



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104394979 B

(45)授权公告日 2017.05.24

(21)申请号 201380033825.7

(22)申请日 2013.05.17

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104394979 A

(43)申请公布日 2015.03.04

(30)优先权数据
61/648,707 2012.05.18 US
61/648,884 2012.05.18 US
61/648,766 2012.05.18 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2014.12.25

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2013/041630 2013.05.17

(87)PCT国际申请的公布数据
W02013/173739 EN 2013.11.21

(73)专利权人 巴斯夫欧洲公司
地址 德国路德维希港

(72)发明人 R·尼夫 A·格尔沙诺维切
D·蒙特

(74)专利代理机构 北京市中咨律师事务所
11247
代理人 肖威 林柏楠

(51)Int.Cl.
B01J 13/14(2006.01)
B01J 13/22(2006.01)
C05G 3/00(2006.01)

(56)对比文件
US 6231633 B1,2001.05.15,
WO 2010149713 A1,2010.12.29,
CN 1636989 A,2005.07.13,
CN 1956938 A,2007.05.02,
审查员 郑方圆

权利要求书3页 说明书18页

(54)发明名称
包封颗粒

(57)摘要

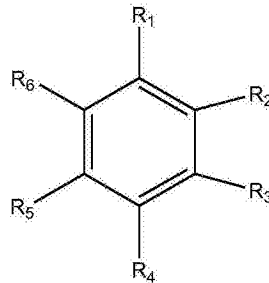
包封颗粒,其包含核颗粒、聚氨酯层和蜡。聚氨酯层位于核颗粒周围且蜡位于聚氨酯层周围。聚氨酯层包含异氰酸酯和多元醇组分的反应产物。该多元醇组分包含重量比为约1:2至约10:1的衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇和不同于该催化多元醇的聚醚多元醇。包封核颗粒的方法,包括以下步骤:提供核颗粒、异氰酸酯、多元醇组分和蜡。该方法也包括以下步骤:将异氰酸酯和多元醇组分混合和反应以形成聚氨酯,用包含聚氨酯的聚氨酯层包封核颗粒,和用蜡包封聚氨酯层。

1. 包封颗粒,其包含:
 - A. 核颗粒;
 - B. 位于所述核颗粒周围且包含如下组分的反应产物的聚氨酯层;
 - (i) 单体和/或聚合的二苯基甲烷二异氰酸酯,和
 - (ii) 多元醇组分,其包含;
 - a. 衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇,和
 - b. 不同于所述催化多元醇的聚醚多元醇;和
 - C. 位于所述聚氨酯层周围的蜡层,所述蜡层包含蜡,所述蜡以基于核颗粒总重量计0.5-3.0wt%的量存在;

其中所述多元醇组分中所述催化多元醇与所述聚醚多元醇的重量比是从1:2至10:1;和

其中所述核颗粒在38°C下在水中老化所述包封颗粒7天后具有小于60wt%的溶解率。

2. 根据权利要求1的包封颗粒,其中所述基于芳香族胺的起始物具有下式:



其中R1包含烷基、胺基和氢之一;和

其中R2-R6各自独立地包含胺基和氢之一,只要R1-R6中至少一个是胺基。

3. 根据权利要求1的包封颗粒,其中所述催化多元醇具有从2.5至8的标称官能度。
4. 根据权利要求1的包封颗粒,其中所述催化多元醇在25°C下具有从400至25000cP的粘度。
5. 根据权利要求1的包封颗粒,其中所述聚醚多元醇具有从2.5至5的标称官能度。
6. 根据权利要求1的包封颗粒,其中所述聚醚多元醇具有从400至15000g/mol的数均分子量。
7. 根据权利要求1所述的包封颗粒,其中所述催化多元醇具有从100至700mg KOH/g的羟基数。
8. 根据权利要求1所述的包封颗粒,其中所述催化多元醇具有从240至2250g/mol的数均分子量。
9. 根据权利要求1所述的包封颗粒,其中所述聚醚多元醇具有从20至300mg KOH/g的羟基数。
10. 根据权利要求1所述的包封颗粒,其中所述聚醚多元醇具有在25°C下从100至10000cP的粘度。
11. 根据权利要求1-10任一项的包封颗粒,其中所述蜡包含石油蜡。
12. 根据权利要求1-10任一项的包封颗粒,其中所述核颗粒包含尿素。
13. 根据权利要求1-10任一项的包封颗粒,其中所述聚氨酯层进一步定义为所述异氰

酸酯和所述多元醇组分在有机聚硅氧烷存在下反应的反应产物。

14. 根据权利要求1-10任一项的包封颗粒,其中所述核颗粒在38°C下在水中老化所述包封颗粒7天后具有小于25wt%的溶解率。

15. 包封核颗粒的方法,所述方法包括以下步骤:

- A. 提供核颗粒;
- B. 提供单体和/或聚合的二苯基甲烷二异氰酸酯;
- C. 提供多元醇组分,其包含:
 - a. 衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇,和
 - b. 不同于该催化多元醇的聚醚多元醇;
- E. 提供蜡;
- F. 将单体和/或聚合的二苯基甲烷二异氰酸酯和多元醇组分混合和反应以形成聚氨酯;
- G. 用包含聚氨酯的聚氨酯层包封该核颗粒;和
- H. 用包含蜡的蜡层包封聚氨酯层,所述蜡以基于核颗粒总重量计0.5-3.0wt%的量存在;

其中多元醇组分的催化多元醇与聚醚多元醇的重量比为从1:2至10:1;和

其中核颗粒在38°C下在水中老化该包封颗粒7天后具有小于60wt%的溶解率。

16. 根据权利要求15的方法,其中该蜡包含石油蜡。

17. 根据权利要求15的方法,其中异氰酸酯和多元醇组分混合和反应以形成聚氨酯的步骤在有机聚硅氧烷存在下进行。

18. 根据权利要求15所述的方法,进一步包括以下步骤:在混合异氰酸酯和多元醇组分步骤之前或与之同时加热核颗粒、异氰酸酯和多元醇组分中至少一种至高于40°C的温度。

19. 根据权利要求15所述的方法,其中混合异氰酸酯和多元醇组分的步骤在用聚氨酯层包封核颗粒的步骤之前进行。

20. 根据权利要求15所述的方法,其中混合异氰酸酯与多元醇组分的步骤与用聚氨酯层包封核颗粒的步骤同时进行。

21. 根据权利要求15-20中任一项所述的方法,进一步包括将异氰酸酯喷射至核颗粒上的步骤和将多元醇组分喷射至核颗粒上的步骤。

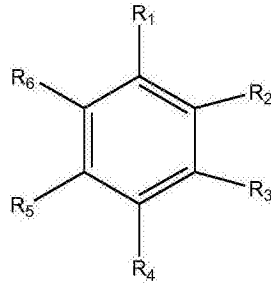
22. 根据权利要求15-20中任一项所述的方法,其中将异氰酸酯喷射至核颗粒上的步骤在将多元醇组分喷射至核颗粒上的步骤之前进行。

23. 用聚氨酯层和蜡层包封核颗粒的体系,所述体系包含:

A. 单体和/或聚合的二苯基甲烷二异氰酸酯;和

B. 多元醇组分,其包含:

i. 衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇,所述起始物具有下式:



其中R₁包含烷基、胺基和氢之一；和

其中R₂-R₆各自独立地包含胺基和氢之一，只要R₁-R₆中至少一个是胺基，和

ii. 不同于所述催化多元醇的聚醚多元醇；

其中所述多元醇组分的所述催化多元醇与所述聚醚多元醇的重量比为从1:2至10:1；

其中所述蜡层包含蜡，所述蜡以基于核颗粒总重量计0.5-3.0wt%的量存在；并且

其中所述核颗粒在38℃下在水中老化该包封颗粒7天后具有小于60wt%的溶解率。

包封颗粒

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请要求2012年5月18日提交的美国临时专利申请No.61/648,707,2102年5月18日提交的61/648,766和2012年5月18日提交的61/648,884的权益和优先权,其在此通过参考整体并入本申请。

