

# 發明專利說明書

200410640

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號： 9-11908

※ 申請日期： 92-07-11

※IPC 分類：A23K3/03

壹、發明名稱：(中文/英文)

包含至少一種二甲酸鹽之製備物

PREPARATIONS COMPRISING AT LEAST ONE DIFORMATE

貳、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

德商巴地斯顏料化工廠

BASF AKTIENGESELLSCHAFT

代表人：(中文/英文)

1. 史達克

PPA. STARK

2. 衛克

PPA. WICKE

住居所或營業所地址：(中文/英文)

德國來恩河勞域沙芬市卡羅波斯克街

CARL-BOSCH-STRASSE, 67056 LUDWIGSHAFEN, GERMANY

國籍：(中文/英文)

德國 GERMANY

參、發明人：(共 9 人)

姓名：(中文/英文)

1. 麥可 席翁赫  
MICHAEL SCHOENHERR
2. 喬恩 卡爾  
JOERN KARL
3. 亞歷山大 豪克  
ALEXANDER HAUK
4. 哥得 迪爾伯德  
GERD DIEBOLD
5. 安德魯斯 海比克  
ANDREAS HABICH
6. 羅伯特 蘭茲  
ROBERT LENZ
7. 安娜 維利斯卡 羅曼  
ANNA VALESKA LOHMANN
8. 弗爾克 席米德特  
VOLKER SCHMIDT
9. 李夫 赫尼維克  
LEIF HJORNEVIK

住居所地址：(中文/英文)

1. 德國富蘭肯塞爾市康德林克街18號  
CONRAD-LINCK-STR. 18, 67227 FRANKENTHAL, GERMANY
2. 德國蒙漢市楊伯斯克街3號  
JUNGBUSCHSTRASSE 3, 68159 MANNHEIM, GERMANY
3. 德國勞域沙芬市席納貝爾布萊寧葛斯街26號  
SCHNABELBRUNNENGASSE 26, 67071 LUDWIGSHAFEN,  
GERMANY
4. 德國路特寧爵恩市普利茲豪斯街28號  
PLIEZHAUSER STR. 28, 72768 REUTLINGEN, GERMANY
5. 德國史拜爾市馬汀史克區威格街26號  
MARTINSKIRCHWEG 26, 67346 SPEYER, GERMANY
6. 德國赫區多夫艾山翰市妮魏街13號  
NEUE STR. 13, 67126 HOCHDORFF-ASSENHEIM, GERMANY
7. 德國林伯格赫夫市緬恩街2號  
MAINSTR. 2, 67117 LIMBURGERHOF, GERMANY
8. 德國蒙漢市貝嫩街40號  
BELLENSTRASSE 40, 68163 MANNHEIM, GERMANY
9. 挪威史凱恩市聖斯葛特路3號  
ST. HANSGT. 3, 3714 SKIEN, NORWAY

國籍：(中文/英文)

- 1.-8. 均德國 GERMANY
9. 挪威 NORWAY

肆、聲明事項：

本案係符合專利法第二十條第一項第一款但書或第二款但書規定之期間，其日期為： 年 月 日。

本案申請前已向下列國家（地區）申請專利：

1.德國；2002年07月12日；10231891.3

2.德國；2002年07月12日；10231895.6

3.德國；2002年11月15日；10253594.9

4.

5.

主張國際優先權(專利法第二十四條)：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數 順序註記】

1.德國；2002年07月12日；10231891.3

2.德國；2002年07月12日；10231895.6

3.德國；2002年11月15日；10253594.9

4.

5.

主張國內優先權(專利法第二十五條之一)：

【格式請依：申請日；申請案號數 順序註記】

1.

2.

主張專利法第二十六條微生物：

國內微生物 【格式請依：寄存機構；日期；號碼 順序註記】

國外微生物 【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼 順序註記】

熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

## 玖、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於經塗覆製備物及此等製備物之用途，該製備物包括至少一種二甲酸鹽。

### 【先前技術】

酸式甲酸鹽及其製備方法為吾等熟悉已有很長時間。因此，Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie，第8版，第21號，第816頁至819頁，Verlag Chemie GmbH, Berlin 1928和第22號，第919頁至921頁，Verlag Chemie GmbH, Berlin 1937描述由在甲酸中溶解甲酸鈉和甲酸鉀製備二甲酸鈉和二甲酸鉀。結晶二甲酸鹽可由降低溫度或蒸發過量甲酸獲得。

