellem to lag, der skal sammenklæbes, og lagene kan udsættes for tryk- eller varmepåvirkning eller fortrinsvis begge dele, f.eks. ved en kalandreringsproces, hvorved der sker frigørelse af klæbestoffet.

I dette og i andre tilfælde kan skalmaterialet og kernematerialet være indbyrdes indifferente materialer under fremstillingsbetingelserne og først reagere under brugsbetingelserne til frigørelse af kernen, f.eks. fordi der under disse betingelser hersker en højere temperatur eller fordi en katalysator eller accelerator er til stede. Et andet typisk anvendelsesområde er fremstilling af harpiksmaterialer ved omsætning af monomere komponenter i nærvær af katalysatorer og acceleratorer. Derved kan en eller flere af de monomere komponenter eller katalysatoren eller acceleratoren eller alle disse materialer fremstilles, opbevares og blandes med filamenternes kernemateriale.

Filamenterne kan benyttes til afgivelse af et fluidt materiale, f.eks. ved dannelse af et bundt af filamenter, der sammenføjes til en tynd stav, som er tilstrækkelig sammenhængende, og hvis spids kan gnides mod en fast flade. Det flydende materiale i filamenterne kan da absorberes af den faste overflade, hvis denne er tilstrækkelig porøs. Hvis filamenternes skal er tilstrækkelig skør, forbruges den gradvis ved friktionen og frigør kernematerialet, også selv om dette ikke er særlig fluidt. På denne måde kan der fremstilles skriveinstrumenter eller instrumenter, som afgiver en passende mængde reaktionsdygtigt materiale, der omsættes med et i et papirark absorberet materiale eller et andet behandlet materiale og forårsager skrivning ved hjælp af far-

veudvikling af samme tykkelse i arkmaterialet. På lignende måde kan der ved sammenføjning af filamenter med en kerne, som indeholder et slibemiddel, fremstilles en slibestift. Skallen kan da være af et materiale, som er tilstrækkelig skørt, men ikke særlig hårdt, og slibematerialet kan være yderst finkornet, hvorved der opnås særlig glatte overflader.

Når filamenterne skæres i korte længder, kan de finde anvendelse i papirindustrien, hvor de kan behandles som cellulosefibre og indgå i papiret, hvor de kan frembringe de mest forskellige virkninger, f.eks. ved varmepåvirkning eller i nærvær af gasser og væsker, som er i stand til at angribe filamenternes skaller.

Opfindelsen belyses i det følgende nærmere ved hjælp af eksemplar.

Eksempel 1.

I dette eksempel fremstilles filamenter, i hvilke det aktive materiale består af et salt, som er opløseligt i vand. En vandig saltopløsning fremstilles med den ønskede koncentration. Til denne opløsning sættes 10% polyvinylalkohol på en sådan måde, at der opnås en viskositet på ca. 30.000 mikropoise. Separat fremstilles en normal opløsning af cellulosexantogenat, som også benyttes ved fremstilling af viskoserayon. En spindedyse med 80 huller benyttes som vist i fig. 1. Fra kanalen 10 udpumpes den tykke, vandige opløsning, og fra kanalen 12 viskoseopløsningen, som også har en viskositet på ca. 30.000 mikropoise. Mængdeforholdet mellem komponenterne er 1 volumen kernemateriale pr. 0,7 volumen skalmateriale, idet sidstnævnte materiale beregnes i tør tilstand. Diameteren af dysen 17 er 120 μm , medens dysen 16's

diameter er 60 μm . Filamenterne ekstruderes i et saltbad som det sædvanligt benyttede ved fremstilling af viskoserayon. Filamenterne opsamles på en roterende spole med en sådan hastighed, at der ikke frembringes tværsnitsreduktion. Den sædvanlige efterbehandling

5 ved forarbejdning af rayon til viskose kan benyttes, idet man dog kan udelade blegningen. Der opnås filamenter, som i tør tilstand har en yderdiameter på 25 μm .

10 Diameteren kan bestemmes efter ønske inden for visse grænser afhængigt af filamenternes opsamlingshastighed og udportioneringspumpernes kapacitet.

Eksempel 2.

Med henblik på at opnå filamenter med en klæbende kerne fremstilles en polyisobutylenopløsning

15 i carbondisulfid med en viskositet på 10.000 mikropoise.

Der fremstilles en opløsning af 20% polyacrylonitril eller en opløsning af en acrylonitrilcopolymer

20 i dimethylformamid.

De to viskose opløsninger ekstruderes, den første som en kerne, den anden som en skal, gennem en spindedyse i lighed med den i fig. 1 viste, med en diameter af dysen 17 på 150 μm og en diameter af

25 dysen 16 på 80 μm . Vægtforholdet mellem de to opløsninger er 1 del af den første til 2,5 dele af den anden, og filamenterne ekstruderes i et vandigt koaguleringsbad, som er fremstillet af 75% vand og resten dimethylformamid.