[0003] 本申请与转让给相同受让人的以下美国非临时专利申请相关,它们均通过参考整体并入本申请:美国专利申请No.***,2013年5月17日提交,名称为“包封颗粒(ENCAPSULATED PARTICLE)”,要求美国临时专利申请No.61/648,697的优先权,代理案卷号PF-72188/065322.00185,发明人为Alice Hudson,Lillian Senior,Bernard Sencherey和Victor Granquist。

发明领域

[0004] 本申请总体上涉及包封颗粒。更具体地,本申请涉及包含核颗粒、聚氨酯层和蜡的包封颗粒。

背景技术

[0005] 包含层(例如硫磺层)和核颗粒的包封颗粒是本领域已知的。硫磺层的厚度和外部完整性限制了核颗粒释放的速率(即溶解)。现有技术包封颗粒倾向于需要大量的硫磺(例如,基于包封颗粒总重量计的大于15wt%的硫磺),由此降低了包封颗粒中的核颗粒的总量。此外,由硫磺组成的层倾向于显示易脆性,且在处理期间常遭受破坏。当硫磺层破坏或破裂时,部分核颗粒很快释放且使剩余的核颗粒部分暴露于可快速溶解核颗粒因此阻碍控制释放的水和其他液体。通常核颗粒的快速溶解是不期望的,因为包封核颗粒的至少一个目的是为了实现在包封颗粒随时间的控制释放。

[0006] 其他现有技术包封颗粒包含与硫磺层相对的聚氨酯层。然而,这些包封颗粒倾向于显示以下表面缺陷和问题:不一致的外部完整性(如用聚氨酯层对核颗粒的部分包封),不一致的聚氨酯层厚度,和聚氨酯层内的凹陷和坑。与上述相似,当具有表面缺陷的聚氨酯层位于核颗粒周围时,可使部分核颗粒部分暴露或与剩余聚氨酯层厚度不一致的聚氨酯层的薄部可导致水和其他液体快速渗透聚氨酯层。上述两情况中任一个一般会导致核颗粒的快速溶解,因此阻碍核颗粒的控制释放,通常这是不期望的。

[0007] 此外,一些包含聚氨酯层的包封颗粒在包封过程期间附聚,这导致了包封颗粒下降的产率。通常附聚在包封核颗粒期间发生。在包封过程期间的核颗粒的附聚倾向于降低包封效率,阻碍用聚氨酯层对核颗粒的完全包封,限制具有一致厚度的聚氨酯层的形成,相对于为包封核颗粒所需的核颗粒的量提高所需的聚氨酯层的量,降低包封颗粒的产率,和在生产出的包封颗粒的聚氨酯层中导致凹陷和坑。因此,存在需要研制改进的包封颗粒和包封核颗粒的方法。

[0008] 发明概述和优点

[0009] 本发明公开了包封颗粒。该包封颗粒包含核颗粒、位于核颗粒周围的聚氨酯层和

位于聚氨酯层周围的蜡。聚氨酯层包含异氰酸酯和多元醇组分的反应产物。多元醇组分包含重量百分比为约1:2至约10:1的衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇和不同于催化多元醇的聚醚多元醇。核颗粒通过包括以下步骤的方法包封:提供核颗粒、提供异氰酸酯、提供多元醇组分和提供蜡。该方法也包括以下步骤:将异氰酸酯和多元醇组分混合和反应以形成聚氨酯,和用包含聚氨酯的聚氨酯层包封核颗粒,以及用蜡包封聚氨酯层。此外,提供了用聚氨酯层包封核颗粒的体系。该体系包含异氰酸酯和多元醇组分。

[0010] 催化多元醇给予了聚氨酯层弹性、抗磨性和控释性。进一步,包封核颗粒的方法促进了对核颗粒的更完全的包封,聚氨酯层的一致和极小的厚度,提高的包封颗粒的产率,以及最小化的聚氨酯层内的缺陷。提高包封颗粒的产率和改善包封颗粒的质量减少了形成包封颗粒所需的时间和花费。此外,聚氨酯层的经改善的性质允许包封颗粒抵抗水的快速渗透和提供控制的释放(例如核颗粒的溶解)。

[0011] 发明详述

[0012] 包封颗粒包含核颗粒、位于核颗粒周围的聚氨酯层和位于聚氨酯层周围的蜡。核颗粒通常包含肥料,该肥料可包括钙、镁、氮、磷、钾、硫和其组合。该肥料可选自氮肥、磷肥、钾肥、硫肥和其组合(例如混合肥料)。合适的肥料包括但不限于无水氨、尿素、硝酸铵、尿素硝铵、硝酸铵钙、磷酸、磷酸一铵、聚磷酸铵、硫磷酸铵、钾碱、硝酸铵、硫酸铵、硫酸和其组合。在一实施方式中,该肥料是氮肥(如尿素)。在又一实施方式中,该肥料是硫酸铵。

[0013] 在核颗粒包含肥料的实施方式中,核颗粒也可包含不同于肥料的组分。该其他组分包括但不限于除草剂、杀虫剂、杀菌剂和其他用于农业应用中的组分。然而,包封颗粒不限于用于农业应用中且本申请的核颗粒不限于肥料或上述的其他组分。

[0014] 虽然核颗粒的形状不是关键的,具有球形形状的核颗粒是代表性的。因此,核颗粒通常是圆形的或者大体上球形的。核颗粒可为任意尺寸。在一实施方式中,核颗粒具有从No.170至5/16英寸、或者从No.35至No.31/2、或者No.18至No.5网孔的颗粒尺寸,使用美国筛系列根据标准分级技术测量。在另一个实施方式中,核颗粒具有0.1-10mm、或者0.1-7mm、或者0.5-5mm、或者1-4mm、或者1.5-2.5mm的颗粒尺寸。圆的或大体上球形且具有上述颗粒尺寸的核颗粒相比于具有其他颗粒尺寸的核颗粒,通常容许更薄和更均匀的聚氨酯层。

[0015] 回到聚氨酯层,该聚氨酯层可部分或全部位于核颗粒周围。在一实施方式中,该聚氨酯层位于至少75%、或者至少95%、或者至少99%的核颗粒上。此外,应了解该聚氨酯层可包含单一聚氨酯层或多个聚氨酯层。在一实施方式中,该聚氨酯层包含至少两个聚氨酯层,或者至少三个聚氨酯层,或者至少四个聚氨酯层,或者至少五个聚氨酯层,或者至少六个聚氨酯层。应了解该核颗粒可用至少一个聚氨酯层和一个或多个包含不同于聚氨酯的材料的额外的层包封。

[0016] 通常,各个聚氨酯层具有从约5-50微米、或者10-40微米、或者15-35微米的平均厚度。应了解该聚氨酯层可根据一种或多种所需的性质(如包封颗粒的溶解速率)以不同的厚度使用。

[0017] 该聚氨酯层包含异氰酸酯和多元醇组分的反应产物。异氰酸酯可包含一种或多种异氰酸酯。通常,该异氰酸酯是芳香族异氰酸酯。在一实施方式中,该异氰酸酯包括但不限于单体和聚合的二苯基甲烷二异氰酸酯,单体和聚合的甲苯二异氰酸酯和其混合物。在另一实施方式中,该异氰酸酯为商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的

LUPRANATE[®]M20。

[0018] 如**LUPRANATE[®]M20**的聚合的二苯基甲烷二异氰酸酯提供了高的交联密度和中等的粘度。或者,如**LUPRANATE[®]M Isocyanate**的单体二苯基甲烷二异氰酸酯提供低的粘度和高NCO含量以及低标称官能度。相似地,如**LUPRANATE[®]MP102**的甲苯二异氰酸酯也提供了低粘度和高NCO含量以及低标称官能度。本领域技术人员会基于从其形成的聚氨酯层的所需的性质选择合适的异氰酸酯。

