

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2004-501855
(P2004-501855A)

(43) 公表日 平成16年1月22日(2004.1.22)

(51) Int. Cl.⁷
C05G 3/00

F I
C O 5 G 3/00 1 0 3

テーマコード (参考)
4 H O 6 1

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 43 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2002-505324 (P2002-505324)</p> <p>(86) (22) 出願日 平成13年6月27日 (2001.6.27)</p> <p>(85) 翻訳文提出日 平成14年12月26日 (2002.12.26)</p> <p>(86) 国際出願番号 PCT/CA2001/000923</p> <p>(87) 国際公開番号 W02002/000573</p> <p>(87) 国際公開日 平成14年1月3日 (2002.1.3)</p> <p>(31) 優先権主張番号 09/604, 161</p> <p>(32) 優先日 平成12年6月27日 (2000.6.27)</p> <p>(33) 優先権主張国 米国 (US)</p>	<p>(71) 出願人 503009122 アグリウム・インコーポレイテッド カナダ国、ティー2ジェイ・7イー8、アルバータ州、カルガリー、レイク・フレイザー・ドライブ 13131</p> <p>(74) 代理人 100058479 弁理士 鈴江 武彦</p> <p>(74) 代理人 100084618 弁理士 村松 貞男</p> <p>(74) 代理人 100092196 弁理士 橋本 良郎</p> <p>(74) 代理人 100095441 弁理士 白根 俊郎</p>
--	--

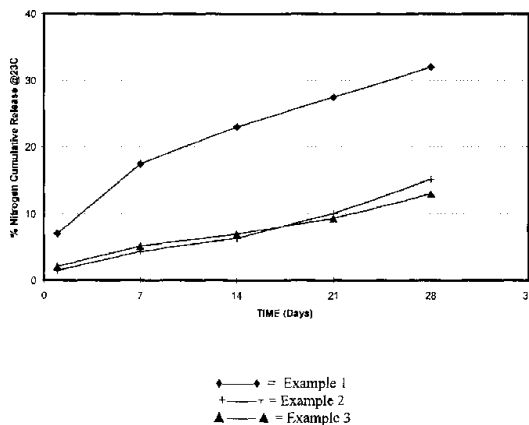
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 徐放性肥料およびその生産方法

(57) 【要約】

徐放性肥料物質であって：ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうを含む混合物の反応生成物である被覆によって包囲された微粒子植物栄養素を含む徐放性肥料物質。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

徐放性肥料物質であって：ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうを含む混合物の反応生成物である被覆によって包囲された微粒子植物栄養素を含む徐放性肥料物質。

【請求項 2】

請求項 1 において定義された徐放性肥料物質であって、前記植物栄養素は、水溶性化合物を含む徐放性肥料物質。

【請求項 3】

請求項 2 において定義された徐放性肥料物質であって、前記水溶性化合物は、窒素、リン、カリウム、イオウおよびその混合物からなる群から選択される少なくとも一つのメンバを含有する化合物を含む徐放性肥料物質。 10

【請求項 4】

請求項 1 において定義された徐放性肥料物質であって、前記植物栄養素は、尿素を含む徐放性肥料物質。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記ポリオールは、約 2 ~ 約 6 のヒドロキシル部分を含む徐放性肥料物質。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 4 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記ポリオールは、少なくとも一つの $C_{10} \sim C_{22}$ 脂肪族部分を含む徐放性肥料物質。 20

【請求項 7】

請求項 1 ~ 4 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記ポリオールは、ひまし油を含む徐放性肥料物質。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記イソシアネートは、ジフェニルメタンジイソシアネート、ジイソシアン酸トルエン、脂肪族イソシアネート、その誘導体、そのポリマーおよびその混合物からなる群から選択される徐放性肥料物質。

【請求項 9】

請求項 1 ~ 7 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記イソシアネートは、分子あたり約 1.5 ~ 約 3.0 のイソシアネート基を含む徐放性肥料物質。 30

【請求項 10】

請求項 1 ~ 7 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記イソシアネートは、約 10% ~ 約 50% の NCO を含む徐放性肥料物質。

【請求項 11】

請求項 1 ~ 7 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記イソシアネートは、重合体ジフェニルメタンジイソシアネートを含む徐放性肥料物質。

【請求項 12】

請求項 1 ~ 11 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記有機ろうは、少なくとも約 30 の液滴融点を含む徐放性肥料物質。 40

【請求項 13】

請求項 1 ~ 11 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記有機ろうは、約 40 ~ 約 120 の範囲の液滴融点を含む徐放性肥料物質。

【請求項 14】

請求項 1 ~ 11 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記有機ろうは、約 50 ~ 約 120 の範囲の液滴融点を含む徐放性肥料物質。

【請求項 15】

請求項 1 ~ 12 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記有機ろうは、実質的に約 40 以下で非粘着性である徐放性肥料物質。

【請求項 16】

請求項 1 ~ 15 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記有機ろうは、 C_{20+} アルファオレフィンを含む徐放性肥料物質。

【請求項 17】

請求項 1 ~ 15 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記有機ろうは、 C_{20-40} アルファオレフィンを含む徐放性肥料物質。

【請求項 18】

請求項 1 ~ 17 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記被覆は、前記微粒子植物栄養素の重量に基づいた重量の約 1 ~ 約 10 パーセントの範囲の量で存在する徐放性肥料物質。

【請求項 19】

請求項 1 ~ 17 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記被覆は、微粒子植物栄養素の前記重量に基づいた重量の約 1.5 ~ 約 5.0 パーセントの範囲の量で存在する徐放性肥料物質。

【請求項 20】

請求項 1 ~ 17 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記被覆は、微粒子植物栄養素の前記重量に基づいた重量の約 2.0 ~ 約 4.0 パーセントの範囲の量で存在する徐放性肥料物質。

【請求項 21】

請求項 1 ~ 20 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記混合物において、前記ポリオールにおける前記水酸基対前記イソシアネート由来の前記 NCO 基の割合は、約 0.8 ~ 約 3.0 の範囲の量である徐放性肥料物質。

【請求項 22】

請求項 1 ~ 20 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記混合物において、前記ポリオールにおける前記水酸基対前記イソシアネート由来の前記 NCO 基の割合は、約 0.8 ~ 約 2.0 の範囲の量である徐放性肥料物質。

【請求項 23】

請求項 1 ~ 20 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記混合物において、前記ポリオールにおける前記水酸基対前記イソシアネート由来の前記 NCO 基の割合は、約 0.9 ~ 約 1.1 の範囲の量である徐放性肥料物質。

【請求項 24】

請求項 1 ~ 23 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記混合物における前記有機ろうの量は、前記有機ろうと前記ポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約 50 パーセントまでである徐放性肥料物質。

【請求項 25】

請求項 1 ~ 24 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記混合物における前記有機ろうの量は、前記有機ろうと前記ポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約 1.0 ~ 約 25 パーセントの範囲である徐放性肥料物質。

【請求項 26】

請求項 24 のいずれか一項において定義された徐放性肥料物質であって、前記混合物における前記有機ろうの量は、前記有機ろうと前記ポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約 2.0 ~ 約 10 パーセントの範囲である徐放性肥料物質。

【請求項 27】

徐放性肥料物質を製造するための方法であって：

(a) ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうを含む混合物と微粒子植物栄養素とを接触させて、前記微粒子植物栄養素を包囲する被覆を生産する工程と、および、

(b) 前記被覆を硬化させて前記徐放性肥料物質を製造する工程と、を含む方法。

【請求項 28】

請求項 27 において定義された方法であって、前記微粒子植物栄養素は、工程 (a) の間に攪拌されている方法。

10

20

30

40

50

【請求項 29】

請求項 27 ~ 28 のいずれか一項において定義された方法であって、工程 (a) は、約 50 ~ 約 105 の範囲で行われる方法。

【請求項 30】

請求項 27 ~ 28 のいずれか一項において定義された方法であって、工程 (a) は、約 60 ~ 約 90 の範囲で行われる方法。

【請求項 31】

請求項 27 ~ 28 のいずれか一項において定義された方法であって、工程 (a) は、約 70 ~ 約 80 の範囲で行われる方法。

【請求項 32】

請求項 27 ~ 28 のいずれか一項において定義された方法であって、工程 (a) は、前記微粒子植物栄養素を、前記ポリオールを含む第一の流れと第二の流れとに接触させることを含み、前記第一の流れおよび前記第二の流れは互いに独立している方法。

10

【請求項 33】

請求項 32 において定義された方法であって、前記第一の流れは前記ポリオールおよび前記有機ろうを含む方法。

【請求項 34】

請求項 32 において定義された方法であって、工程 (a) は、前記微粒子植物栄養素を、前記第一の流れと前記第二の流れとに同時に接触することを含む方法。

【請求項 35】

請求項 32 において定義された方法であって、工程 (a) は、前記微粒子植物栄養素を、前記第一の流れの後に前記第二の流れと接触することを含む方法。

20

【請求項 36】

請求項 32 において定義された方法であって、工程 (a) および (b) を少なくとも一回繰り返して、多数の被覆層を有する徐放性肥料物質を製造する方法。

【請求項 37】

請求項 27 ~ 36 のいずれか一項において定義された方法であって、前記植物栄養素は、水に可溶性の化合物を含む方法。

【請求項 38】

請求項 37 において定義された方法であって、前記水に可溶性の化合物は、窒素、リン、カリウム、硫黄およびその混合物からなる群から選択される少なくとも一つのメンバを含む化合物を含む方法。

30

【請求項 39】

請求項 27 ~ 36 のいずれか一項において定義された方法であって、前記植物栄養素は、尿素を含む方法。

【請求項 40】

請求項 27 ~ 39 のいずれか一項において定義された方法であって、前記ポリオールは、約 2 ~ 約 6 のヒドロキシル部分を含む方法。

【請求項 41】

請求項 27 ~ 39 のいずれか一項において定義された方法であって、前記ポリオールは、少なくとも一つの $C_{10} \sim C_{22}$ 脂肪族部分を含む方法。