30 Filamenterne undergår derefter de sædvanlige behandlinger for polyacrylonitrilfilamenter, herunder en total strækning på 1:5, vaskning og tørring.

Der opnås filamenter med en yderdiameter på 20 μm , og denne diameter kan varieres ved påvirkning

35 af ekstrusionsmængderne og opsamlingshastigheden.

Eksempel 3.

En fedtsyre med mere end 4 carbonatomer indsluttes i en kapsel, f.eks. af stearinsyre, ved ekstrusion af fedtsyren i smeltet tilstand som en kerne fra
5 en spindedyse som den i fig. 3 viste gennem et dyserør 26 med en indre diameter på 100 μm .

Skalmaterialet er lavtrykspolyethylen.

Diameteren af dysen 27 er 500 μm , og ekstrusionstemperaturen er 130°C.

10 Volumenforholdet mellem kernen og skallen er 1:0,6. Køling ved 80° bringer skallen til størkning, og filamenterne kan koldstrækkes. Køling ved stuetemperatur bringer også kernen til størkning.

Dette eksempel foretrækkes til fremstilling
15 af filamenter med temmelig stor diameter, f.eks. 100 μm .

Eksempel 4.

Der gås frem som i eksempel 1, men som kerne benyttes en suspension af fast materiale, der er uopløseligt i vand og har en middeldkornstørrelse på 2 μm
20 og en maksimal dimension på 5 μm , i en vandig opløsning af 10% polyvinylalkohol eller et andet fortykelsesmiddel såsom et cellulosederivat, som giver en tilsvarende viskositet. Ekstrusionen kan udføres med
25 en koncentrisk eller en excentrisk spindedyse (fig.2).

Hvis kornstørrelsen af det faste materiale er betydelig højere end den nævnte, kan såvel diameteren af spindedysehullerne som de færdigforarbejdede filamenteres diameter forøges.

30 Eksempel 5.

I dette eksempel fremstilledes filamenter, hvis aktive materiale bestod af et enzym "invertase", som kan katalysere saccarosehydrolysen til glucose og fructose.

En vand-glycerolopløsning af invertase blev benyttet (koncentreret BDH invertase). Der blev fremstillet en 10% opløsning af celluloseetriacetat i methylenchlorid. De ovennævnte opløsninger blev ekstruderet i et koaguleringsbad bestående af toluen, den første opløsning som kerne og den anden som skal, gennem en spindedyse som den i fig. 1 viste med en diameter af dysen 17 på 140 μm og en diameter af dysen 16 på 80 μm , idet vægtforholdet mellem de ovennævnte to opløsninger var 1:5.

Filamenterne blev underkastet en meget svag strækning og holdt under vakuum i den til fjernelse af toluen og methylenchlorid nødvendige periode. En filamentmængde svarende til 1 g tørret materiale blev ført ind i en beholder indeholdende 20% saccharoseopløsning i en acetatpuffer ved pH 4,5.

Blandingen blev omrørt og holdt ved 25°C, og omdannelsen blev målt ved hjælp af et polarimeter.

Der blev omdannet 900 mg saccharose pr. minut.

20

P A T E N T K R A V

1. Mikrokapsel i form af et filament, hvori et aktivt materiale er omsluttet af et beskyttelsesmateriale, k e n d e t e g n e t ved, at det aktive materiale udgør eller indgår som bestanddel af en kerne i form af en i filamentets længde sammenhængende streng, og at beskyttelsesmaterialet ligger som en rørformet skal uden om strengen.

2. Kapsel ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at skallen har væsentlig større mekanisk modstandsdugtighed end kernen.

3. Kapsel ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved, at skallen består af et polymert materiale, fortrinsvis en syntetisk lineær polymer, som er orienteret i filamentets længderetning.

4. Kapsel ifølge ethvert af kravene 1-3, k e n d e t e g n e t ved, at kernen har en sammen-sat opbygning og i væsentlig grad bidrager til kapslens mekaniske modstandsdygtighed.

5 5. Kapsel ifølge ethvert af kravene 1-4, k e n d e t e g n e t ved, at skallen er lukket for enderne.

6. Fremgangsmåde til fremstilling af en mikro-kapsel ifølge ethvert af kravene 1-5, k e n d e t e g-
10 n e t ved, at separat tilført skalmateriale og kerne-materiale indeholdende det aktive materiale ekstru-deres samtidig i fluid tilstand gennem koncentriske eller excentriske dyser, og at i det mindste skal-materialet bringes til størkning, uden at kontinui-
15 teten afbrydes.