[0019] 通常,异氰酸酯在25℃下具有1-3000cp、或者20-1000cp、或者50-300cp、或者600-800cp的粘度。具有低至中等粘度的异氰酸酯促进了异氰酸酯至核颗粒上的喷射。异氰酸酯通常具有1-5、或者1.5-4、或者2.0-2.7的标称官能度,其允许异氰酸酯与多元醇组分的有效反应以及改善了成本效率。通常,异氰酸酯具有20-50wt%、或者25-40wt%、或者30-33wt%、或者20-30wt%、或者21-25wt%的NCO含量。该NCO含量提供了帮助聚氨酯层形成的高的分子交联密度。该NCO含量也提供了每单位质量更多的化学键以改善成本效率。异氰酸酯的粘度,标称官能度和NCO含量可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数值和分数值。在一实施方式中,基于异氰酸酯和多元醇组分总重量计,异氰酸酯以40-60wt%、或者45-55wt%、或者48-52wt%的量使用。

[0020] 回到多元醇组分,该多元醇组分包含衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇和不同于该催化多元醇的聚醚多元醇。在一实施方式中,多元醇组分包含一种或多种不同于催化多元醇和聚醚多元醇二者的其他多元醇。该多元醇组分通常包含具有至少两个OH官能团的多元醇。除了OH官能团之外,该多元醇组分可包含具有一个或多个NH官能团的多元醇。

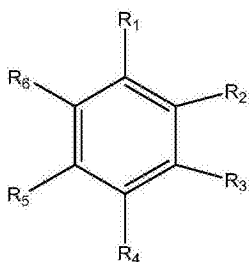
[0021] 作为一个整体,该多元醇组分具有不同于,但取决于包含于该多元醇组分中的各个多元醇的性质的不同的物理和化学性质。通常,该多元醇组分在25℃下具有100-5000cp、或者150-3000cp、或者200-2000cp的粘度。该多元醇组分通常具有大于2、或者2-6、或者2.5-4、或者3-3.5的标称官能度。通常,该多元醇组分具有50-600mg KOH/g、或者100-500mg KOH/g、或者150-300mg KOH/g的OH数。该多元醇组分的粘度、标称官能度和OH数可为以上范围外的任意值,但通常为那些范围内的整数值和分数值。在一实施方式中,基于异氰酸酯和多元醇组分的总重量计,多元醇组分以40-60wt%、或者45-55wt%、或者48-52wt%的量使用。

[0022] 该催化多元醇是指“催化的”多元醇,因为该催化多元醇可替代催化剂用于促进异氰酸酯和多元醇组分的化学反应。换句话说,包含催化多元醇的多元醇组分相比于不包含催化多元醇的多元醇组分,通常可在较少催化剂存在(甚至无催化剂存在)下在较低温度下与异氰酸酯化学反应。如上所示,该催化多元醇衍生自胺基起始物。然而,该催化多元醇可用多于一种起始物形成。在一实施方式中,该催化多元醇是用胺基起始物与二丙二醇共起始的。不被任何特定理论束缚或限制,据信催化多元醇的胺含量促进了异氰酸酯与多元醇组分的反应。

[0023] 催化多元醇通常包括氧化烯取代基。合适的氧化烯取代基的例子包括氧化乙烯、氧化丙烯、氧化丁烯、氧化戊烯,其混合物,氧化烯-四氢呋喃混合物,和表卤代醇。

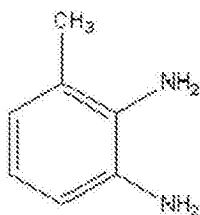
[0024] 如上述,该催化多元醇从基于芳香族胺的起始物形成。在一实施方式中,该基于芳香族胺的起始物是下式:

[0025]

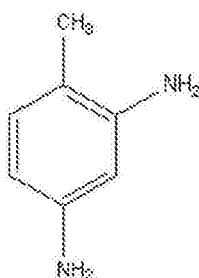


[0026] 其中R₁包括烷基、胺基和氢中之一,和R₂-R₆各自独立地包括胺基和氢中之一,只要R₁-R₆中至少一个是胺基。因此,应理解R₁可为烷基、胺基或氢或包括其组合的任意化合物中的任一个。也应理解R₂-R₆不必须是相同的,且各自可包括胺基或氢。也应理解术语“胺基”始终可指R-N-H基团或NH₂基团。

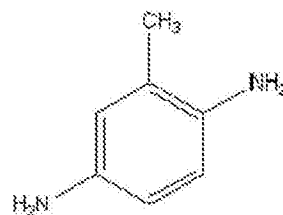
[0027] 基于芳香族胺的起始物可包括但不限于甲苯二胺。甲苯二胺的合适例子包括但不限于下式和其混合物:



2, 3-甲苯二胺

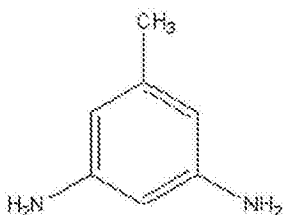


2, 4-甲苯二胺

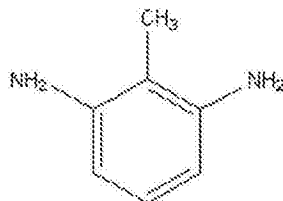


2, 5-甲苯二胺

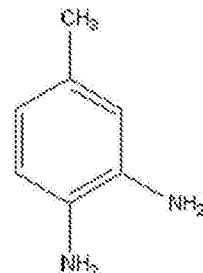
[0028]



3, 5-甲苯二胺



2, 6-甲苯二胺



3, 4-甲苯二胺

[0029] 不被任何特定理论束缚或限制,据信异氰酸酯和多元醇之间的混溶性最小化了包封颗粒的聚氨酯层中的表面缺陷的形成。例如,当非芳香族多元醇与诸如芳香族异氰酸酯的异氰酸酯结合时,混溶性可受损。该非芳香族多元醇可与芳香族异氰酸酯只在界面上以部分方式反应,这导致从其形成的聚氨酯层中的表面缺陷(如凹陷和坑)。如上所述的基于芳香族胺的起始物倾向于生成与该异氰酸酯混溶(例如,完全混溶)的催化多元醇。据信异氰酸酯和衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇的混溶性倾向于由两个主要效果导致。首先,据信混溶性受到色散力影响,该色散力在催化多元醇和异氰酸酯的相似芳族部分之间产生瞬间诱导的偶极。该瞬间诱导的偶极允许催化多元醇和异氰酸酯有效混合。其次,催化多元醇和异氰酸酯芳族部分的平面几何形状允许催化多元醇和异氰酸酯的互补堆积,据信该平面几何形状影响了混溶性。这样,异氰酸酯与催化多元醇有效混合。

[0030] 通常,从基于芳香族胺的起始物形成的催化多元醇在25°C下具有400-25000cp、或者450-20000cp的粘度。在一实施方式中,该催化多元醇在25°C下具有500-2500cp、或者

1000-2000cp、或者1500-2500cp、或者1800-2000cp的粘度。在另一实施方式中,该催化多元醇在25℃下具有1000-10000cp、或者3000-8000cp、或者4500-6000cp的粘度。在又一实施方式中,该催化多元醇在25℃下具有15000-25000cp、或者16000-20000cp、或者17500-19000cp的粘度。通常,该催化多元醇具有大于2.5、或者2.5-8、或者2.5-4.5、或者3.5-4.5的标称官能度。该催化多元醇通常具有100-700mg KOH/g、或者200-500mg KOH/g、或者250-350mg KOH/g的OH数。在另一实施方式中,该催化多元醇具有350-450mg KOH/g的OH数。在又一实施方式中,该催化多元醇具有400-500mg KOH/g的OH数。通常,该催化多元醇具有240-2250g/mol、或者330-1120g/mol、或者370-900g/mol的数均分子量。这个实施方式的催化多元醇的粘度、标称官能度、OH数,和数均分子量可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数和分数值。合适的催化多元醇的例子可以商品名**PLURACOL**[®]1168,**PLURACOL**[®]735和**PLURACOL**[®]1578商购自BASF Corporation of Florham Park, NJ。