40

【請求項 42】

請求項 27 ~ 39 のいずれか一項において定義された方法であって、前記ポリオールは、ひまし油を含む方法。

【請求項 43】

請求項 27 ~ 39 のいずれか一項において定義された方法であって、前記イソシアネートは、ジフェニルメタンジイソシアネート、ジイソシアネート、脂肪族イソシアネート、その誘導体、そのポリマーおよびその混合物からなる群から選択される方法。

【請求項 44】

請求項 27 ~ 43 のいずれか一項において定義された方法であって、前記イソシアネート

50

は、分子あたり約 1.5 ~ 約 3.0 のイソシアネート基を含む方法。

【請求項 45】

請求項 27 ~ 44 のいずれか一項において定義された方法であって、前記イソシアネートは、約 10% ~ 約 50% の NCO を含む方法。

【請求項 46】

請求項 27 ~ 42 のいずれか一項において定義された方法であって、前記イソシアネートは、重合体ジフェニルメタンジイソシアネートを含む方法。

【請求項 47】

請求項 27 ~ 46 のいずれか一項において定義された方法であって、前記有機ろうは、少なくとも約 30 の液滴融点を含む方法。

10

【請求項 48】

請求項 27 ~ 46 のいずれか一項において定義された方法であって、前記有機ろうは、約 40 ~ 約 120 の範囲の液滴融点を含む方法。

【請求項 49】

請求項 27 ~ 46 のいずれか一項において定義された方法であって、前記有機ろうは、約 50 ~ 約 120 の範囲の液滴融点を含む方法。

【請求項 50】

請求項 27 ~ 49 のいずれか一項において定義された方法であって、前記有機ろうは、実質的に約 40 以下で非粘着性である方法。

【請求項 51】

請求項 27 ~ 50 のいずれか一項において定義された方法であって、前記有機ろうは、C₂₀+ アルファオレフィンを含む方法。

20

【請求項 52】

請求項 27 ~ 50 のいずれか一項において定義された方法であって、前記有機ろうは、C₂₀-40 アルファオレフィンを含む方法。

【請求項 53】

請求項 27 ~ 52 のいずれか一項において定義された方法であって、前記被覆は、微粒子植物栄養素の前記重量に基づいた重量の約 1 ~ 約 10 パーセントの範囲の量で存在する方法。

【請求項 54】

請求項 27 ~ 52 のいずれか一項において定義された方法であって、前記被覆は、微粒子植物栄養素の前記重量に基づいた重量の約 1.5 ~ 約 5.0 パーセントの範囲の量で存在する方法。

30

【請求項 55】

請求項 27 ~ 52 のいずれか一項において定義された方法であって、前記被覆は、微粒子植物栄養素の前記重量に基づいた重量の約 2.0 ~ 約 4.0 パーセントの範囲の量で存在する方法。

【請求項 56】

請求項 27 ~ 55 のいずれか一項において定義された方法であって、前記混合物において、前記ポリオールにおける前記水酸基対前記イソシアネート由来の前記 NCO 基の割合は、約 0.8 ~ 約 3.0 の範囲の量である方法。

40

【請求項 57】

請求項 27 ~ 55 のいずれか一項において定義された方法であって、前記混合物において、前記ポリオールにおける前記水酸基対前記イソシアネート由来の前記 NCO 基の割合は、約 0.8 ~ 約 2.0 の範囲の量である方法。

【請求項 58】

請求項 27 ~ 55 のいずれか一項において定義された方法であって、前記混合物において、前記ポリオールにおける前記水酸基対前記イソシアネート由来の前記 NCO 基の割合は、約 0.9 ~ 約 1.1 の範囲の量である方法。

【請求項 59】

50

請求項 27 ~ 58 のいずれか一項において定義された方法であって、前記混合物における前記有機ろうの量は、前記有機ろうと前記ポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約 50 パーセントまでである方法。

【請求項 60】

請求項 27 ~ 58 のいずれか一項において定義された方法であって、前記混合物における前記有機ろうの量は、前記有機ろうと前記ポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約 1.0 ~ 約 25 パーセントの範囲である方法。

【請求項 61】

請求項 27 ~ 58 のいずれか一項において定義された方法であって、前記混合物における前記有機ろうの量は、前記有機ろうと前記ポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約 2.0 ~ 約 10 パーセントの範囲である方法。

10

【請求項 62】

ウレタン含有化合物および有機ろうの少なくとも一つの実質的に均一な相を含有する被覆によって包囲された微粒子植物栄養素を含む徐放性肥料物質。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、徐放性肥料およびその生産方法に関する。

【0002】

【技術背景】

20

肥料は、増殖培地に栄養素を補うために長年使用されてきた。

【0003】

近年、この技術は、調節された量の植物栄養素を土壌またはその他の増殖培地に送達する技術に焦点が集まった。これは、一方では、成長している植物が逆に栄養素を奪われないように、他方では、栄養素の過剰供給を回避するように行われた。栄養素の過剰供給は、植物に毒性を生じ、またはリーチングによる減量を生じるであろう。結果として生じる FUE (肥料使用効率) の改善により、栄養素を適用する速度および頻度を減らすことができる。

【0004】

米国特許 5,538,531 [Hudson et al. (Hudson)] およびその中で引用された従来技術では、徐放性特性を微粒子植物栄養素に伝える方法の有用な概要を提供する。特に、Hudson は、徐放性で、水に不溶性、耐摩耗性の被覆に覆われた複数の水溶性の肥料中央塊を有する微粒子肥料生成物を教示している。内側の被覆の少なくとも一つのは、詳述されたイソシアネートおよびポリオールに由来するウレタン反応生成物である。外側の被覆は、50 ~ 120 の範囲の滴下融点を有する有機ろうから形成される。Hudson の一般的な教示および Hudson の実施例の教示から、Hudson のプロセスは、微粒子植物栄養素のまわりをウレタン被覆 (s) で硬化させ、その後で、硬化後のウレタン被覆 (s) に有機ろうの外層を塗布することを含むことが明らかである。

30

【0005】

40

また、ウレタン形成試薬で微粒子植物栄養素を被覆する前にその表層を整えるため、または改善するための手段として、有機ろうまたは同様の物質でプレコートされた微粒子植物栄養素が当業者に既知である。

【0006】

従来技術におけるこのような進歩にもかかわらず、なお改良の余地が存在する。特に、徐放性肥料、およびその生産プロセスを有することが所望されており、これにより、所与の量のウレタン被覆がそこに塗布された (s) 微粒子植物栄養素の放出速度プロファイルの容易なカスタム化が可能となるであろう。また、所与の微粒子植物栄養素について、非常に減少した量を使用して、所望の放出速度プロファイルを達成できることが望まれるであろう。

50

【0007】

【発明の開示】

上述の従来技術の不都合の少なくとも一つを除去または緩和する新規徐放性肥料を提供することが本発明の目的である。

【0008】

したがって、その側面の1つにおいて、本発明は：ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうを含む混合物の被覆反応生成物である被覆によって包囲された微粒子植物栄養素を含む徐放性肥料物質を提供する。

【0009】

その側面のもう一つにおいて、本発明は、徐放性肥料物質を製造するための方法であって 10

(a) ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうを含む混合物と微粒子植物栄養素とを接触させて、前記微粒子植物栄養素を包囲する被覆を生産する工程と、および、

(b) 前記被覆を硬化させて前記徐放性肥料物質を製造する工程と、を含む方法を提供する。

【0010】

さらにその側面のもう一つにおいて、本発明は、少なくとも一つの実質的に均一なウレタン含有化合物および有機ろうの層を含む被覆によって包囲された微粒子植物栄養素を含んでいる徐放性肥料物質を提供する。したがって、我々は、改善された徐放性肥料物質およびその生産プロセスが、ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうを含む混合物の反応生成物である被覆によって達成されるであろうことを意外にも、そして予想外に発見した。特に、ウレタン層を塗布する前のプレコートとしておよび/またはウレタン層を塗布した後のポストコートとしてるうの使用が知られているが、ウレタン形成試薬とろうを混合することの効果は、今まで知られていない。この効果は： 20

(i) 所与の量のウレタン被覆をその表面に有する所与の植物栄養素の放出速度プロフィールに及ぼす能力；

(ii) 従来技術の被覆技術で使用されるものと比較して、非常に少ない被覆を使用して、所望の放出速度プロフィールを達成する能力；および

(iii) 一段階過程で（すなわち、従来技術の多段階過程と比較して）、このような生成物を得る能力。 30

【0011】

その他の効果は、手元に本願明細書を有する当業者に明らかであろう。

【0012】

先に述べた通り、本徐放性肥料物質は、ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうを含む混合物に由来する被覆を含んでいる。ポリオールおよびイソシアネートは、化学的に反応し、ウレタンを形成する。有機ろうは、このように形成されたウレタンと物理的に混在すると考えられる - すなわち、本願明細書において使用される好ましい有機ろうは、実質的に、化学的にポリオールおよびイソシアネート成分に対して不活性であると考えられる。生じた被覆は、実質的に均一な層である。言い換えると、ウレタンおよびろうの、多数の異なった被覆を含んでいる Hudson およびその他のものによって教示される従来技術のアプローチとは異なり、本徐放性肥料で製造される被覆は、少なくとも一つの実質的に均一な層にウレタンおよび有機ろうを混合する（もちろん、このような被覆は、本徐放性肥料物質の範囲内であると想定される）。これと関連して、「均一な」の用語は、ウレタンおよびろうの異なった層のみを含む徐放性肥料物質（たとえば、Hudson によって教示される肥料物質）を除外するためにいくぶん幅広い感覚で使用されることが理解されるであろう。 40

