申請日期	86.1.21
案號	86100583
類別	C05G 3/00 Int. Cl[6]

（以上各欄由本局填註）

公告本

A4
C4

464640

發明 ~~新型~~ 專利說明書

一、發明 ~~新型~~ 名稱	中文	被覆肥料之製造方法
	英文	PROCESS FOR MAKING A COATED FERTILIZER
二、發明 ~~創作~~ 人	姓名	(1)中村宏　(2)南部文男
	國籍	日本國
	住、居所	(1)日本國茨城縣土浦市乙戶南3-13-8 (2)日本國愛媛縣周桑郡丹原町久妙寺211
三、申請人	姓名（名稱）	住友化學工業股份有限公司
	國籍	日本國
	住、居所（事務所）	日本國大阪市中央區北浜4丁目5番33號
	代表人姓名	香西昭夫

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

464640

（由本局填寫）

承辦人代碼：	
大　　類：	
ＩＰＣ分類：	

A6
B6

本案已向：

日本 國（地區） 申請專利，申請日期： 案號： ，□有 □無主張優先權

1996年 1月 23日 特願平 8-008942

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（1）

發明所屬的技術領域

本發明係有關緩效性（亦稱作遲效性）粒狀肥料之製造方法，尤指藉由氨基甲酸酯樹脂或環氧樹脂予以樹脂被覆的緩效性肥料之製造方法。

習知技術

用樹脂或蠟、或硫黃等被覆粒狀粒子使成膠囊化以控制肥料之溶出速度之所謂緩效性肥料，其歷史久遠，例如日本特公昭40-28927號公報、特公昭44-28457號公報、特公昭37-15382號公報或特公昭42-13681號公報等，即揭示有各種被覆材料或被覆方法。至於由被覆材為多元異氰酸酯化合物及多元醇化合物之反應物而成的氨基甲酸酯樹脂之被覆肥料，揭示於美國專利第3,264,089號公報，而同樣的，環氧樹脂被覆材則揭示於美國專利第3,264,088號公報。至於以氨基甲酸酯樹脂為被覆材之被覆肥料之製造方法方面，於日本特表平1-500661號公報則揭示有以使異氰酸酯化合物過量反應於尿素肥料表面上以形成基層之被覆層（base coat），並於其上使多元醇化合物反應於上述過量的異氰酸酯基為特徵之技術。於日本特表平7-500560號公報，則揭示有將多元異氰酸酯化合物及多元醇化合物之混合樹脂進行各層為10～30μm之塗布，以胺霧（amine mist）處理並使各層硬化為特徵之技術。

然而，利用該等技術，並未能充分滿足塗膜被控制成較少缺陷的肥料溶出之目的，或製造方法上亦需經由複雜的裝置，步驟，工業規模的製造上有多種不利的方面。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（2）

發明欲解決的課題

本發明之目的，係提供以熱固性樹脂被覆的無塗膜缺陷之緩效性被覆肥料之製造方法，較有利於工業規模的製造。

解決課題的手段

本發明人等，為解決上述課題，經精心研究結果完成本發明。本發明係如下所述，亦即

1.於以熱固性樹脂被覆的粒狀被覆肥料之製造方法，其特徵在於以下列步驟順序而成：

（1）將粒狀肥料製成轉動狀態的步驟、

（2）於處於該轉動狀態的粒狀肥料上添加層厚成1至10μm之量的液狀未硬化熱固性樹脂之步驟、

（3）保持著該粒狀肥料之轉動狀態，而以該未硬化熱固性樹脂被覆各肥料粒子表面之步驟、

（4）保持著該粒狀肥料於轉動狀態、使該未硬化熱固性樹脂硬化的步驟、

（5）進一步重複上述（1）至（4）之步驟1次或1次以上的步驟而成者。

2.如上述1之被覆肥料之製造方法，其特徵在於熱固性樹脂為環氧樹脂或胺酯樹脂。

3.如上述2之被覆肥料之製造方法，其特徵在於胺酯樹脂係由以多元異氰酸酯化合物、多元醇及胺催化劑為必須成分而成者。

4.如上述1、2或3之被覆肥料之製造方法，其特徵在於熱

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（3）

固性樹脂之被覆加工溫度之凝膠時間為5分鐘以下。

發明之實施態樣

以下，詳細說明本發明。

將粒狀肥料製成可轉動態的步驟之方法，其裝置上並未予特別限制，惟可採用公知、慣用者，惟可例示有盤型、轉鼓型等之轉動造粒機或糖衣機、轉動流動層型或流動層型之被覆機等。而且，以該裝置附設有加溫設備者，較適用於被覆加工之高精度化或加工時間之調整。