[0031] 催化多元醇的性质影响聚氨酯层的性质。催化多元醇的粘度影响多元醇组分至核颗粒上的喷射。催化多元醇的标称官能度影响多元醇组分和异氰酸酯的反应。催化多元醇的OH数影响聚氨酯层的交联密度。

[0032] 催化多元醇通常以基于100重量份的多元醇组分计的1-95重量份、或者10-65重量份、或者10-45重量份、或者45-55重量份、或者15-35重量份、或者5-25重量份的量存在于多元醇组分中。催化多元醇的量可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数和分数值。

[0033] 如上所述,多元醇组分也包含聚醚多元醇。该聚醚多元醇通常从起始物和多个氧化烯单元形成。在一实施方式中,多个氧化烯单元包含基于多个氧化烯单元总重量计的至少50wt%的氧化丙烯单元。或者,多个氧化烯单元包含基于多个氧化烯单元总重量计的至少50wt%、60wt%、70wt%、80wt%、90wt%、95wt%或99wt%的氧化丙烯单元。又或者,该多个氧化烯单元可包含基于多个氧化烯单元总重量计的100wt%的氧化丙烯单元。该聚醚多元醇通常具有大于400g/mol的数均分子量,因为该数均分子量倾向于改善聚氨酯层的性能表现。更具体地,具有大于400g/mol数均分子量的聚醚多元醇倾向于赋予聚氨酯层弹性、抗磨性和控释性。在一实施方式中,该聚醚多元醇具有400-15000g/mol、或者500-7000g/mol、或者500-5000g/mol的数均分子量。通常,该聚醚多元醇在25℃下具有100-10000cp或者100-5000cp的粘度。该聚醚多元醇通常具有至少2.5、或者2.5-5、或者2.8-3.2的标称官能度。通常,该聚醚多元醇具有20-300mg KOH/g、或者23-275mg KOH/g、或者25-250mg KOH/g的OH数。聚醚多元醇的数均分子量、粘度、标称官能度和OH数可为以上范围外的任意值,但通常为那些范围内的整数和分数值。

[0034] 在一实施方式中,聚醚多元醇是中等分子量的仲羟基封端多元醇。在这个实施方式中,该聚醚多元醇通常由至少一个非胺基三官能起始物起始。起始这个实施方式的聚醚多元醇的合适的起始物包括丙三醇、三羟甲基丙烷、丙二醇、二丙二醇、异丙二醇、山梨醇、蔗糖和类似物。在这个实施方式中,该聚醚多元醇通常具有470-1400g/mol、或者500-1200g/mol、或者600-1000g/mol、或者600-800g/mol的数均分子量。通常,这个实施方式的聚醚多元醇在25℃下具有150-700cp、或者160-600cp、或者170-370cp的粘度。这个实施方式的聚醚多元醇通常具有大于2.5、或者2.75-5、或者2.8-3.2的标称官能度。通常,这个实

施方式的聚醚多元醇具有100-300mg KOH/g、或者180-280mg KOH/g、或者220-240mg KOH/g的OH数。这个实施方式的聚醚多元醇的数均分子量、粘度、标称官能度和OH数可为以上范围外的任意值,但通常为那些范围内的整数值和分数值。这个实施方式的合适的聚醚多元醇是可以商品名**PLURACOL**[®]GP730商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的。

[0035] 在另一实施方式中,该聚醚多元醇是聚醚三元醇。在这个实施方式中,该聚醚多元醇通常由至少一种非胺基三官能起始物起始。起始这个实施方式的聚醚多元醇的合适起始物包括丙三醇、三羟甲基丙烷、丙二醇、二丙二醇、异丙二醇、山梨醇、蔗糖和类似物。在这个实施方式中,该聚醚多元醇通常具有500-5500g/mol、或者1000-5000g/mol、或者2000-4000g/mol、或者2500-3500g/mol的数均分子量。通常,这个实施方式的聚醚多元醇在25℃下具有100-1000cp、或者250-750cp、或者450-650cp的粘度。在这个实施方式中,该聚醚多元醇通常具有至少2.5、或者2.75-5、或者2.8-3.2的标称官能度。通常,这个实施方式的聚醚多元醇具有10-100mg KOH/g、或者25-75mg KOH/g、或者45-65mg KOH/g、或者50-60mg KOH/g的OH数。这个实施方式的聚醚多元醇的数均分子量、粘度、标称官能度和OH数可为以上范围外的任意值,但通常为那些范围内的整数值和分数值。这个实施方式的一个合适的聚醚多元醇是以商品名**PLURACOL**[®]4156商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的。

[0036] 在又另一实施方式中,该聚醚多元醇是仲羟基封端的接枝聚醚三元醇。在这个实施方式中,该聚醚多元醇通常由至少一种非胺基三官能起始物起始。起始这个实施方式的聚醚多元醇的合适起始物包括丙三醇、三羟甲基丙烷、丙二醇、二丙二醇、异丙二醇、山梨醇、蔗糖和类似物。在这个实施方式中,该聚醚多元醇通常具有1000-10000g/mol、或者4000-7000g/mol、或者5000-6000g/mol的数均分子量。通常,这个实施方式的聚醚多元醇在25℃下具有1000-10000cp、或者3000-6000cp、或者3000-5000cp、或者4000-5000cp的粘度。在这个实施方式中,该聚醚多元醇通常具有至少2.5、或者2.75-5、或者2.8-3.2的标称官能度。通常,这个实施方式的聚醚多元醇具有10-100mg KOH/g、或者10-75mg KOH/g、或者10-50mg KOH/g、或者20-50mg KOH/g、或者20-40mg KOH/g、或者25-35mg KOH/g的OH数。这个实施方式的聚醚多元醇的数均分子量、粘度、标称官能度和OH数可为以上范围外的任意值,但通常为那些范围内的整数值和分数值。这个实施方式的一个合适的聚醚多元醇是以商品名**PLURACOL**[®]4600商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的。

[0037] 聚醚多元醇通常以基于100重量份的多元醇组分计的10-100重量份、或者40-90重量份、或者40-60重量份、或者65-85重量份、或者75-95重量份的量存在于多元醇组分中。聚醚多元醇的量可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数值和分数值。

[0038] 聚醚多元醇通常在多元醇组分中以大于催化多元醇量的量存在。多元醇组分中聚醚多元醇与催化多元醇的重量比通常为1:2-10:1、或者2:1-10:1、或者2:1-8:1、或者2.5:1-6:1、或者5:1-6:1、或者2:1-4:1、或者2.5:1-3.5:1、或者1:2-2:1。聚醚多元醇与催化多元醇的重量比可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数值和分数值。

[0039] 不被任何特定理论束缚或限制,据信在此描述的异氰酸酯和多元醇组分的不同性质、比值和量最小化了包封颗粒的聚氨酯层中的附聚和表面缺陷的形成。更具体地,据信聚醚多元醇与催化多元醇的比值部分地影响用聚氨酯层包封核颗粒的步骤以及聚氨酯层的性能表现。在包封步骤期间,该比值有助于最优处理条件(例如粘度、反应速度和不附聚)。

进一步地,该比值有助于为形成合适聚氨酯层(即具有优秀抗磨性和溶解速率的聚氨酯层)所需的交联密度和分子结构。

[0040] 在一实施方式中,多元醇组分或异氰酸酯包含油。在一实施方式中,该油溶于包括衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇和不同于催化多元醇的聚醚多元醇的多元醇组分。在这个实施方式中,油在涂覆和固化过程期间可进一步最小化包封颗粒的附聚。在聚氨酯固化期间该油基本上不与异氰酸酯、多元醇组分或其他存在的液体发生化学反应。换句话说,该油基本上不含有已知与多元醇组分和/或异氰酸酯反应的取代基,例如羟基和胺基。在某些实施方式中,在固化期间,低于存在的该油的总量的10wt%、5wt%、1wt%、0.5wt%或0.1wt%的油与多元醇组分、异氰酸酯、和/或其他存在的液体反应。又或者,在一具体实施方式中,在固化期间,没有油与多元醇组分、异氰酸酯、和/或其他存在的液体反应。