【0013】

本明細書の全体にわたって使用される「ウレタン被覆化合物」の用語は、ポリオールおよびイソシアネートを反応させることによって得られる生成物を意味することが想定される。典型的には、このように製造された化合物は、ポリウレタンであろう。 50

【0014】

【本発明の最良の実施態様】

したがって、その側面の1つにおいて、本発明は、被覆によって包囲された微粒子植物栄養素を含む徐放性肥料物質に関する。

【0015】

本徐放性肥料物質に有用な微粒子植物栄養素物質の選択は、特に制限されず、当業者の範囲内である。

【0016】

たとえば、使用される植物栄養素物質は、Hudsonが開示したものから選択されてもよい。好ましくはこのような植物栄養素は、水溶性の化合物を含み、より好ましくは窒素、リン、カリウム、イオウおよびその混合物からなる群から選択される少なくとも一つのメンバを含む化合物である。好ましいこのような植物栄養素には、尿素を含む。植物栄養素のその他の有用な例は、米国特許5,571,303 [Bexton]において教示され - たとえば、硫酸アンモニウム、リン酸アンモニウムおよびその混合物である。

10

【0017】

好ましくは、被覆は、植物栄養素物質の重量に基づいた重量の約1.0~約10パーセントの範囲、より好ましくは重量の約1.5~約5.0パーセントの範囲、より好ましくは重量の約2.0~約4.0パーセントの範囲で植物栄養素物質を包囲する。

【0018】

被覆は、ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうの混合物の反応生成物である。

20

【0019】

ポリオールの選択は、特に制限されず、当業者の範囲内である。たとえば、ポリオールは、ポリエーテル、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリジエンおよびポリカプロラク톤を含む群から選択されるメンバのヒドロキシル末端のバックボーンであってもよい。好ましくは、このようなポリオールは、ヒドロキシル末端のポリヒドロカーボン、ヒドロキシル末端のポリホルマール、脂肪酸トリグリセライド、ヒドロキシル末端のポリエステル、ヒドロキシメチル末端のポリエステル、ヒドロキシメチル末端の過フルオロメチレン、ポリアルキレンエーテルグリコール、ポリアルキレンアリーレンエーテルグリコールおよびポリアルキレンエーテルトリオールから選択される。より好ましいポリオールは、ポリエチレングリコール、アジピン酸エチレングリコールポリエステル、ポリ(ブチレングリ

30

【0020】

特に好ましいポリオールのクラスは、Hudsonが開示されたものである。好ましくは、このようなポリオールは、約2~約6のヒドロキシル部分を含む。より好ましくは、このようなポリオールは、少なくとも一つのC₁₀-C₂₂脂肪族部分を含む。最も好ましくは、ポリオールはひまし油を含む。

40

【0021】

その上、ポリオールは、天然の供与源、たとえばダイズ、トウモロコシ、カノラ、ダイズその他同種のものに由来してもよい(すなわち、天然に存在する修飾された油を製造すること)。カノラベースを含むこのような合成ポリオールの例は、Urethane Soy Systems Corp. (Princeton, Illinois) から市販されている。

【0022】

被覆の製造に使用するための適切なイソシアネートは、特に制限されず、その選択は、当業者の範囲内である。通常、使用に適したイソシアネート化合物は、以下の一般式によって示されるであろう：

50

$Q(NCO)_i$

ここで、 i は 2 以上の整数であり、 Q は結合価 i を有する有機ラジカルである。

【0023】

Q は、置換された炭化水素基または非置換の炭化水素基（たとえばアルキレンまたはアリーレン基）であってもよい。さらに、 Q は一般式：



によって表されてもよく、

ここで、 Q^1 は、アルキレン基またはアリーレン基であり、 Z は、 $O-$ 、 $-O-Q^1$ 、 $-CO-$ 、 $-S-$ 、 $-S-Q^1-S-$ 、および $-SO_2-$ を含む群から選択される。この定義の範囲内に該当するイソシアネート化合物の例は、ヘキサメチレンジイソシアネート、1, 8 - ジイソシナナート - p - メタン、キシリルジイソシアネート、2 ($OCNCH_2CH_2CH_2OCH_2O$)、1 - メチル - 2, 4 - ジイソシアネートシクロヘキサン、フェニレンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、クロロフェニレンジイソシアネート、ジフェニルメタン - 4, 4' - ジイソシアネート、ナフタレン - 1, 5 - ジイソシアネート、トリフェニルメタン - 4, 4', 4'' - トリイソシアネート、イソプロピルベンゼン - アルファ - 4 - ジイソシアネートを含む。

【0024】

もう一つの態様において、 Q は、結合価 i を有するポリウレタンラジカルを表してもよい。この場合 $Q(NCO)_i$ は、当該技術分野においてプレポリマーと一般に呼称される化合物である。通常、プレポリマーは、活性水素含有化合物（先に議論されたもの）とイソシアネート化合物（先に議論されたもの）、好ましくは、ポリヒドロキシル含有物質または上記議論したポリオールを化学量論的に過剰に反応を起こさせることによって調製されてもよい。本態様において、ポリイソシアネートは、たとえば、ポリオールにおけるヒドロキシルの比率に関して、約 30 パーセント ~ 約 200 パーセントの化学量論的に過剰な比率で使用されてもよい。

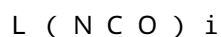
【0025】

もう一つの態様において、本発明の方法での使用に適したイソシアネート化合物は、イソシアネートおよびジイソシアネートの二量体および三量体から、および一般式：



を有する重合体ジイソシアネートから選択されてもよく、

ここで、 i および j は 2 以上の値を有する整数であり、 Q'' は多官能性の有機ラジカルおよび / または反応混合物における更なる成分として、一般式：



を有する化合物であり、

ここで、 i は 1 以上の値を有する整数であり、 L は単官能性または多官能性の原子またはラジカルである。本定義の範囲内に該当するイソシアネート化合物の例は、エチルホスホン酸ジイソシアネート、フェニルホスホン酸ジイソシアネート、 $=Si-NCO$ 基を含む化合物、スルホンアミド (QSO_2NCO) から誘導されるイソシアネート化合物、シアン酸およびチオシアン酸を含む。

【0026】

また、たとえば英国特許番号 1, 453, 258 参照。

【0027】

適切なイソシアネートの限定されない例には、以下を含む：

1, 6 - ヘキサメチレンジイソシアネート、1, 4 - ブチレンジイソシアネート、フルフリレンジイソシアネート、2, 4 - トルエンジイソシアネート、2, 6 - トルエンジイソシアネート、2, 4' - ジフェニルメタンジイソシアネート、4, 4' - ジフェニルメタンジイソシアネート、4, 4' - ジフェニルプロパンジイソシアネート、4, 4' - ジフェニル - 3, 3' - ジメチルメタンジイソシアネート、1, 5 - ナフタレンジイソシアネート、1 - メチル - 2, 4 - ジイソシアネート 5 - クロロベンゼン、2, 4 - ジイソシアネート s - トリアジン、1 - メチル - 2, 4 - ジイソシアネートシクロヘキサン、 p - フェ

10

20

30

40

50

ニレンジイソシアネート、m-フェニレンジイソシアネート、1,4-ナフタレンジイソシアネート、ジアニシジンジイソシアネート、バイトルエンジイソシアネート (bitoluenediisocyanate)、1,4-キシリレンジイソシアネート、1,3-キシリレンジイソシアネート、ビス-(4-イソシアネートフェニル)メタン、ビス-(3-メチル-4イソシアネートフェニル)メタン、ポリメチレンポリフェニルポリイソシアネートおよびその混合物。

【0028】

特に好ましいイソシアネート基は、Hudsonに記載されたものである。

【0029】

好ましくは、ポリオールおよびイソシアネートは、ポリオールにおける水酸基対イソシアネートにおけるNCO基の割合が、約0.8~約3.0、より好ましくは約0.8~約2.0、最も好ましくは約0.9~約1.1の範囲である。

【0030】

被覆を製造するための混合物に使用されるろうは、Hudsonに記載されたものから、およびケイ素ろう(Dow Corningから市販されている)から選択されてもよい。したがって、好ましいろうは、少なくとも約30、好ましくは約40~約120の範囲、より好ましくは約50~約120の範囲の液滴融点を含む。より好ましくは、ろうは、実質的に約40以下の温度で非粘着性である。好適なろうは、C₂₀+アルファオレフィンを、より好ましくはC₂₀-40アルファオレフィンを含む。

【0031】

好ましくは、有機ろうは、有機ろうとポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約50パーセントまでの量で混合物中に存在する。より好ましくは、有機ろうは、有機ろうとポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約1.0~約25パーセントの範囲で混合物中に存在する。最も好ましくは、有機ろうは、有機ろうとポリオールを合わせた重量に基づいた重量の約2.0~約10パーセントの範囲で混合物中に存在する。

【0032】

本方法の工程(a)は、ポリオール、イソシアネートおよび有機ろうを含む混合物と微粒子植物栄養素とを接触させて、微粒子植物栄養素を包囲する被覆を生産することを含む。混合物を植物栄養素に塗布する正確な方法は、特に制限されず-たとえばHudsonの5段落、31-63行を参照せよ。

【0033】

本方法において、好ましくは約50~約105の範囲で、より好ましくは約60~約90の範囲で、もっとも好ましくは約70~約80の範囲で工程(a)が行われる。好ましくは、工程(a)は、微粒子植物栄養素を、ポリオールを含む第一の流れと第二の流れとに接触させることを含み、第一の流れおよび第二の流れは互いに独立している。