所使用的粒狀肥料，不論為習知的肥料之粒狀物之任一種均可。其具體例，可例舉：尿素、硫酸銨、氯化銨、磷酸銨、硝酸銨、石灰氮、硝酸鈉、乙醛縮合尿素等之氮質肥料、燒成磷肥、重加磷酸石灰、混合磷酸肥料等磷酸質肥料、氯化鉀、硫酸鉀苦土、碳酸氫鉀、矽酸鉀肥料等之鉀質肥料、磷酸鉀肥料、硝酸鉀肥料等之化成肥料、或有機質肥料等；進而將該等肥料之混合物藉由本身公知的方法造粒的粒狀肥料。粒狀肥料之粒徑並未予特別限定。惟以1～5㎜為製造上較佳的範圍。

以下說明所使用的熱固性樹脂。熱固性樹脂，可使用公知者，具體而言，則可列舉計有：環氧樹脂、不飽和聚酯樹脂、酚樹脂醇酸樹脂、二甲苯樹脂、三聚氰胺樹脂、呋喃樹脂、矽氧樹脂等之熱固性樹脂，視必要時自該等之中選擇二種以上並予混合使用亦可。該等之中，由作業性，性能方面觀之以環氧樹脂或胺酯樹脂為較佳，以於多元異氰酸酯樹脂及多元醇化合物中配合有胺催化劑之氨基甲

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（4）

酸酯（urethane）樹脂為尤佳。

就氨基甲酸酯樹脂進一步說明之，則氨基甲酸樹脂為藉由多元異氰酸酯化合物及多元醇化合物經反應並予三次元交聯的樹脂之總稱，惟本發明所指的未固化氨基甲酸酯樹脂，係指該多元異氰酸酯化合物及該多元醇化合物之混合物，完全未經反應或將未予三次元化的程度事先使部分反應者。為促進反應，而可先添加催化劑一事亦為有用的技術。至於該未固化樹脂之形態，亦可為無溶劑型、溶液型、水系乳液型等之任一者，惟尤以無溶劑型且在加工溫度時為液狀者較適合。

多元異氰酸酯化合物並未予特別限定，惟若予具體的例示時，則可例舉計有：甲苯二異氰酸酯（亦稱作TDI）、二苯基甲烷二異氰酸酯（亦稱作MDI）、萘二異氰酸酯、聯甲苯胺異氰酸酯、六亞甲二異氰酸酯、異佛爾酮二異氰酸酯、二甲苯二異氰酸酯等。視必要時可採用該等之混合物。其中，以MDI或TDI或由該等衍生的寡聚體較適合使用。

至於多元醇化合物方面，並未予特別限定，惟可列舉計有採用例如多元醇、胺基醇、胺作為引發劑，對環氧乙烷或環氧丙烷經予聚加成而得的聚醚聚醇、對四氫呋喃經予聚合而得的聚四亞甲醚二醇等之聚醚型多元醇、多元醇及聚醚多元醇與羧酸化合物經予反應等方法而得的聚酯型多元醇等。此外，考慮生物分解性時亦可採用含有OH基之天然物或其改質物。