[0041] 油可加至异氰酸酯中、多元醇组分中或可加至多元醇组分和异氰酸酯的混合物中。虽然不特别限定,该油可包括大豆油、芥花籽油、花生油、葵花籽油、棉籽油、衍生自植物油的甲酯和其组合。在一具体实施方式中,该油包括衍生自植物油的甲酯。

[0042] 如果使用的话,通常该油以基于异氰酸酯和多元醇组分总重量计的1-30wt%、或者5-25wt%、或者约10-20wt%的量存在。然而,本领域技术人员会理解,根据该包封颗粒的应用,其他量的油也可使用。

[0043] 在另一实施方式中,聚氨酯层在一种或多种催化剂存在下形成。在这个实施方式中,该多元醇组分或该异氰酸酯可包含一种或多种催化剂。如果包含的话,该催化剂通常包含在多元醇组分中。该催化剂通常存在于多元醇组分中以催化多元醇组分和异氰酸酯之间的反应。应理解,该催化剂通常在多元醇组分和异氰酸酯之间的反应中不消耗。合适的催化剂的例子包括但不限于胺催化剂(例如凝胶化催化剂如二丙二醇中的胺催化剂;发泡催化剂如二丙二醇中的双(二甲基氨基乙基)醚),金属催化剂,例如锡、铋、铅、钾等,和有机金属催化剂,例如基于但不限于锌、铋、锡、铁、铅、汞、镉、钙、锰、钾和钠的辛酸盐、萘酸盐、月桂酸盐、乙酸盐等。合适催化剂的具体非限制性例子包括二丙二醇中的33%的三亚乙基二胺、二月桂酸二丁基锡、二乙二醇中的70%辛酸钾、二乙二醇中的乙酸钾、乙酸钾、1,2-二甲基咪唑和二月桂酸二甲基锡。

[0044] 在又另一实施方式中,该聚氨酯层在硅酮表面活性剂存在下形成。通常,该硅酮表面活性剂包含有机聚硅氧烷。合适的有机聚硅氧烷的非限制性例子是含有聚硅氧烷主链和聚醚侧链的烷基侧接的有机硅氧烷分子。该例子的烷基侧接的有机硅氧烷分子可为梳状结构或树枝状结构。

[0045] 不被任何特定理论所束缚或限制,据信硅酮表面活性剂改善了多元醇组分和异氰酸酯在核颗粒上的润湿性。因此,硅酮表面活性剂也可描述为润湿剂。也应相信该硅酮表面活性剂进一步改善了该聚氨酯层至核颗粒的粘附性。除此之外,也应相信该硅酮表面活性剂进一步降低了包封颗粒在包封过程期间和之后的结块和附聚。然而,应理解该硅酮表面活性剂不是必需的。

[0046] 通常,包封颗粒的产量是测量通过具有4mm网孔的筛且具有位于其周围的一致的聚氨酯层的包封颗粒的量。硅酮表面活性剂降低了核颗粒的附聚,因此增加了包封颗粒的产量。包封过程通常最大化单个形成和自由流动的包封颗粒的量以及最小化附聚的包封颗

粒的量,因此导致更高的包封颗粒的总产量。

[0047] 在一实施方式中,硅酮表面活性剂是液体且在25℃下具有100-1500cp、或者200-1000cp、或者650-850cp的粘度。硅酮表面活性剂的粘度可在上述范围外变化,但是通常为那些范围内的整数和分数值。

[0048] 合适的硅酮表面活性剂的具体例子包括但不限于,商购自Goldschmidt AG of Essen,DE的**TEGOSTAB**[®]BF 2370,商购自Air Products and Chemicals,Inc.of Allentown,PA的**DABCO**[®]DC5043和商购自Momentive Performance Materials of Albany,NY的**NIAX**[®]Silicone L-5340和L-620二者。特别适合的硅酮表面活性剂是**NIAX**[®]Silicone L-620,其为聚氧化烯甲基硅氧烷共聚物。硅酮表面活性剂可以以基于100重量份的聚氨酯层计的0.01-10、或者0.05-5、或者0.1-3重量份的量存在于聚氨酯层中。硅酮表面活性剂的重量份可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数和分数值。

[0049] 聚氨酯层可任选地包含一种或多种添加剂。适合于本申请目的的添加剂包括但不限于扩链剂、交联剂、链终止剂、加工助剂、粘结促进剂、抗氧化剂、消泡剂、阻燃剂、催化剂、抗起泡剂、水清除剂、分子筛、气相二氧化硅、表面活性剂、紫外光稳定剂、填充剂、触变剂、硅酮、着色剂、颜料、惰性稀释剂和其组合。例如,聚氨酯层中可包含颜料。如果包含的话,聚氨酯层中可包含不同量的添加剂。

[0050] 在一实施方式中,聚氨酯层在包封颗粒中以基于核颗粒总重计的1.0-30.0wt%、或者1.0-20.0wt%、或者1.0-15.0wt%、或者1.0-10.0wt%、或者1.0-5.0wt%、或者2.0-5.0wt%的量存在。包封颗粒中存在的聚氨酯层的量可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数和分数值。

[0051] 通常使用以下描述的测试程序测定包封颗粒中存在的聚氨酯层的量。首先,将20g包封颗粒和500g水(例如去离子水)倒入标准家用搅拌器中。该搅拌器启动,混合该搅拌器的内含物直到该核颗粒,例如尿素,完全溶解。然后使用预称重的过滤纸和布氏漏斗过滤搅拌器的内含物得到固体。然后该过滤物(filtrand)在约100℃下干燥以基本上去除存在于过滤物里残余的水。通常,将该过滤物在100℃下(在烘箱中)干燥约30分钟。干燥后,称量该过滤物。使用过滤物的量(X)(以克计)和核颗粒的量(Y)(以克计)在下式中计算存在于包封颗粒中的聚氨酯层的量(基于该核颗粒的总重量的wt%):

$$[0052] \quad \text{聚氨酯层 (wt\%)} = 100 \cdot (X/Y)$$

$$[0053] \quad X = \text{干燥后的过滤物的量 (以克计)}$$

$$[0054] \quad Y = 20 (\text{包封颗粒的初始量}) - X。$$

[0055] 除了聚氨酯层,包封颗粒包括位于核颗粒周围的蜡。更具体地,蜡位于聚氨酯层上且聚氨酯层位于核颗粒上。可使用的蜡的合适的例子包括但不限于有机蜡、热塑性聚合物、矿物油或其组合。更特别地,蜡可包括石蜡油、石蜡、植物蜡、甘油三酸酯、微晶蜡、矿脂、烯烃、聚乙烯、石油蜡和其组合。在一实施方式中,该蜡包括石油蜡。在另一实施方式中,蜡包括石油蜡和至少一种其他蜡。在一实施方式中,蜡在包封颗粒中以基于核颗粒总重量计的0.1-10.0wt%、或者0.1-5.0wt%、或者0.5-3.0wt%的量存在。包封颗粒中存在的蜡的量可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数和分数值。合适的蜡的具体的非限制性

的例子是商购自The International Group, Inc. of Toronto, CA的**EVACOTE**[®]7089A。

[0056] 包含核颗粒、聚氨酯层和蜡的包封颗粒通常是圆形的或者基本上球形的。多个包封颗粒通常具有以D[4,3]、d(0.1)、d(0.5)和/或d(0.9) (它们都在行业中定义和了解) 报告的尺寸分布。在一些实施方式中,包封颗粒具有0.5-5mm、1-4mm或1-3mm的尺寸分布D[4,3]以及具有0.1-10mm的整体颗粒尺寸范围。在其他实施方式中,包封颗粒具有0.2-2mm、0.4-1.7mm或0.5-1.5mm的尺寸分布d(0.1)以及具有0.1-10mm的整体颗粒尺寸范围。在其他实施方式中,包封颗粒具有0.5-5mm、1-4mm或1-3mm的尺寸分布d(0.5)以及具有0.1-10mm的整体颗粒尺寸范围。在又一些实施方式中,包封颗粒具有0.7-7mm、0.8-5mm或1-4mm的尺寸分布d(0.9)以及具有0.1-10mm的整体颗粒尺寸范围。包封颗粒的D[4,3]、d(0.1)、d(0.5)和d(0.9)尺寸分布可在以上范围外变化,但通常为那些范围内的整数值和分数值。