【0034】

より好ましくは、第一の流れは、ポリオールおよび有機ろうの混合物を含む。本態様において、微粒子植物栄養素を第一の流れと第二の流れとに同時に接触してもよい。あるいは、第一の流れを伴う微粒子植物栄養素の後に第二の流れがある。さらなる好ましい態様において、本方法の工程(a)および(b)は、少なくとも一回繰り返されて、多数の被覆層を有する徐放性肥料物質を製造する。

【0035】

本発明の態様は、以下の実施例において例示されるが、本発明を制限する、または解釈するために使用されるべきでない。

【0036】

【実施例】

実施例1

本実施例では、徐放性肥料物質は、米国特許5,538,531[Hudson et al. (Hudson)]の教示に従って調製された。したがって、本実施例は比較の目

10

20

30

40

50

的のみとして提供され、本発明の範囲外であることが認識されるであろう。

【0037】

本実施例において使用した装置は、7.5 kgのバッチに被覆成分を塗布することができた。装置は、直径16インチ長さ20インチのプレキシガラス水平ドラム (Plexiglas horizontal drum) からなる。ドラム端板は、中央に5インチの穴を有し、これを通じて被覆成分および基質が添加される。ドラム内部は、4つの実質的に均一間隔の長手邪魔板 (longitudinal baffles) からなり、それぞれのバツフルは高さ約1インチであった。ドラムは、可変速度ドライブ、水平ドラムローラー Separ^{T M} を使用して、75 fpmの末端速度または約18 rpmで回転した。ドラムおよび基質の内部温度は、可変設定電氣的加熱絞り弁 (variable setting electric heating guns) を使用して約75 に維持した。該加熱絞り弁は、ドラム端板の穴を通じて直接熱い空気に置かれた。

10

【0038】

個別の Masterflex ぜん動ポンプおよび改変 Amacoil Machinery 自動サンブラを使用して、被覆成分を実質的に一定速度で添加した。サンブラ部を除去して、各成分に対し別々のステンレス管をドライブアセンブリーに取り付けた。これにより、被覆成分を、ドラムの全長に実質的に定常的な移動速度で分配することが可能となる。

【0039】

本実施例において使用した基質は、粒状尿素 (46-0-0) であった。この基質は、240のSGN (Size Guide Noimber) を有した。該基質 (7.5 kg) を約75 の乾燥器で予熱して、温度が75 で安定するまで被覆ドラムで回転させた。

20

【0040】

本実施例において使用したポリオールは、42.95 gの量の市販のひまし油であった。本実施例において使用したイソシアネートは、19.52 gの量の重合体ジフェニルメタンジイソシアネート (BASF PAPI 番号17) であった。該2成分は、個別のラインを介してまたは回転ベッドの最上部近くにピペットを介して被覆装置に同時に添加された。各層が、すなわち全被覆の重量が、基質重量に基づいて2.5重量パーセントである場合は、2.5重量パーセント被覆を、約6分の塗布間隔で実質的に3つの均等な層の基質に塗布した。

30

【0041】

Chevron から市販されている C₃₀+ アルファオレフィンろうを約150 に予熱して、次いでウレタン被覆基質に単層として被覆した。ろうは、基質重量に基づいて1.5重量パーセントの重量を提供する量で使用した。ろうを塗布して6分後、ドラムおよび内容物を加圧空気の調節された流れで約35 に冷やした。

【0042】

したがって、本実施例では、ウレタン被覆およびろう層の合計は、基質の重量に基づいた4重量パーセントであった。次いで、徐放性肥料物質の水放出速度プロフィールを決定した。該解析では、Technicon AutoAnalyzer を調整して Automated Determination of Urea and Ammoniacal Nitrogen (University of Missouri, 1980) の教示に従って使用した。以下の手順を使用した：

40

1. 計量シャーレへ正確に、15グラム (0.1 mg) のサンプル重量を入れる。サンプルの重量を記録する。サンプルを125 mLのエーレンマイヤーフラスコへ移す。

【0043】

2. 75 mLの脱塩水を添加してフラスコに栓をする。

【0044】

3. 全ての粒子が沈降するまで、穏やかにサンプルおよび水を溶かす。

【0045】

4. 指定された時間、一定温度 (典型的には室温で) においてサンプルを静置する。

50

【0046】

5. 穏やかにフラスコを攪拌して溶液を混合し、100mlのメスフラスコに溶液のみを静かに注ぐ。

【0047】

6. メスフラスコに脱塩水を添加してサンプルをリンスする。

【0048】

7. メスフラスコの体積のかさにして、完全に混合する。

【0049】

8. 試験がもう一回繰り返されることになっている場合、工程2から始めて、繰り返す。

10

【0050】

9. 一旦Technicon AutoAnalyzer IIをオンラインとし、解析のために、この溶液（または、必要に応じて必須の希釈を行った）の一部をTechnicon試料カップへ移す。

【0051】

10. 百万分率N-NH₃ (Shimadzu Integratorから直接読みこむ)として、結果を記録する。

【0052】

実施例2

ポリオールを形成しているウレタンおよびイソシアネートの塗布の前に、基質を単層として塗布されたC₃₀+アルファオレフィンろう（約150℃まで予熱した）でプレコートしたことを除き、実施例1の方法を繰り返した。ろうは、基質の重量に基づいて0.3重量パーセントの重量を提供する量で使用した。したがって、本実施例が比較の目的だけで提供され、本発明の範囲外であることが認識されるだろう。

20

【0053】

実施例1において記載したとおり、プレコートした基質に塗布するものとして、3層ポリウレタン被覆である（44.0gのひまし油および18.4gイソシアネート）。

【0054】

再び、全ポリウレタン被覆の重量は、基質の重量に基づいて2.5重量パーセントであった。ウレタン被覆基質の600g部分を除去した。

30

【0055】

その後で、C₃₀+アルファオレフィンろう（約150℃まで予熱した）の3層被覆を、残りのウレタン被覆基質に塗布した。ろうは、基質の重量に基づいて1.5重量パーセントの重量を提供する量で使用した（この場合、3層被覆の層あたり約35gであった）。

【0056】

次いで、実施例1において上記した試験手順を使用して、放射性肥料物質の水放出速度プロフィールを決定した。

【0057】

実施例3

本実施例では、本発明に従って徐放性肥料を調製した。

40

【0058】

被覆成分を適用するために使用した装置は、直径12インチ、幅5 1/2インチを有するSS水平絶縁ドラムであった。密閉された裏板を可変速度ドライブに取り付けた。前端プレートは、中央に8インチ開口を有し、基質および被覆成分が添加される。ドラム内部は、4つの実質的に均一間隔の長手邪魔板からなり、それぞれのバツフルは高さ約1/2インチであった。ドラムは、75rpmの末端速度または約24rpmで回転した。ドラムおよび基質の内部温度は、可変設定電氣的加熱絞リ弁(variable setting electric heating guns)を使用して約75℃に維持された。被覆成分は、一回の添加で各被覆成分の1/3の重量を添加可能な、個別の自動マクロピペットを使用して添加する。

50

【0059】

実施例1および2で使用したのと同じ基質(1kg)を、上記した(より小さい)装置内で75に予熱した。140のひまし油(5.63g)をC₃₀+アルファオレフィンろう(0.33g)と混合した。被覆を、5.96gのひまし油/ろう混合物(ひまし油中5.5重量%のC₃₀+)および同時に添加した2.5%総被覆重量の2.35gのイソシアネートの3層からなる基質に塗布した。ウレタンの連続層を塗布する時間は、約6分であった。最終的なウレタン層を塗布した6分後に、生成物を冷却した。

【0060】

次いで、徐放性肥料物質の水放出速度プロフィールを、実施例1において上記した試験手順を使用して決定した。

10

【0061】

実施例1-3において製造した徐放性肥料物質の水放出速度プロフィールは、添付の図に図示する。

【0062】

示したように、物質が6-8月にわたって窒素放出プロフィールを有することを望む場合、実施例3(本発明)において製造された物質の水放出速度プロフィールは、実施例1(Hudson物質)において製造された物質のものよりも非常によい。さらに、これは、実施例1(基質の重量に基づいて4.0重量パーセント)と比較して実施例3(基質の重量に基づいて2.5重量パーセント)では非常に少ない被覆を使用して達成された。

【0063】

実施例2(ろうプレコートおよびポストコート)に関して、水放出速度プロフィールは、実施例3(本発明)において達成されたものにより近いが、実施例3の物質は、一段階プロセスを使用してなされたが、これは3工程プロセスを使用して達成された。

20

【0064】

したがって、実施例3およびその生成物質は、従来技術以上の有意な進歩である。

【0065】

本発明は、詳述されており、実施例の参照を含むが、例示された態様に対する多くの改変は、本明細書を手に有する当業者にとって明らかであり、該改変は、本発明の趣旨および範囲からそれを逸脱しないであろうことは、もちろん容易に理解されるだろう。

【0066】

本願明細書に関連する全ての刊行物、特許および特許出願は、まるでそれぞれの個々の刊行物、特許または特許出願が、特異的に、個々に、その全体を本願明細書に援用されることが示されたのと同じ範囲で、その全体が本願明細書に援用される。

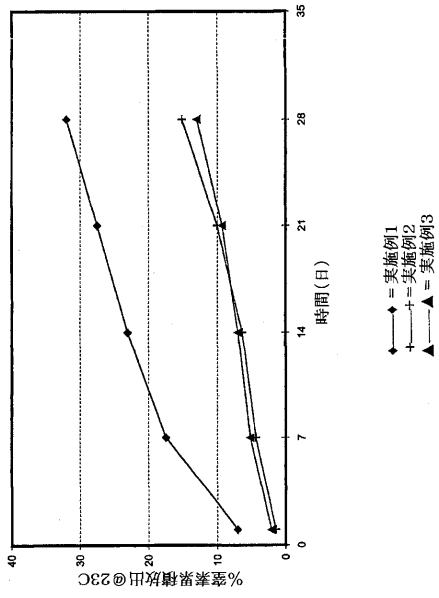
30

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の態様は、本発明に従った徐放性肥料の放出速度プロフィール、および従来技術の徐放性肥料の放出速度プロフィールが例示された附随する図に関連して記載されるであろう。

【 図 1 】



【国際公開パンフレット】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
3 January 2002 (03.01.2002)

PCT

(10) International Publication Number
WO 02/00573 A2

(51) International Patent Classification: C05G 5/00

(74) Agents: NASSIF, Omar, A. et al.; Gowling Lafleur Henderson LLP, Commerce Court West, Suite 4900, Toronto, Ontario M5L 1L3 (CA).