至於反應催化劑，可採用公知慣用者，惟具體的例示

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（5）

之，則以三伸乙二胺、N-甲基嗎福林、N,N-二甲基嗎福林、二吖雙十一碳烯、2,4,6-叁（二甲基胺甲基）酚等胺催化劑較適合使用。

再者，視必要，亦可使用顏料或染料、或滑石粉、雲母、矽石、碳黑、樹脂粉末等無機，有機粉粒體填充劑。

本發明之製造方法包括將在轉動狀態之粒狀肥料設定於指定的加工溫度之步驟。至於加工溫度，上述未固化樹脂之凝膠時間在5分鐘以內，更宜在3分鐘以內。對添加上述未固化樹脂並予被覆於在該轉動狀態之粒子上的步驟，係藉由將事先配合、混合有硬化劑或催化劑之樹脂組成物予以滴下、噴霧等方法而投入者。或亦可為分別添加主劑、硬化劑、催化劑等並以樹脂被覆肥料粒子之際使各成分混合的方法。

且，對經予被覆的樹脂之黏度，為於短時間內均勻的被覆粒狀肥料；以於被覆步驟之溫度時之該未硬化樹脂之被覆初期之黏度為由5CP至500CP之範圍內為佳；以自10CP至100CP之範圍為最佳。

一次投入的樹脂量係予調整成經予被覆的膜厚在1～10μm。以在2μm以上6μm以下之範圍為最佳。在1μm以下時，被覆次數過多則不利於工業規模的製造。另一方面，若膜厚在10μm以上時，則會產生以下的問題。

將液狀的未硬化樹脂投入於轉動狀態之肥料，首先由於粒子之轉動會於粒子表面上形成均勻的未硬化樹脂層，同時進行樹脂之硬化反應。此時，樹脂會隨著反應之進行

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（6）

而慢慢增加黏度、形成帶有電絲性。此時，樹脂之黏著性增加而藉由樹脂使肥料粒子相互黏著、並由多數的粒子形成塊狀物；不致崩解成原來的粒子、即使崩解亦有對樹脂表面造成損傷的顧慮。樹脂膜在10μm以上時，會引起上述般的問題，而未能以硬化樹脂均勻的被覆個別的粒子。本發明人等認為若樹脂膜較厚時，則由於粒子轉動使相互黏著的粒子間拉離的力量不足所致。不論如何，欲一次以較厚的樹脂膜被覆的情形，以一般的轉動型被覆法會產生上述的不妥情形，要製造所期待的樹脂被覆的粒狀肥料則有困難。

本發明之製造方法，係多次重複上述步驟而製得以所期待的膜厚被覆樹脂之粒狀肥料。製品之被覆樹脂膜厚雖依所期待的溶出樣式而異，惟通常係以20μm至200μm為較適當的範圍。

經予被覆至最後一層的被覆肥料，視必要，由於樹脂會完全硬化，故亦可包括可予完全保持於指定的硬化溫度之步驟。此外，為防止肥料之固結或施肥之際之浮起，於該被覆肥料表面上添加黏土等無機微粉亦為有用的技術。

實施例

以下以實施例更具體的說明本發明，惟本發明並非受此等實施例所限定者。

實施例1

將2kg粒狀尿素（平均粒徑3.4mm）倒入附設有熱風發生器之可控溫的傾斜盤型轉動造粒機（盤徑520mm），令其以

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（7）

20～30rpm 旋轉使粒狀肥料成為轉動狀態。加熱該裝置並保持倒入的粒狀尿素之溫度於70～75℃，並保持轉動狀態。攪拌混合被覆樹脂Polymeric MPI(住友Bayer urethane公司製造，商品名：Sumidure 44V10)4.7g，支鏈聚醚型多元醇（住友Bayer Urethane公司製造，商品名：Sumiphene TM)5.3g及胺催化劑2,4,6-叁（三甲基胺基甲基）酚0.1g，並予立即加入已被加溫且於轉動狀態之該粒狀尿素內。該未硬化氨基甲酸酯樹脂組成物於室溫係液狀。且，本實施例所用的未硬化氨基甲酸酯樹脂之凝膠時間於65℃為2分30秒。此外，已投入的樹脂量，對移入的肥料為0.5重量%，被覆該粒徑之肥料之情形被覆樹脂之膜厚成約3.1μm。以目視觀察方式，已投入的樹脂被確認於約30秒約略均勻的被覆於粒狀肥料表面上。樹脂投入後3分鐘後，取出一部分的試料，認出樹脂處於幾乎失去黏著性之狀態。每隔3分鐘重複上述步驟16次，對肥料進行8重量%被覆。最後將已被覆該樹脂之肥料在70～75℃保持10分鐘，製出樹脂完全硬化的已被覆氨基甲酸酯樹脂之粒狀肥料。全部步驟之所需時間為約1小時，為有利於工業規模製造的方法。藉由該步驟之樹脂被覆量由該被覆肥料截面之SEM觀察可知樹脂膜之厚度約50μm。