[0057] 包封颗粒的聚氨酯层和蜡二者影响核颗粒的溶解速率。溶解速率是核颗粒(例如尿素)溶于水的速率。为计算溶解速率,测定溶解率(%)。更具体地,使用下述的测试程序测定溶解率(%)。首先,将50g的包封颗粒和235g的水倒入250mL的广口塑料瓶(瓶)中。将该瓶置于设置在38°C的炉中。在38°C下老化7天后从瓶中取出液体样品。运用折射仪测量样品的折射率。使用折射率和温度校正标准曲线计算溶解于样品中的核颗粒的量(以克计)。使用溶解的核颗粒的量以下式计算溶解率(%) (溶解的核颗粒的百分比):

[0058] $\text{溶解率}(\%) = X / (50 - (\% \text{涂层} / 2))$

[0059] $X = \text{溶解于样品中的核颗粒的量}(\text{g})$

[0060] $\% \text{涂层} = 100\% \cdot \text{施加的涂层的重量} / \text{涂覆的核颗粒的重量}$ 。

[0061] 通常,在38°C下在水中老化包封颗粒7天后该核颗粒具有小于60wt%、或者小于50wt%、或者小于40wt%、或者小于30wt%、或者小于20wt%、或者小于10wt%的溶解率。

[0062] 也可在磨损包封颗粒之后测定溶解率以测试其上形成的涂层的耐久性。倾倒包封颗粒通过管以磨损包封颗粒样品。更具体地,将重量为75g的包封颗粒样品倒入管的顶端,该管长度为6' 和直径为6", 并垂直放置。在管的底端收集样品。将样品倾倒通过管5次。在磨损之后,测试核颗粒的溶解率以测定在上述的磨损之后溶解率是否变化。在磨损之后,在38°C下在水中老化7天后,通常核颗粒具有小于70wt%、或者小于50wt%、或者小于25wt%的溶解率。

[0063] 除了包封颗粒外,本申请涉及形成包封颗粒的体系和用聚氨酯层和蜡包封核颗粒的方法。用聚氨酯层包封核颗粒的体系包含异氰酸酯和多元醇组分。该方法包括提供核颗粒、异氰酸酯、多元醇组分和蜡的步骤。该方法也包括将异氰酸酯和多元醇组分混合和反应以形成聚氨酯和用包含聚氨酯的聚氨酯层包封核颗粒的步骤,这些步骤在下文更详细地描述。此外,该方法进一步包括用蜡包封聚氨酯层的步骤,该步骤也在下文更详细地描述。

[0064] 该方法包括将异氰酸酯和多元醇组分混合和反应的步骤。混合异氰酸酯和多元醇组分且该异氰酸酯和多元醇组分化学反应以形成聚氨酯。将异氰酸酯和多元醇组分混合和反应的步骤可在用包含聚氨酯的聚氨酯层包封核颗粒的步骤之前进行。或者,将异氰酸酯和多元醇组分混合和反应的步骤可与用包含聚氨酯的聚氨酯层包封核颗粒的步骤同时进行。

[0065] 可使用一种或多种技术结合异氰酸酯和多元醇组分,该技术包括但不限于浇注、平盘涂覆、流化床涂覆、共挤出、混合、喷涂和涡流盘包封。在一实施方式中,通过喷射进入

反应器或喷射到反应器(例如桶、鼓、混合器或类似物)上来混合异氰酸酯和多元醇组分。可通过单个喷射枪或多个喷射枪将异氰酸酯和多元醇组分混合和喷射进入反应器或喷射到反应器上。在一实施方式中,在喷嘴中冲击混合异氰酸酯和多元醇组分。也可用单个喷射枪将异氰酸酯和多元醇组分依次喷射进入反应器或喷射到反应器上,且在反应器内混合。或者,可用不同喷射枪将异氰酸酯和多元醇组分同时或依次喷射进入反应器或喷射到反应器上。喷射异氰酸酯和多元醇组分倾向于减少核颗粒的附聚和导致包封颗粒提高的产率。

[0066] 该方法任选地包括喷射异氰酸酯到核颗粒上和喷射多元醇组分到核颗粒上的步骤。喷射异氰酸酯到核颗粒上的步骤可在喷射多元醇组分到核颗粒上的步骤之前进行。或者,喷射异氰酸酯到核颗粒上的步骤可在喷射多元醇组分到核颗粒上的步骤之后进行。喷射异氰酸酯到核颗粒上的步骤也可在喷射多元醇组分到核颗粒上的步骤之前进行,且在喷射多元醇组分到核颗粒上的步骤之后重复。也可考虑异氰酸酯和多元醇组分可同时喷射和/或以不同顺序依次多次喷射到核颗粒上和喷射到彼此上。

[0067] 仅仅作为一个非限制性例子,异氰酸酯和多元醇组分可以以如下顺序喷射到核颗粒上:(1)将一部分异氰酸酯喷射到核颗粒上;(2)将一部分多元醇组分喷射到核颗粒上;(3)将剩余部分的异氰酸酯喷射到核颗粒上;和(4)将剩余部分的多元醇组分喷射到核颗粒上。作为另一个例子,异氰酸酯和多元醇组分可以以如下顺序喷射到核颗粒上:(1)将一部分异氰酸酯喷射到核颗粒上;(2)将一部分多元醇组分喷射到核颗粒上且同时将剩余部分的异氰酸酯喷射到核颗粒上;和(3)将剩余部分的多元醇组分喷射到核颗粒上。

[0068] 在另一个实施方式中,硅酮表面活性剂与异氰酸酯一起提供,与多元醇组分一起提供,和/或独立提供。在另一个实施方式中,在包封步骤之前硅酮表面活性剂可用于预处理核颗粒表面。在又一个实施方式中,硅酮表面活性剂与多元醇组分一起提供,例如在混合异氰酸酯和多元醇组分步骤之前将硅酮表面活性剂与多元醇组分混合。换句话说,硅酮表面活性剂可以以多种方式提供。

[0069] 该方法任选地包括以下步骤:在混合异氰酸酯和多元醇组分的步骤之前或与之同时加热异氰酸酯、多元醇组分、硅酮表面活性剂(如果存在的话)、和/或核颗粒。异氰酸酯、多元醇组分、硅酮表面活性剂(如果存在的话)、和/或核颗粒可各自加热或与彼此间一种或多种组合在一起加热。通常,在包封核颗粒的步骤之前或与之同时加热异氰酸酯、多元醇组分和核颗粒。在一实施方式中,加热异氰酸酯、多元醇组分和核颗粒至高于20℃、或者20-100℃、或者40-90℃、或者50-80℃的温度。

[0070] 如上所述,当混合异氰酸酯和多元醇组分时,异氰酸酯和多元醇组分化学反应以形成聚氨酯和更具体地,包含聚氨酯的聚氨酯层。在一实施方式中,异氰酸酯和多元醇组分在异氰酸酯指数大于80、或者80-200、或者110-190、或者120-180下反应。在不同的实施方式中,异氰酸酯和多元醇组分在异氰酸酯指数为125-180、或者130-180、或者135-180、或者140-180、或者145-180、或者150-180、或者155-180、或者160-180、或者165-180、或者170-180下反应。异氰酸酯指数可在以上范围外变化,但通常为80-200内的整数值和分数值。如本领域所熟知,异氰酸酯指数是与多元醇反应的异氰酸酯的实际的摩尔量与与等摩尔量多元醇反应所需的异氰酸酯的化学计量比的摩尔量的比值。

[0071] 包封步骤可发生一次或可重复。如果重复的话,该步骤各次不必相同。核颗粒可用单层聚氨酯包封一次或用多层聚氨酯包封多次。可考虑将核颗粒用至少一层聚氨酯和一个