(21) International Application Number: PCT/CA01/00923

(22) International Filing Date: 27 June 2001 (27.06.2001)

(81) Designated States (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data: 09/604,161 27 June 2000 (27.06.2000) US

(84) Designated States (regional): ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI patent (BF, BI, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

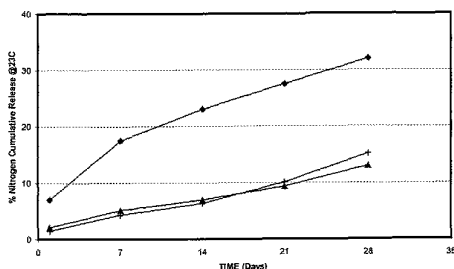
(72) Inventors: and

(75) Inventors/Applicants (for US only): GEIGER, Albert, J. [CA/CA]; 121 - 23061 Twp Road 543, Fort Saskatchewan, Alberta T8L 4A1 (CA). STELMACK, Eugene, G. [CA/CA]; 7999 Centre Street, Fort Saskatchewan, Alberta T8L 4E5 (CA). BABIAK, Nicolette, M. [CA/CA]; 4506 - 47 Avenue, Box 189, Gibbons, Alberta T0A 1N0 (CA).

Published: — without international search report and to be republished upon receipt of that report

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: CONTROLLED RELEASE FERTILIZER AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF



◆ = Example 1
+ = Example 2
▲ = Example 3

(57) Abstract: A controlled release fertilizer material comprising a particulate plant nutrient surrounded by a coating which is the reaction product of a mixture comprising: a polyol, an isocyanate and an organic wax.

WO 02/00573 A2

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-1-

CONTROLLED RELEASE FERTILIZER AND METHOD
FOR PRODUCTION THEREOF

TECHNICAL FIELD

The present invention relates to a controlled release fertilizer and to a
5 method for production thereof.

BACKGROUND ART

Fertilizers have been used for many years to supplement nutrients in
growing media.

10 In recent years the art has focused on techniques to deliver controlled
amounts of plant nutrients to the soil or other growing media. This has been done
so that, on one hand, the growing plants are not adversely deprived of nutrients
and, on the other hand, an over supply of nutrients is avoided. An over supply of
nutrients can result in toxicity to the plants or losses from leaching. The resulting
15 improvement in FUE (fertilizer use efficiency) can reduce the rate and the
frequency of nutrient application.

United States patent 5,538,531 [Hudson et al. (Hudson)] and the prior art
cited therein provides a useful overview of methods of conveying controlled
release properties to a particulate plant nutrient. Specifically, Hudson teaches a
20 controlled release, particulate fertilizer product having a water soluble fertilizer
central mass encased in a plurality of water insoluble, abrasion resistant coatings.
At least one inner coating is a urethane reaction product derived from recited
isocyanates and polyols. The outer coating is formed from an organic wax having
a drop melting point in the range of from 50°C to 120°C. The general teachings
25 of Hudson and those of the Examples in Hudson make it clear that the Hudson
process involves curing the urethane coating(s) around the particulate plant
nutrient and, thereafter, applying to the cured urethane coating(s) the outer layer
of organic wax.

It is also known in the art to pre-coat particulate plant nutrient with an
30 organic wax or similar material as a means to regularize or otherwise improve the
surface of the particulate plant nutrient prior to coating thereof with the urethane
forming reagents.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-2-

Despite these advances in the art, there is still room for improvement. Specifically, it would be desirable to have a controlled release fertilizer and process for production thereof which would allow for the ready customization of the release rate profile of a given particulate plant nutrient having applied thereto a given amount of urethane coating(s). It would also be desirable to be able to achieve a desirable release rate profile for a given particulate plant nutrient using significantly reduced amounts of coating materials.

DISCLOSURE OF THE INVENTION

10 It is an object of the present invention to provide a novel controlled release fertilizer which obviates or mitigates at least one of the above-mentioned disadvantages of the prior art.

Accordingly, in one of its aspects the present invention provides a controlled release fertilizer material comprising a particulate plant nutrient surrounded by a coating which is the reaction product of a mixture comprising: 15 a polyol, an isocyanate and an organic wax.

In another of its aspects, the present invention provides a process for producing a controlled release fertilizer material comprising the steps of:

(a) contacting a particulate plant nutrient with a mixture comprising: 20 a polyol, an isocyanate and an organic wax to produce a coating surrounding the particulate plant nutrient; and

(b) curing the coating to produce the controlled release fertilizer material.

In yet another of its aspects the present invention provides a controlled release fertilizer material comprising a particulate plant nutrient surrounded by a coating comprising at least one substantially homogeneous layer of a urethane-containing compound and an organic wax. 25

Thus, we have surprisingly and unexpectedly discovered that an improved controlled release fertilizer material and process for production thereof may be achieved from a coating which is the reaction product of a mixture comprising: 30 a polyol, an isocyanate and an organic wax. Specifically, while it is known use wax as a pre-coat before application of the urethane layer and/or as post-coat after

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-3-

application of the urethane layer, the advantages of incorporating the wax with the urethane forming reagents has heretofore been unknown. This advantages include:

- 5 (i) the ability to extend the release rate profile for a given
 plant nutrient having a given amount of urethane coating
 thereon;
- 10 (ii) the ability to achieve a desirable release rate profile using
 significantly less coating that used with comparable prior
 art coating techniques; and
- 15 (iii) the ability to obtain such a product via one-step process
 (i.e., compared to the multi-step processes of the prior art).

Other advantages will become apparent to those of skill in art having the present specification in hand.

As stated hereinabove, the present controlled release fertilizer material comprises a coating derived from a mixture comprising: a polyol, an isocyanate and an organic wax. The polyol and isocyanate are chemically reactive and form a urethane. The organic wax is believed to be physically intermixed with the so-formed urethane - i.e., the preferred organic wax for use herein is believed to be substantially chemically inert to the polyol and the isocyanate components. The resultant coating is a substantially homogeneous layer. In other words, unlike the prior art approach taught by Hudson and by others involving multiple, distinct coatings of urethane and wax, the coating produced in the present controlled release fertilizer incorporates urethane and organic wax in at least one substantially homogeneous layer (of course multiple such coatings are contemplated within the scope of the controlled release fertilize material). In this context, it will be understood that the term "homogeneous" is used in a somewhat broad sense for the purpose of excluding a controlled release fertilizer material

20

25

30

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-4-

comprising only distinct layers of urethane and wax (e.g., the fertilizer material taught by Hudson).

As used throughout this specification, the term "urethane-containing compound" is intended to mean a product obtained by reacting a polyol and an isocyanate. Typically, the so-produced compound will be a polyurethane.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWING

Embodiments of the present invention will be described with reference to the accompanying Figure in which there is illustrated the release rate profile a controlled release fertilizer in accordance with the present invention and the release rate profiles of prior art controlled release fertilizers.

BEST MODE FOR CARRYING OUT THE INVENTION

Accordingly, in one of its aspects, the present invention relates to a controlled release fertilizer material comprising a particulate plant nutrient surrounded by a coating.

The choice of particulate plant nutrient material useful for the present controlled release fertilizer material is not particularly restricted and is within the purview of a person skilled in the art.

For example, the plant nutrient material used may selected from those disclosed in Hudson. Preferably, such a plant nutrient comprises a water soluble compound, more preferably a compound containing at least one member selected from the group consisting of nitrogen, phosphorus, potassium, sulfur and mixtures thereof. A preferred such plant nutrient comprises urea. Other useful examples of plant nutrients are taught in United States patent 5,571,303 [Bexton] - e.g., ammonium sulfate, ammonium phosphate and mixtures thereof.

Preferably, the coating surrounds the plant nutrient material in an amount in the range of from about 1.0 to about 10 percent by weight, more preferably from about 1.5 to about 5.0 percent by weight, most preferably from about 2.0 to about 4.0 percent by weight, based on the weight of the plant nutrient material.

The coating is the reaction product of a mixture comprising: a polyol, an isocyanate and an organic wax.

-5-

The choice of polyol is not particularly restricted and is within the purview of a person skilled in the art. For example, the polyol may be a hydroxyl-terminated backbone of a member selected from the group comprising polyether, polyester, polycarbonate, polydiene and polycaprolactone. Preferably, such a polyol is selected from the group comprising hydroxyl-terminated polyhydrocarbons, hydroxyl-terminated polyformals, fatty acid triglycerides, hydroxyl-terminated polyesters, hydroxymethyl-terminated polyesters, hydroxymethyl-terminated perfluoromethylenes, polyalkyleneether glycols, polyalkylenearyleneether glycols and polyalkyleneether triols. More preferred polyols are selected from the group comprising polyethylene glycols, adipic acid-ethylene glycol polyester, poly(butylene glycol), poly(propylene glycol) and hydroxyl-terminated polybutadiene - see, for example, British patent No. 1,482,213. The most preferred such polyol is a polyether polyol. Preferably, such a polyether polyol has a molecular weight in the range of from about 200 to about 20,000, more preferably from about 2,000 to about 10,000, most preferably from about 2,000 to about 8,000.