對由上述步驟製得的樹脂被覆粒狀肥料評估25℃之肥料溶出行為。結果，該被覆尿素於約85日間溶出80%之肥料成分，確認出具有足夠的緩效性。且肥料溶出之評估，則依日本農林水產省環境技術研究所提案的方法（例如「

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（8）

詳解肥料分析法」越野正義編著，1988年）實施。

實施例2

將2kg粒狀尿素（平均粒徑3.4mm）與實施例1完全同法使其成轉動狀態，保持於65～70℃。而被覆樹脂則採用與實施例1完全相同的成分、組成比。首先將胺催化劑0.1g加入多元醇成分5.3g內並予充分混合後，添加於該處於轉動且加溫狀態之粒狀肥料。含胺之多元醇，可用目視方式觀察出約30秒鐘均勻被覆於肥料表面的情形。其後，在保持繼續該肥料之轉動、加溫狀態下添加多元異氰酸酯成分4.7g。添加多元異氰酸酯成分後，於3分鐘後取出部分的試料時，樹脂處於幾乎喪失黏著性的狀態。每隔4分鐘重複上述步驟16次，對肥料進行8重量%被覆。

對由上述步驟製得的樹脂被覆粒狀肥料與實施例1同法評估25℃之肥料溶出行為。結果該被覆尿素於約85日間溶出80%之肥料分，確認出具有足夠的緩效性。

又，依本實施例確認出分別添加多元異氰酸酯成分及多元醇成分之方法亦屬可行。

實施例3

將2kg粒狀尿素（平均粒徑3.4mm）與實施例1完全同法使其成為可轉動狀態，保持於65～70℃。而被覆樹脂則採用與實施例1完全相同的成分、組成比。將已充分混合的未硬化之該被覆用樹脂15g添加於處於加溫且轉動狀態之該粒狀肥料，經由氨基甲酸酯樹脂被覆。已投入的樹脂量對肥料為0.75重量%，已被覆的該粒徑肥料之情形，被覆

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（9）

樹脂之膜厚成約4.3μm。可用目視觀察方式確認出已投入的樹脂於約30秒鐘約略均勻的被覆於粒狀肥料表面之情形。樹脂投入後約3分鐘後，取出一部分的試料，樹脂處於幾乎失去黏著性之狀態，每隔3分鐘重複上述步驟16次，對肥料進行12重量%被覆。最後添加(cutclay)10g，於70～75℃保持10分鐘，製得氨基甲酸酯被覆粒狀肥料。

對由上述步驟製得的樹脂被覆粒狀肥料與實施例1同法評估25℃之肥料溶出行為。結果該被覆尿素於約85日間溶出80%之肥料分，確認出具有足夠的緩效性。

比較例1

除一次添加的樹脂量為40g外，餘與實施例1完全同法操作嘗試製造樹脂被覆肥料。且，該樹脂量對粒狀肥料而言成12.4μm。

以目視觀察方式，可確認出投入的樹脂以約30秒約略均勻的被覆粒狀肥料表面。約2分鐘後樹脂會增黏且帶有曳絲性，粒子間相互黏著而生成多數粒子凝集的塊狀物，其後乃形成不能崩解。

比較例2

除樹脂成分不添加胺催化劑外，餘與實施例1完全同法操作嘗試製造樹脂被覆肥料，不添加胺催化劑時，該樹脂之凝膠時間為20分鐘，添加第1次之樹脂後經3分鐘後取出試料時，樹脂並未硬化，仍保持液狀。又，經過10分鐘後同樣的取出試料，觀察出樹脂係增黏的黏稠狀液體。於處該狀態之該肥料內同樣的繼續加入樹脂，粒子間相互黏