7. Fremgangsmåde ifølge krav 6, k e n d e -
t e g n e t ved, at skalmaterialet bringes til størk-ning ved køling, ved opløsningsmiddelfordampning el-ler opløsningsmidelelekstraktion i et bad eller ved
20 kemisk omsætning med et omgivende fluidt materiale.

8. Fremgangsmåde ifølge krav 6 eller 7, k e n d e t e g n e t ved, at skalmaterialet og ker-nematerialet under ekstrusionen har samme viskositet.

9. Fremgangsmåde ifølge ethvert af kravene
25 6-8, k e n d e t e g n e t ved, at de ekstruderede filamenter underkastes en kraftig tværsnitsreduktion før og/eller efter størkningen.

10. Fremgangsmåde ifølge krav 8, k e n d e -
t e g n e t ved, at kernematerialets og/eller skal-materialets viskositet forøges ved tilsætning af et
30 fortykkelsesmiddel.

Fremdragne publikationer:

DK ans.nr. 6305/67 (patent 121725), 3427/69 (patent 133157)
DE fremlæggeskrifter nr. 1047984, 1277508.

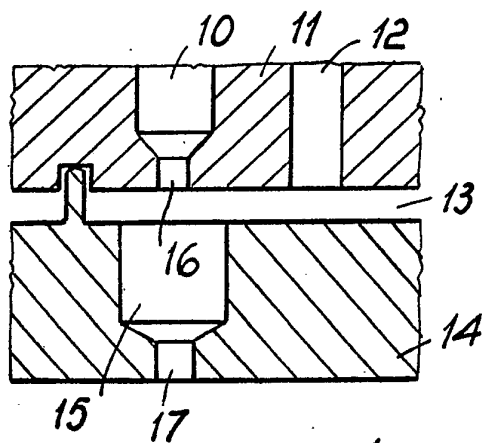


Fig. 1

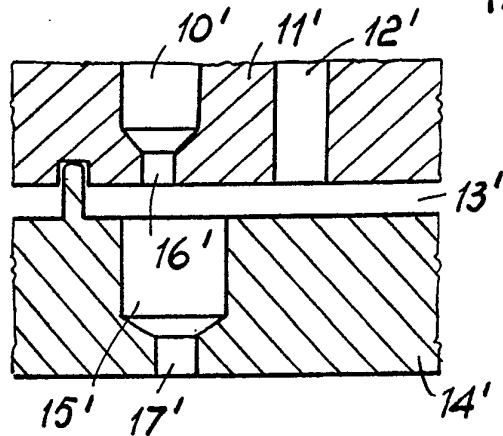


Fig. 2

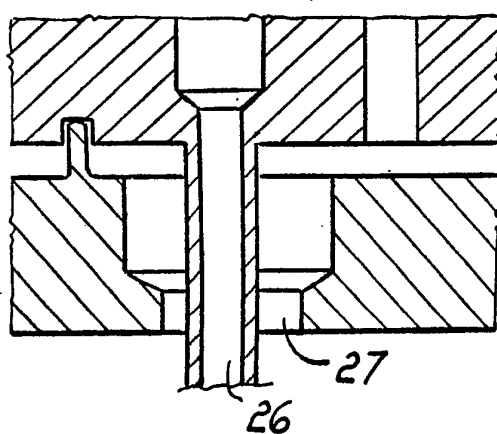


Fig. 3

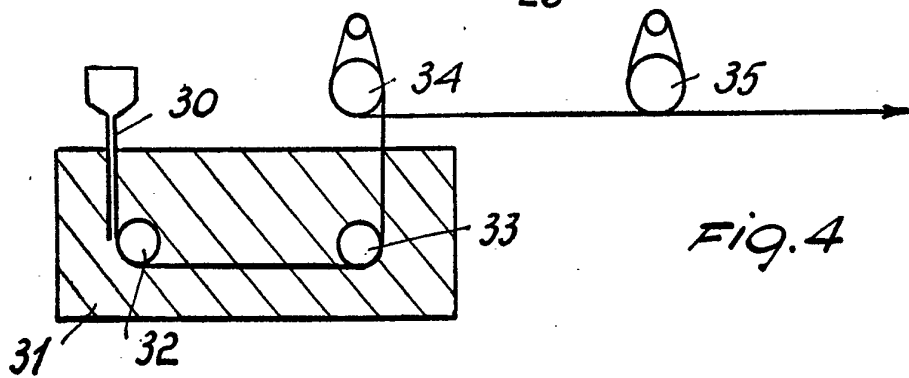


Fig. 4

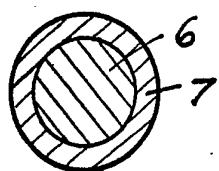


Fig. 5

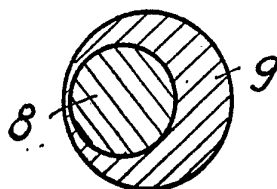


Fig. 6