或多个包含不同于聚氨酯的材料的额外层包封。在一实施方式中,该聚氨酯层位于至少75%、或者至少95%、或者至少99%的核颗粒上。换句话说,该核颗粒可被聚氨酯层部分或完全包封。

[0072] 该方法任选地包括以下步骤:在混合多元醇组分和异氰酸酯以包封核颗粒之后,加热和/或搅拌该包封颗粒以减少附聚。可在反应器或任意容器中加热和/或搅拌该包封颗粒。在一实施方式中,该包封颗粒在夹套系统中加热和在机械搅拌器(如螺条搅拌机、犁片搅拌机、处理混合器、冲击混合器、转鼓混合器及其组合)中搅拌。在这个实施方式中,通常在20-200°C、或者150-200°C、或者170-190°C、或者40-90°C、或者50-80°C的温度下加热该包封颗粒。在优选实施方式中,通常在170-190°C温度下加热该包封颗粒。此外,在这个实施方式中,通常加热包封颗粒0.5-60分钟、或者2-30分钟、或者4-20分钟的一段时间。

[0073] 搅拌包封颗粒的步骤可包括但不限于,搅拌包封颗粒、混合包封颗粒、振动包封颗粒和其组合。在一实施方式中,搅拌该包封颗粒0.5-60分钟、或者2-30分钟、或者4-20分钟的一段时间。

[0074] 该方法进一步包括用蜡包封聚氨酯层的步骤。在一实施方式中,提供和熔化蜡。然后将熔化的蜡加至具有位于其上的聚氨酯层的核颗粒以形成包封颗粒。通常,在熔化的蜡加至具有位于其上的聚氨酯层的核颗粒之后,搅拌该核颗粒直至熔化的蜡冷却且凝固以形成包封颗粒。

[0075] 在一特定实施方式中,该核颗粒包含氮肥(如尿素)。在这个实施方式中,预热该核颗粒至150°F的温度,且然后将其载入转鼓中。预混合催化多元醇和聚醚多元醇以形成多元醇组分,且预混合该多元醇组分、添加剂(如果存在的话)和硅酮表面活性剂(如果存在的话)以形成该多元醇组分。如果存在的话,将硅酮表面活性剂以基于100重量份的多元醇组分计的1重量份的量加至多元醇组分。也预热异氰酸酯和多元醇组分至150°F的温度。在异氰酸酯指数为130-150下依次喷射异氰酸酯和多元醇组分至核颗粒上,且在无额外加热(即在环境温度下)下形成聚氨酯层。在这个实施方式中,喷射一半的异氰酸酯至核颗粒上且搅拌该鼓的内含物1-5分钟。随后,喷射所有多元醇组分至核颗粒上且搅拌该鼓的内含物1-5分钟。喷射剩余部分的异氰酸酯至核颗粒上且搅拌该鼓的内含物5-10分钟。最后,移除该鼓的内含物,将其加至容器,且将其预热至180°F。然后将熔化的蜡加至容器。搅拌该容器的内含物直至其冷却至室温且该熔化的蜡凝固,由此形成包封颗粒。

[0076] 以下实施例阐述了本申请的特性,且其不应视为限制本申请。除非另有说明,所有份均以重量份给出。

实施例

[0077] 在此描述本发明的包封颗粒1-30。本发明的包封颗粒1-30是根据本申请形成的包封颗粒。

[0078] 为了形成本发明的包封颗粒1-30,使聚氨酯层和蜡位于核颗粒周围。下表1显示了用于形成本发明的包封颗粒1-30的组成,以克和重量百分比计。通过在第一容器中混合衍生自基于芳香族胺的起始物的催化多元醇和不同于催化多元醇的聚醚多元醇来制备多元醇组分,如下表1所示。在第一容器中预热该多元醇组分至150°F。如下表1所示,在第二容器中预热异氰酸酯至150°F。如下表1显示,在第三容器中预热核颗粒至150°F。一旦预热后,将

该核颗粒加至具有26rpm转速的反应器中。不加热该反应器。随后,将一半总重量的经预热的异氰酸酯加至反应器中,且与核颗粒一起搅拌2分钟。接着,将经预热的所有的多元醇组分加至反应器中,且与之前加入的异氰酸酯和核颗粒一起搅拌10分钟。将剩余的异氰酸酯(即其余一半异氰酸酯)加至反应器,且与之前加入的多元醇组分、一半异氰酸酯和核颗粒搅拌10分钟。在搅拌期间,多元醇组分和异氰酸酯反应以形成位于核颗粒周围的聚氨酯层。将涂覆有部分聚氨酯的核颗粒置于烧杯中且预热至180°F。将熔化的蜡加至烧杯且运用压舌板通过手搅拌烧杯的内含物。冷却该混合物至环境温度,且该熔化的蜡凝固以形成蜡和本发明的包封颗粒1-30。

[0079] 评价本发明的包封颗粒1-30以测定性能表现,该性能表现包括附聚(结块)和溶解率(%)。此外,评价本发明的包封颗粒25-30以通过磨损测试测定耐久性。下表1也显示了评价结果。

[0080] 表1

[0081]

	颗粒 1	颗粒 2	颗粒 3	颗粒 4	颗粒 5	颗粒 6
催化多元醇 A (多元醇组分的 wt %)	25	25	-	25	25	-
催化多元醇 B (多元醇组分的 wt %)	-	-	15	-	-	15
催化多元醇 C (多元醇组分的 wt %)	-	-	-	-	-	-
聚醚多元醇 A (多元醇组分的 wt %)	75	75	85	75	75	85
聚醚多元醇 B (多元醇组分的 wt %)	-	-	-	-	-	-
聚醚多元醇 C (多元醇组分的 wt %)	-	-	-	-	-	-
多元醇组分 (g)	45	67.5	43.6	45	67.5	43.6
异氰酸酯 (g)	45	67.5	46.4	45	67.5	46.4
核颗粒 (g)	3000	3000	3000	3000	3000	3000
总量 (g)	3090	3135	3090	3090	3135	3090

[0082]

聚氨酯层数	2	3	2	2	3	2
聚氨酯层(wt %)	3	4.5	3	3	4.5	3
蜡 (wt%)	1	1	1	2	2	2
附聚	好	好	好	好	好	好
磨损*	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a
7天溶解率(%)	46.7	7.9	20.2	37.4	3.3	19.6

[0083] 续表1

[0084]

	颗粒 7	颗粒 8	颗粒 9	颗粒 10	颗粒 11	颗粒 12
催化多元醇 A (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
催化多元醇 B (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
催化多元醇 C (多元醇组分的 wt%)	50	40	50	35	35	35
聚醚多元醇 A (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
聚醚多元醇 B (多元醇组分的 wt%)	50	60	-	-	-	-
聚醚多元醇 C (多元醇组分的 wt%)	-	-	50	65	65	65
多元醇组分 (g)	6	6	6	6	6.56	7
异氰酸酯 (g)	6	6	6	6	5.44	5
核颗粒 (g)	400	400	400	400	400	400
总量 (g)	412	412	412	412	412	412
聚氨酯层数	2	2	2	2	2	2
聚氨酯层(wt%)	3	3	3	3	3	3
蜡 (wt%)	1	1	1	1	1	1
附聚	好	好	好	好	好	好
磨损*	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a
7 天溶解率 (%)	10.2	52.6	8.8	12.6	16.2	17.7

[0085] 续表1

[0086]

	颗粒 13	颗粒 14	颗粒 15	颗粒 16	颗粒 17	颗粒 18
催化多元醇 A	-	-	-	-	-	-

[0087]

(多元醇组分的 wt%)						
催化多元醇 B (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
催化多元醇 C (多元醇组分的 wt%)	50	40	50	35	35	35
聚醚多元醇 A (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
聚醚多元醇 B (多元醇组分的 wt%)	50	60	-	-	-	-
聚醚多元醇 C (多元醇组分的 wt%)	-	-	50	65	65	65
多元醇组分 (g)	6	6	6	6	6.56	7
异氰酸酯 (g)	6	6	6	6	5.44	5
核颗粒 (g)	400	400	400	400	400	400
总量 (g)	412	412	412	412	412	412
聚氨酯层数	2	2	2	2	2	2
聚氨酯层(wt%)	3	3	3	3	3	3
蜡 (wt%)	2	2	2	2	2	2
附聚	好	好	好	好	好	好
磨损*	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a
7天溶解率 (%)	11.4	46.6	6.2	11.5	14.9	14.9