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明（10）

著而生成多數粒子凝集的塊狀物，其後乃形成不能崩解。

發明之功效

依本發明以熱固性樹脂被覆的無塗膜缺陷之緩效性被覆肥料之製造法，較有利於工業規模的製造。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

A5
B5

四、中文發明摘要（發明之名稱：　被覆肥料之製造方法　）

本發明提供以熱固性樹脂被覆的粒狀被覆肥料之製造方法，其特徵在於依下列步驟順序：

（1）將粒狀肥料成為轉動狀態的步驟、

（2）於處在該轉動狀態的粒狀肥料上添加使被覆層厚度成1至10μm之量的液狀未硬化熱固性樹脂之步驟、

（3）保持著該粒狀肥料之轉動狀態而以該未硬化熱固性樹脂被覆各肥料粒子表面之步驟、

（4）保持著該粒狀肥料於轉動狀態，而使該未硬化熱固性樹脂硬化的步驟、

（5）進一步重複上述（1）至（4）之步驟1次或1次以上的步驟而成者。

本發明係提供以熱固性樹脂被覆的無塗膜缺陷之緩效性被覆肥料之製造法，較有利於工業規模的製造。

英文發明摘要（發明之名稱：　）

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝　訂　線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

附件二

第86100585號專利申請案

申請專利範圍修正本

（90年9月12日）

1. 一種以氨基甲酸樹脂被覆的粒狀被覆肥料之製造方法，其特徵在於依下列步驟順序進行：

（1）使粒狀肥料於加工溫度下成為轉動狀態的步驟，

（2）於處於該加工溫度下之轉動態的粒狀肥料上添加層厚成1至10μm之量的液狀未硬化氨基甲酸酯樹脂之步驟，

（3）保持著該粒狀肥料於加工溫度下之轉動狀態，以該未硬化氨基甲酸酯樹脂被覆各肥料粒子表面之步驟，

（4）保持著該粒狀肥料於加工溫度下之轉動狀態，使該未硬化氨基甲酸酯樹脂硬化的步驟，

（5）進一步重複上述（1）至（4）之步驟，待該氨基甲酸酯樹脂失去黏性後再進行1次或1次以上的重覆步驟而成者。

2. 如申請專利範圍第1項之被覆肥料之製造方法，其特徵在於氨基甲酸酯樹脂係以聚異氰酸酯化合物、多元醇化合物及胺催化劑為必須成分而成者。

3. 如申請專利範圍第1或2項之被覆肥料之製造方法，其特徵在於氨基甲酸酯樹脂之被覆加工溫度之凝膠時間為5分鐘以下。

經濟部中央標準局員工福利委員會印製

附件二

第86100585號專利申請案

申請專利範圍修正本

（90年9月12日）

1. 一種以氨基甲酸樹脂被覆的粒狀被覆肥料之製造方法，其特徵在於依下列步驟順序進行：

（1）使粒狀肥料於加工溫度下成為轉動狀態的步驟，

（2）於處於該加工溫度下之轉動態的粒狀肥料上添加層厚成1至10μm之量的液狀未硬化氨基甲酸酯樹脂之步驟，

（3）保持著該粒狀肥料於加工溫度下之轉動狀態，以該未硬化氨基甲酸酯樹脂被覆各肥料粒子表面之步驟，

（4）保持著該粒狀肥料於加工溫度下之轉動狀態，使該未硬化氨基甲酸酯樹脂硬化的步驟，

（5）進一步重複上述（1）至（4）之步驟，待該氨基甲酸酯樹脂失去黏性後再進行1次或1次以上的重覆步驟而成者。

2. 如申請專利範圍第1項之被覆肥料之製造方法，其特徵在於氨基甲酸酯樹脂係以聚異氰酸酯化合物、多元醇化合物及胺催化劑為必須成分而成者。

3. 如申請專利範圍第1或2項之被覆肥料之製造方法，其特徵在於氨基甲酸酯樹脂之被覆加工溫度之凝膠時間為5分鐘以下。

經濟部中央標準局員工福利委員會印製