A particularly preferred class of polyols are those disclosed in Hudson. Preferably, such a polyol comprises from about 2 to about 6 hydroxyl moieties. More preferably, such a polyol comprises at least one C₁₀-C₂₂ aliphatic moiety. Most preferably, the polyol comprises castor oil.

Additionally, the polyol may be derived from natural sources such as soybean, corn, canola, soybean and the like (i.e., to produce naturally occurring modified oils). An example of such a synthetic polyol comprising a canola base is commercially available from Urethane Soy Systems Corp. (Princeton, Illinois).

The isocyanate suitable for used in producing the coating is not particularly restricted and the choice thereof is within the purview of a person skilled in the art. Generally, the isocyanate compound suitable for use may be represented by the general formula:

30
$$Q(NCO)_i$$

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-6-

wherein i is an integer of two or more and Q is an organic radical having the valence of i . Q may be a substituted or unsubstituted hydrocarbon group (e.g. an alkylene or arylene group). Moreover, Q may be represented by the general formula:

5



wherein Q^i is an alkylene or arylene group and Z is chosen from the group comprising $-O-$, $-O-Q^i-$, $-CO-$, $-S-$, $-S-Q^i-S-$ and $-SO_2-$. Examples of isocyanate compounds which fall within the scope of this definition include hexamethylene diisocyanate, 1,8-diisocyanato-p-methane, xylyl diisocyanate, (OCNCH₂CH₂CH₂OCH₂)₂, 1-methyl-2,4-diisocyanatocyclohexane, phenylene diisocyanates, tolylene diisocyanates, chlorophenylene diisocyanates, diphenylmethane-4,4'-diisocyanate, naphthalene-1,5-diisocyanate, triphenylmethane-4,4',4''-triisocyanate and isopropylbenzene-alpha-4-diisocyanate.

In another embodiment, Q may also represent a polyurethane radical having a valence of i . In this case $Q(NCO)_i$ is a compound which is commonly referred to in the art as a prepolymer. Generally, a prepolymer may be prepared by reacting a stoichiometric excess of an isocyanate compound (as discussed hereinabove) with an active hydrogen-containing compound (as discussed hereinabove), preferably the polyhydroxyl-containing materials or polyols discussed above. In this embodiment, the polyisocyanate may be, for example, used in proportions of from about 30 percent to about 200 percent stoichiometric excess with respect to the proportion of hydroxyl in the polyol.

In another embodiment, the isocyanate compound suitable for use in the process of the present invention may be selected from dimers and trimers of isocyanates and diisocyanates, and from polymeric diisocyanates having the general formula:

30

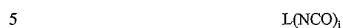


WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-7-

wherein both i and j are integers having a value of 2 or more, and Q'' is a polyfunctional organic radical, and/or, as additional components in the reaction mixture, compounds having the general formula:



wherein i is an integer having a value of 1 or more and L is a monofunctional or polyfunctional atom or radical. Examples of isocyanate compounds which fall with the scope of this definition include ethylphosphonic diisocyanate, phenylphosphonic diisocyanate, compounds which contain a =Si-NCO group, 10 isocyanate compounds derived from sulphonamides (QSO₂NCO), cyanic acid and thiocyanic acid.

See also, for example, British patent No. 1,453,258.

Non-limiting examples of suitable isocyanates include: 1,6-
15 hexamethylene diisocyanate, 1,4-butylene diisocyanate, furfurylidene diisocyanate, 2,4-toluene diisocyanate, 2,6-toluene diisocyanate, 2,4'-diphenylmethane diisocyanate, 4,4'-diphenylmethane diisocyanate, 4,4'-diphenylpropane diisocyanate, 4,4'-diphenyl-3,3'-dimethylmethane diisocyanate, 1,5-naphthalene diisocyanate, 1-methyl-2,4-diisocyanate-5-chlorobenzene, 2,4-
20 diisocyanato-s-triazine, 1-methyl-2,4-diisocyanato cyclohexane, p-phenylene diisocyanate, m-phenylene diisocyanate, 1,4-naphthalene diisocyanate, dianisidine diisocyanate, bitoluene diisocyanate, 1,4-xylylene diisocyanate, 1,3-xylylene diisocyanate, bis-(4-isocyanatophenyl)methane, bis-(3-methyl-4-isocyanatophenyl)methane, polymethylene polyphenyl polyisocyanates and
25 mixtures thereof.

A particularly preferred group of isocyanates are those described in Hudson.

Preferably, the polyol and isocyanate are used in amounts such that the ratio of NCO groups in the isocyanate to the hydroxyl groups in the polyol is in
30 the range of from about 0.8 to about 3.0, more preferably from about 0.8 to about 2.0, most preferably from about 0.9 to about 1.1.

-8-

The wax used in the mixture to produce the coating may be selected from those described in Hudson and from silicon waxes (commercially available from Dow Corning). Thus, the preferred wax comprises a drop melting point of at least about 30°C, preferably in the range of from about 40°C to about 120°C, more preferably in the range of from about 50°C to about 120°C. More preferably, the wax is substantially non-tacky below a temperature of about 40°C. The preferred wax comprises a C₂₀₊ alpha olefin, more preferably a C₂₀₋₄₀ alpha olefin.

Preferably, the organic wax is present in the mixture in an amount of up to about 50 percent by weight, based on the combined weight of the organic wax and the polyol. More preferably, the organic wax is present in the mixture in an amount in the range of from about 1.0 to about 25 percent by weight, based on the combined weight of the organic wax and the polyol. Most preferably, the organic wax is present in the mixture in an amount in the range of from about 2.0 to about 10 percent by weight based, on the combined weight of the organic wax and the polyol.

Step (a) in the present process comprises contacting a particulate plant nutrient with a mixture comprising: a polyol, an isocyanate and an organic wax to produce a coating surrounding the particulate plant nutrient. The precise mode of applying the mixture to the plant nutrient is not particularly restricted - see for, example column 5, lines 31-63 of Hudson.

In the present process, it is preferred to conduct Step (a) at a temperature in the range of from about 50°C to about 105°C, more preferably in the range of from about 60°C to about 90°C, most preferably in the range of from about 70°C to about 80°C.

Preferably, Step (a) comprises contacting the particulate plant nutrient with a first stream comprising the polyol and a second stream comprising the isocyanate, the first stream and the second stream being independent of one another. More preferably, the first stream comprises a mixture of the polyol and the organic wax. In this embodiment, the particulate plant nutrient may be contacted simultaneously with the first stream and the second stream. Alternatively, the particulate plant nutrient with the first stream followed by the

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-9-

second stream. In a further preferred embodiment, Steps (a) and (b) of the present process are repeated at least once to produce a controlled release fertilizer material having a plurality of coating layers.

Embodiments of the present invention will be illustrated with reference to the following Examples which should not be used to limit or construe the invention.

EXAMPLE 1

In this Example, a controlled release fertilizer material was prepared according to the teachings of United States patent 5,538,531 [Hudson et al. (Hudson)]. Accordingly, it will be recognized that this Example is provided for comparative purposes only and is outside the scope of the present invention.

The apparatus used in this Example was capable of applying coating components to a 7.5 kg batch. The apparatus consisted of a Plexiglas horizontal drum 16 inches in diameter and 20 inches in length. The drum end plates had a central 5 inch hole through which the coating components and the substrate are added. The drum internals consisted of four substantially evenly spaced longitudinal baffles, each baffle being about 1 inch in height. The drum was rotated at 75 fpm peripheral speed or about 18 rpm using a Separ™, variable speed drive, horizontal drum roller. The internal temperature of the drum and substrate was maintained at about 75°C using variable setting electric heating guns. The heating guns were positioned to direct hot air through the holes in the drum end plates.

The coating components were added at a substantially consistent rate using individual Masterflex™ peristaltic pumps and a modified Amacoil™ Machinery auto-sampler. The sampler portion was removed and an individual stainless steel tubing for each component was attached to the drive assembly. This allowed the coating components to be distributed the full length of the drum at a substantially constant travel speed.

The substrate used in this Example was granulated urea (46-0-0). This substrate had a SGN (Size Guide Number) of 240. The substrate (7.5 kg) was

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-10-

preheated in an oven to about 75°C and was allowed to roll in the coating drum until the temperature has stabilized to 75°C.

The polyol used in this Example was commercially available castor oil in an amount of 42.95 g. The isocyanate used in this Example was polymeric diphenylmethane diisocyanate (BASF PAPI No. 17) in an amount of 19.52 g. The two components are simultaneously added to the coating apparatus through individual lines or pipettes near the top of the rolling bed. The 2.5 weight percent coat was applied to the substrate in three substantially equal layers with about six minutes between application of each layer - i.e., the weight of the total coat was 2.5 weight percent based on the weight of the substrate.

A C₃₀ alpha olefin wax commercially available from Chevron was preheated to about 150°C and then was applied in a single layer to the urethane coated substrate. The wax was used in an amount to provide a weight of 1.5 weight percent based on the weight of the substrate. Six minutes after the wax was applied, the drum and contents are cooled with a controlled stream of pressurized air to about 35°C.

Thus, in this Example, the sum of the urethane coat and the wax layer was 4 weight percent based on the weight of the substrate.