[0088] 续表1

[0089]

	颗粒 19	颗粒 20	颗粒 21	颗粒 22	颗粒 23	颗粒 24
催化多元醇 A (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
催化多元醇 B (多元醇组分的 wt%)	-	30	50	-	30	50
催化多元醇 C (多元醇组分的 wt%)	50	-	-	50	-	-
聚醚多元醇 A (多元醇组分的 wt%)	-	70	-	-	70	-
聚醚多元醇 B (多元醇组分的 wt%)	50	-	50	50	-	50
聚醚多元醇 C (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-

[0090]

多元醇组分 (g)	45.3	45.3	43.5	45.3	45.3	43.5
异氰酸酯 (g)	44.7	44.7	43.2	44.7	44.7	43.2
核颗粒 (g)	3000	3000	3000	3000	3000	3000
总量 (g)	3090	3090	3086.7	3090	3090	3086.7
聚氨酯层数	2	2	2	2	2	2
聚氨酯层 (wt%)	3	3	3	3	3	3
蜡 (wt%)	1	1	1	2	2	2
附聚	好	好	好	好	好	好
磨损*	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a	n/a
7 天溶解率 (%)	38.8	37.6	24.3	32.5	35.7	19.7

[0091] 续表1

[0092]

	颗粒 25	颗粒 26	颗粒 27	颗粒 28	颗粒 29	颗粒 30
催化多元醇 A (多元醇组分的 wt%)	25	25	25	25	25	25
催化多元醇 B (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
催化多元醇 C (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
聚醚多元醇 A (多元醇组分的 wt%)	75	75	75	75	75	75
聚醚多元醇 B (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
聚醚多元醇 C (多元醇组分的 wt%)	-	-	-	-	-	-
多元醇组分 (g)	90.7	45.3	90.7	68	113.3	121.4
异氰酸酯 (g)	69.3	34.7	69.3	52	86.7	78.6
核颗粒 (g)	4000	4000	4000	4000	4000	4000
总量 (g)	4160	4080	4160	4120	4200	4200
聚氨酯层数	2	2	2	2	2	2
聚氨酯层(wt%)	4	2	4	3	5	5
蜡 (wt%)	2	4	3	3	1	2
附聚	好	好	好	好	好	好
磨损* 溶解率(%) 7 天	46.2	48.4	36.3	37.8	37.2	23.8
7 天溶解率 (%)	43.9	47.9	34.2	36.7	34.8	20.9

[0093] *在溶解之前通过倾倒本发明包封颗粒样品25-30通过管以评价本发明的包封颗粒25-30的耐久性。更具体地,将重75g的本发明包封颗粒样品倒入管的顶端,该管长6'和直径为6",且垂直放置。在管的底端收集该样品。将该样品倾倒通过管5次且标签为“磨损”。

[0094] 催化多元醇A是**PLURACOL**[®]1168,商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的芳香族胺起始的多元醇。

[0095] 催化多元醇B是**PLURACOL**[®]735,商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的芳香族胺起始的多元醇。

[0096] 催化多元醇C是**PLURACOL**[®]1578,商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的芳香族胺起始的多元醇。

[0097] 聚醚多元醇A是**PLURACOL**[®]GP730,商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的聚醚多元醇。

[0098] 聚醚多元醇B是**PLURACOL**[®]4156,商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的聚醚多元醇。

[0099] 聚醚多元醇C是**PLURACOL**[®]4600,商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的聚醚多元醇。

[0100] 异氰酸酯是**LUPRANATE**[®]M20,商购自BASF Corporation of Florham Park,NJ的聚合的二苯基甲烷二异氰酸酯。

[0101] 核颗粒是尿素球+5/-16网孔,尺寸指导数225-255,均匀度指数45-55。

[0102] 当包封颗粒通过具有4mm网孔的筛时,基于对其的客观观察测定附聚。当包封颗粒附聚或结块在一起且不通过筛时,记录下“结块”的观察值。或者,当包封颗粒自由通过筛时,记录下“好”的观察值。通常附聚暗示着包封颗粒下降的产率和核颗粒的更高溶解速率。

[0103] 使用如下所述的测试程序测定溶解率。首先,将50g的涂覆的尿素颗粒和235g的水倒入250mL的广口塑料瓶(瓶)中。将该瓶置于设置在38°C的炉中。在38°C下老化7天后从瓶中取出液体样品。运用折射仪测量样品的折射率。运用读出的折射率和温度校正标准曲线计算溶解于各样品中的尿素的量(以克计)。使用溶解的尿素的量和下式计算溶解率(%) (溶解的尿素的百分比):

[0104] $\text{溶解率}(\%) = X / (50 - (\% \text{涂层} / 2))$

[0105] $X = \text{溶解于样品中的尿素的量}(\text{g})$

[0106] $\% \text{涂层} = 100\% \times \text{施加的涂层的重量} / \text{涂覆的尿素的重量}$ 。

[0107] 现在参考表1的数据,本发明的包封颗粒1-30具有优秀的性能表现。更具体地,本发明的包封颗粒1-30不附聚且具有缓慢的溶解速率(即优秀的控释性)。进一步地,“被磨损”的本发明包封颗粒25-30的样品,如上所述,显示了优秀的耐久性。

[0108] 应当理解的是,所附权利要求不限于特定和具体的化合物、组合物或在发明详述中描述的方法,它们可以在落入所附权利要求书范围内的具体实施方式之间变化。对于本文所依赖的用于描述各实施方式的特定特征或方面的任何马库什组,应当理解的是,可以从独立于所有其它马库什要素的各个马库什组的每个元素获得不同的、特殊的和/或意外的结果。马库什组的每个要素都可以单独地和/或组合地使用,并为在附加的权利要求书的范围内的具体实施方式提供足够的支持。

[0109] 还应当理解,在描述本发明的各实施方式时依赖的任何范围和子范围独立地或全体地落入所附权利要求的范围之内,并且被理解为描述和设想包括其中的全部和/或部分值的所有范围,即使这样的值在本文中未明确表述。本领域技术人员容易认识到,所列举的范围和子范围充分地描述本发明的各种实施方式并使本发明的各种实施方式能够实施,并且这样的范围和子范围可进一步划定成相应的两半、各个三分之一、各个四分之一、各个五分之一等等。仅作为一个例子,范围“0.1至0.9”,可再划分成下三分之一,即从0.1至0.3,中间三分之一,即从0.4至0.6,和上三分之一,即从0.7到0.9,其各自和全体在所附权利要求书的范围内,并且可以单独和/或全体地使用,并为落入所附的权利要求书的具体实施方式提供足够的支持。另外,对于定义或修改范围的语句,诸如“至少”,“大于”,“小于”,“不超过”等,应当理解这样的语句包括子范围和/或上限或下限。作为另一个例子,“至少10”的范围内地包括从至少10至35的子范围,从至少10至25的子范围,从25至35的子范围等等,并且每个子范围可以单独和/或全体地使用,并为落入所附的权利要求书范围内的具体实施方式提供足够的支持。最后,在所公开的范围内的个体数字可以使用,并为落入所附的权利要求书的范围内的具体实施方式提供足够的支持。例如,“从1到9”的范围包括各单独的整

数,例如3,以及包括小数点(或分数)的各个数,例如4.1,其可以使用并为落入所附权利要求的范围内的实施方式提供足够的支持。

[0110] 本发明已经以示例性的方式描述,并且应理解,已经使用的术语旨在描述的词语的性质,而非限制。显然,根据上述教导本发明的许多修改和变型是可能的。因此,应理解在所附权利要求的范围内,本发明可以不同于具体描述的那样来实施。