The water release rate profile for the controlled release fertilizer material was then determined. In the analysis, a Technicon AutoAnalyzer™ was calibrated and used pursuant to the teachings of *Automated Determination of Urea and Ammoniacal Nitrogen* (University of Missouri, 1980). The following procedure was used:

1. Accurately weigh 15 grams (± 0.1 mg) of the sample into a weigh dish. Record the weight of sample. Transfer the sample to 125 mL Erlenmeyer flask.
2. Add 75 mL of demineralized water and stopper the flask.
3. Gently swirl the sample and water until all the particles are submersed.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-11-

4. Let the sample stand for a specified time at a constant temperature (typically at room temperature).
5. Gently swirl the flask to mix the solution and decant only the solution to a 100 mL volumetric flask.
6. Rinse the sample with demineralized water adding to the volumetric flask.
10. 7. Bulk to volume of volumetric flask and mix thoroughly.
8. If the test is to be repeated for another time period, repeat starting at Step 2.
15. 9. Once the Technicon AutoAnalyzer II is on line, transfer some of this solution (or perform the required dilutions if necessary) to the Technicon sample cups for analysis.
20. 10. Record the results as parts per million N-NH₃ (read directly from a Shimadzu Integrator).

EXAMPLE 2

The methodology in Example 1 was repeated with the exception that, prior to application of the urethane forming polyol and isocyanate, the substrate was pre-coated with the C₃₀₊ alpha olefin wax (pre-heated to about 150°C) applied as a single layer. The wax was used in an amount to provide a weight of 0.3 weight percent based on the weight of the substrate. Accordingly, it will be recognized that this Example is provided for comparative purposes only and is outside the scope of the present invention.

A three-layer polyurethane coating as applied to the pre-coated substrate as described in Example 1 (44.0 g castor oil and 18.4 g isocyanate). Again, the

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-12-

weight of the total polyurethane coat was 2.5 weight percent based on the weight of the substrate. A 600 g portion of the urethane coated substrate was removed.

Thereafter, a three-layer coating of the C₃₀₊ alpha olefin wax (pre-heated to about 150°C) was applied to the remaining urethane coated substrate. The wax was used in an amount to provide a weight of 1.5 weight percent based on the weight of the substrate (in this case, about 35 g was per layer of the three-layer coating).

The water release rate profile for the controlled release fertilizer material was then determined using the test procedure described above in Example 1.

10

EXAMPLE 3

In this Example, a controlled release fertilizer was prepared in accordance with the present invention.

The apparatus used to apply the coating components was a SS horizontal insulated drum having a 12 inch diameter a 5½ inches in width. An enclosed back plate was attached to a variable speed drive. The front plate had a central 8 inch opening through which the substrate and the coating components are added. The drum internals consist of four substantially evenly spaced longitudinal baffles, each about ½ inch high. The drum was rotated at 75 rpm peripheral speed or about 24 rpm. The internal temperature of the drum and substrate was maintained at about 75°C using a variable setting electric heating gun. The coating components are added using individual automatic macro pipettes capable of adding 1/3 the weight of each coating component in a single addition.

The same substrate (1 kg) as used in Examples 1 and 2 was pre-heated to 75°C in the (smaller) apparatus described above. Castor oil (5.63 g) at 140°C was mixed with C₃₀₊ alpha olefin wax (0.33 g). A coating was applied to the substrate consisting of three layers of 5.96 g (5.5 wt. % C₃₀₊ in castor oil) of the castor oil/wax mixture and 2.35 g isocyanate added simultaneously for a total coating weight of 2.5%. The time period between application of successive layers of urethane was approximately 6 minutes. Six minutes after the final urethane layer was applied the product was cooled.

25
30

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-13-

The water release rate profile for the controlled release fertilizer material was then determined using the test procedure described above in Example 1.

5 The water release rate profiles for the controlled release fertilizer material produced in Examples 1-3 are illustrated in the accompanying Figure.

As shown, when it is desired to have material with a release profile of nitrogen extending over 6-8 months, the water release rate profile for the material produced in Example 3 (the invention) is significantly better than that for the material produced in Example 1 (the Hudson material). Further, this was
10 achieved using significantly less coating in Example 3 (2.5 weight percent based on the weight of the substrate) compared with Example 1 (4.0 weight percent based on the weight of the substrate).

With reference to Example 2 (wax pre-coat and post-coat), while the water release rate profile is closer to that achieved in Example 3 (the invention),
15 this was achieved using a three-step process whereas the material of Example 3 was made using a one-step process.

Accordingly, the material of Example 3 and the production thereof is a significant advance over the prior art.

20 While the present invention has been described in detail, including reference to the Examples, it will of course be readily understood that a number of modifications to the exemplified embodiment will be apparent to those of skill in the art with this specification in hand, which modifications do not depart from the spirit and scope of the present invention.

25 All publications, patents and patent applications referred to herein are incorporated by reference in their entirety to the same extent as if each individual publication, patent or patent application was specifically and individually indicated to be incorporated by reference in its entirety.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-14-

What is claimed is:

1. A controlled release fertilizer material comprising a particulate plant nutrient surrounded by a coating which is the reaction product of a mixture comprising: a polyol, an isocyanate and an organic wax.
2. The controlled release fertilizer material defined in claim 1, wherein the plant nutrient comprises a water soluble compound.
3. The controlled release fertilizer material defined in claim 2, wherein the water soluble compound comprises a compound containing at least one member selected from the group consisting of nitrogen, phosphorus, potassium, sulfur and mixtures thereof.
4. The controlled release fertilizer material defined in claim 1, wherein the plant nutrient comprises urea.
5. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-4, wherein the polyol comprises from about 2 to about 6 hydroxyl moieties.
6. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-4, wherein the polyol comprises at least one C₁₀-C₂₂ aliphatic moiety.
7. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-4, wherein the polyol comprises castor oil.
8. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-7, wherein the isocyanate is selected from the group consisting of diphenylmethane diisocyanate, toluene diisocyanate, aliphatic isocyanates, derivatives thereof, polymers thereof and mixtures thereof.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-15-

9. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-7, wherein the isocyanate contains from about 1.5 to about 3.0 isocyanate groups per molecule.
10. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-7, wherein the isocyanate contains from about 10% to about 50% NCO.
11. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-7, wherein the isocyanate comprises polymeric diphenylmethane diisocyanate.
12. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-11, wherein the organic wax comprises a drop melting point of at least about 30°C.
13. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-11, wherein the organic wax comprises a drop melting point in the range of from about 40°C to about 120°C.
14. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-11, wherein the organic wax comprises a drop melting point in the range of from about 50°C to about 120°C.
15. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-12, wherein the organic wax is substantially non-tacky below a temperature of about 40°C.
16. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-15, wherein organic wax comprises a C₂₀₊ alpha olefin.
17. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-15, wherein organic wax comprises a C₂₀₋₄₀ alpha olefin.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-16-

18. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-17, wherein the coating is present in an amount in the range of from about 1 to about 10 percent by weight based on the weight of particulate plant nutrient.

19. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-17, wherein the coating is present in an amount in the range of from about 1.5 to about 5.0 percent by weight based on the weight of particulate plant nutrient.

20. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-17, wherein the coating is present in an amount in the range of from about 2.0 to about 4.0 percent by weight based on the weight of particulate plant nutrient.

21. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-20, wherein the ratio of NCO groups from the isocyanate to the hydroxyl groups in the polyol in the mixture is in the range of from about 0.8 to about 3.0.

22. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-20, wherein the ratio of NCO groups from the isocyanate to the hydroxyl groups in the polyol in the mixture is in the range of from about 0.8 to about 2.0.

23. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-20, wherein the ratio of NCO groups from the isocyanate to the hydroxyl groups in the polyol in the mixture is in the range of from about 0.9 to about 1.1.

24. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-23, wherein the amount of organic wax in the mixture is up to about 50 percent by weight based on the combined weight of the organic wax and the polyol.

25. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 1-24, wherein the amount of organic wax in the mixture is in the range of from about 1.0 to about 25 percent by weight based on the combined weight of the organic wax and the polyol.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-17-

26. The controlled release fertilizer material defined in any one of claims 24, wherein the amount of organic wax in the mixture is in the range of from about 2.0 to about 10 percent by weight based on the combined weight of the organic wax and the polyol.

27. A process for producing a controlled release fertilizer material comprising the steps of:

(a) contacting a particulate plant nutrient with a mixture comprising: a polyol, an isocyanate and an organic wax to produce a coating surrounding the particulate plant nutrient; and

(b) curing the coating to produce the controlled release fertilizer material.

28. The process defined in claim 27, wherein the particulate material is agitated during Step (a).

29. The process defined in any one of claims 27-28, wherein Step (a) is conducted at a temperature in the range of from about 50°C to about 105°C.

30. The process defined in any one of claims 27-28, wherein Step (a) is conducted at a temperature in the range of from about 60°C to about 90°C.

31. The process defined in any one of claims 27-28, wherein Step (a) is conducted at a temperature in the range of from about 70°C to about 80°C.

32. The process defined in any one of claims 27-28, wherein Step (a) comprises contacting the particulate plant nutrient with a first stream comprising the polyol and a second stream comprising the isocyanate, the first stream and the second stream being independent of one another.

33. The process defined in claim 32, wherein the first stream comprises a mixture of the polyol and the organic wax.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-18-

34. The process defined in claim 32, wherein Step (a) comprises contacting the particulate plant nutrient simultaneously with the first stream and the second stream.
35. The process defined in claim 32, wherein Step (a) comprises contacting the particulate plant nutrient with the first stream followed by the second stream.
36. The process defined in claim 32, wherein Steps (a) and (b) are repeated at least once to produce a controlled release fertilizer material having a plurality of coating layers.
37. The process defined in any one of claims 27-36, wherein the plant nutrient comprises a water soluble compound.
38. The process defined in claim 37, wherein the water soluble compound comprises a compound containing at least one member selected from the group consisting of nitrogen, phosphorus, potassium, sulfur and mixtures thereof.
39. The process defined in any one of claims 27-36, wherein the plant nutrient comprises urea.
40. The process defined in any one of claims 27-39, wherein the polyol comprises from about 2 to about 6 hydroxyl moieties.
41. The process defined in any one of claims 27-39, wherein the polyol comprises at least one C₁₀-C₂₂ aliphatic moiety.
42. The process defined in any one of claims 27-39, wherein the polyol comprises castor oil.

-19-

43. The process defined in claim 27-39, wherein the isocyanate is selected from the group consisting of diphenylmethane diisocyanate, toluene diisocyanate, aliphatic isocyanates derivatives thereof, polymers thereof and mixtures thereof.

44. The process defined in any one of claims 27-43, wherein the isocyanate contains from about 1.5 to about 3.0 isocyanate groups per molecule.

45. The process defined in any one of claims 27-44, wherein the isocyanate contains from about 10% to about 50% NCO.

46. The process defined in any one of claims 27-42, wherein the isocyanate comprises polymeric diphenylmethane diisocyanate.

47. The process defined in any one of claims 27-46, wherein the organic wax comprises a drop melting point of at least about 30°C.

48. The process defined in any one of claims 27-46, wherein the organic wax comprises a drop melting point in the range of from about 40°C to about 120°C.

49. The process defined in any one of claims 27-46, wherein the organic wax comprises a drop melting point in the range of from about 50°C to about 120°C.

50. The process defined in any one of claims 27-49, wherein the organic wax is substantially non-tacky below a temperature of about 40°C.

51. The process defined in any one of claims 27-50, wherein organic wax comprises a C₂₀₊ alpha olefin.

52. The process defined in any one of claims 27-50, wherein organic wax comprises a C₂₀₋₄₀ alpha olefin.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-20-

53. The process defined in any one of claims 27-52, wherein the mixture is used in an amount to provide a coating in an amount in the range of from about 1 to about 10 percent by weight based on the weight of particulate plant nutrient.

54. The process defined in any one of claims 27-52, wherein the mixture is used in an amount to provide a coating in an amount in the range of from about 1.5 to about 5.0 percent by weight based on the weight of particulate plant nutrient.

55. The process defined in any one of claims 27-52, wherein the mixture is used in an amount to provide a coating in an amount in the range of from about 2.0 to about 4.0 percent by weight based on the weight of particulate plant nutrient.

56. The process defined in any one of claims 27-55, wherein the ratio of NCO groups from the isocyanate to the hydroxyl groups in the polyol in the mixture is in the range of from about 0.8 to about 3.0.

57. The process defined in any one of claims 27-55, wherein the ratio of NCO groups from the isocyanate to the hydroxyl groups in the polyol in the mixture is in the range of from about 0.8 to about 2.0.

58. The process defined in any one of claims 27-55, wherein the ratio of NCO groups from the isocyanate to the hydroxyl groups in the polyol in the mixture is in the range of from about 0.9 to about 1.1.

59. The process defined in any one of claims 27-58, wherein the amount of organic wax in the mixture is up to about 50 percent by weight based on the combined weight of the organic wax and the polyol.

WO 02/00573

PCT/CA01/00923

-21-

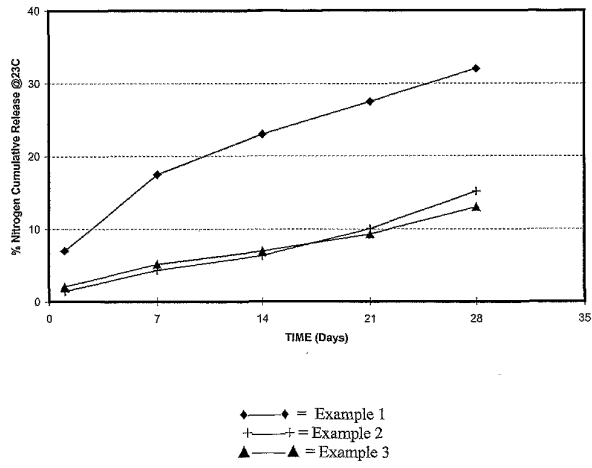
60. The process defined in any one of claims 27-58, wherein the amount of organic wax in the mixture is in the range of from about 1.0 to about 25 percent by weight based on the combined weight of the organic wax and the polyol.

61. The process defined in any one of claims 27-58, wherein the amount of organic wax in the mixture is in the range of from about 2.0 to about 10 percent by weight based on the combined weight of the organic wax and the polyol.

62. A controlled release fertilizer material comprising a particulate plant nutrient surrounded by a coating comprising at least one substantially homogeneous layer of a urethane-containing compound and an organic wax.

1/1

Figure



【国際公開パンフレット(コレクトバージョン)】

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
3 January 2002 (03.01.2002)

PCT

(10) International Publication Number
WO 02/000573 A3

(51) International Patent Classification: **C05G 3/00**,
C05C 9/00, C05G 5/00

(74) Agents: NASSIF, Omar, A. et al.; Gowling Lafleur Hen-
derson LLP Commerce Court West, Suite 4900, Toronto,
Ontario M5L 1J3 (CA).

(21) International Application Number: PCT/CA01/00923

(22) International Filing Date: 27 June 2001 (27.06.2001)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
09/604,161 27 June 2000 (27.06.2000) US

(71) Applicant (for all designated States except US): **AGRIUM
INC.** [CA/CA]; 13131 Lake Fraser Drive, Calgary, Alberta
T2J 7E8 (CA).

(81) Designated States (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU,
AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU,
CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH,
GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC,
LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW,
MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK,
SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA,
ZW.

(84) Designated States (regional): ARIPO patent (GH, GM,
KI, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), Eurasian
patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European
patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE,
IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NI, SN, TD, TG).

(72) Inventors: and

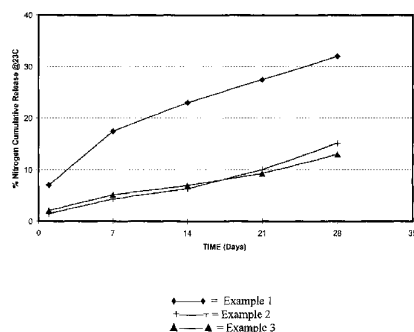
(75) Inventors/Applicants (for US only): **GEIGER, Albert, J.**
[CA/CA]; 121 - 23061 Twp Road 543, Fort Saskatchewan,
Alberta T8L 4A1 (CA). **STELMACK, Eugene, G.**
[CA/CA]; 7999 Centre Street, Fort Saskatchewan, Alberta
T8L 4E5 (CA). **BABIAK, Nicolette, M.** [CA/CA]; 4506 -
47 Avenue, Box 189, Gibbons, Alberta T0A 1N0 (CA).

Published:
— with international search report

(88) Date of publication of the international search report:
1 August 2002

[Continued on next page]

(54) Title: CONTROLLED RELEASE FERTILIZER AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF



WO 02/000573 A3

(57) Abstract: A controlled release fertilizer material comprising a particulate plant nutrient surrounded by a coating which is the reaction product of a mixture comprising: a polyol, an isocyanate and an organic wax.

WO 02/00573 A3



For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International Application No. PCT/CA 01/00923
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C05G3/00 C05C9/00 C05G5/00		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C05C C05G		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 200018 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A25, AN 2000-098055 XP002188710 & CA 2 272 480 A (SUMITOMO CHEM CO LTD), 22 November 1999 (1999-11-22) abstract	1
X	& CA 2 272 480 A (SUMIMOTO) 22 November 1999 (1999-11-22) claims page 4, line 20 - line 24 page 6, line 7 -page 17, line 2	1-62
X	EP 0 867 422 A (CENTRAL GLASS CO LTD) 30 September 1998 (1998-09-30) claims page 3, line 49 -page 8, line 1	1-62
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.
* Special categories of cited documents:		
A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance		*T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
E earlier document but published on or after the international filing date		*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another claim or other special reason (as specified)		*Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		*Z* document member of the same patent family
P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search 30 January 2002	Date of mailing of the international search report 11/02/2002	
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-3040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer RODRIGUEZ FONTAO, M	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/CA 01/00923

C/(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 538 531 A (HUDSON ALICE P ET AL) 23 July 1996 (1996-07-23) cited in the application the whole document ---	1-62
A	US 5 803 946 A (YANG XIAOMING ET AL) 8 September 1998 (1998-09-08) the whole document -----	1-62

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No
PCT/CA 01/00923

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
CA 2272480	A	NONE	
EP 0867422	A	30-09-1998	
		JP 10265288 A	06-10-1998
		JP 10291881 A	04-11-1998
		EP 0867422 A2	30-09-1998
		KR 248285 B1	15-03-2000
		NO 981350 A	28-09-1998
		TW 442448 B	23-06-2001
		US 6176891 B1	23-01-2001
		US 6322606 B1	27-11-2001
US 5538531	A	23-07-1996	NONE
US 5803946	A	08-09-1998	
		AU 711631 B2	21-10-1999
		AU 3492297 A	07-01-1998
		CA 2258832 A1	24-12-1997
		EP 0906252 A1	07-04-1999
		JP 2000501692 T	15-02-2000
		WO 9748664 A1	24-12-1997

フロントページの続き

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,CH,CY,DE,DK,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NO,NZ,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VN,YU,ZA,ZW

(72)発明者 ゲイガー、アルバート・ジェイ

カナダ国、ティー8エル・4エー1、アルバータ州 フォート・サスカチワン、ティーダブリュピ
ー・ロード 543、121-23061

(72)発明者 ステルマック、ユージーン・ジー

カナダ国、ティー8エル・4イー5、アルバータ州 フォート・サスカチワン、センター・ストリ
ート 7999

(72)発明者 バビアック、ニコレット・エム

カナダ国、ティー0エー・1エヌ0、アルバータ州 ギボンズ、ボックス 189、47 アベニ
ュー 4506

Fターム(参考) 4H061 AA01 AA02 BB01 BB21 BB31 DD18 EE07 EE22 EE35 FF15

HH03 LL02 LL26