德國專利第424017號揭示藉由以適當莫耳比將甲酸鈉引入水性甲酸製備不同酸含量的酸式甲酸鈉。對應晶體可由溶液冷卻獲得。

根據J.肯道(Kendall)等人，美國化學學會刊(Journal of the American Chemical Society)，第43卷，1921，第1470至1481頁，為獲得酸式甲酸鉀，可將碳酸鉀溶於90%濃度甲酸，同時生成二氧化碳。對應固體可由結晶作用獲得。

英國專利第1,505,388號揭示藉由在水性溶液中將羧酸與所需陽離子之鹼性化合物混合製備酸式羧酸鹽溶液。因此，例如，在製備酸式羧酸銨溶液中用氨水作為鹼性化合物。

美國專利第4,261,755號描述由過量甲酸與適合陽離子之氫氧化物、碳酸鹽或碳酸氫鹽反應生成酸式甲酸鹽。

WO第96/35657號揭示製備包含甲酸之二鹽之產物，其包括，將鉀、鈉、鉍或銨甲酸鹽、鉀、鈉或鉍氫氧化物、碳酸鹽或碳酸氫鹽或氫與選擇性水性甲酸混合，隨後將反應混合物冷卻，將所得懸浮液過濾並乾燥所得濾餅及回收濾液。

未公開的德國專利申請案第DE 101 547 15.3號及第DE 102 107 30.0號描述製備甲酸鹽。

酸式甲酸鹽具有抗微生物作用，並用於(例如)保存和酸化植物和動物料(如草)、農產物或肉類、處理生物廢料或作為家畜營養物的添加劑。

WO第96/35337 A1號描述包含二甲酸鹽(尤其二甲酸鉀)的動物飼料和動物飼料添加劑。

WO第97/05783 A1號(歐洲專利第845 947 A1號)描述一種冷卻和保存魚之方法，其中利用一種具有甲酸和/或甲酸的單/二或四鹽之冷卻媒介物。在一具體實施例中，將C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>單羧酸加到該冷卻媒介物。

WO第98/19560號(歐洲專利第957 690 A1號)描述一種製造魚飼料之方法，其中在加入飼料的額外成分和處理成魚飼料之前將二甲酸銨、鈉或鉀及甲酸加到魚產物。

WO第98/20911 A1號(歐洲專利第961 620 B1號)描述一種處理濕有機廢料之方法，其中利用一種甲酸鹽、乙酸鹽或丙酸鹽之單-和二鹽之水性製備物。

WO第01/19207 A1號描述一種用於草和農產品、魚和魚產品及肉製品之液態保存劑/酸化劑，其包含至少50重量%

之甲酸和甲酸鹽、四甲酸銨及2-6重量%之氫氧化物或甲酸鹽形式的鉀或2-10重量%之氫氧化物或甲酸鹽形式的鈉。

可將根據歐洲專利第EP 0 824 511 B1號獲得的二甲酸鹽在製程後於一步驟中乾燥。所得產物為粉末形式，且通常包含小於5重量%水。然而，可用此方式獲得的二甲酸鹽不適用於複雜基質中的調配物。

市售用於家畜營養物含二甲酸鹽之製備物可(例如)在FORMI<sup>TM</sup>名義下獲得，該製備物不能併入所謂預混物，因為預混物發生聚集和/或結塊，並使預混物進一步處理成飼料成為不可能。

為製備飼料，自維他命、礦物質、微量元素、有機酸和(適當時)酶製備所謂"預混物"或"基礎混合物"，然後將它們與飼料的其他成分混合。技藝上已知的二甲酸鹽(例如，如歐洲專利第0 824 511 B1號中所述者)於"預混物"中的混合物導致聚集和結塊及預混物成分降級。

#### 【發明內容】

本發明一個目的為提供製備物，該製備物使二甲酸鹽併入複合基質而不發生基質聚集或結塊成為可能，例如，併入動物飼料或動物飼料的預混物。關於這一點，複合基質之其他成分不受此混合物影響特別有利。特別重要複合基質為習知用於製造飼料的所謂"基礎混合物"。

吾等已發現，此目的由本發明之製備物獲得。

因此，本發明關於經塗覆製備物，該製備物包括至少一種通式 $\text{XH}(\text{COOH})_2$ 之二甲酸鹽，其中X為Na、K、Cs、 $\text{NH}_4$ 。

關於這一點，"經塗覆製備物"包括其中覆蓋至少50%、特別至少70%、特佳至少80%、尤其至少90%製備物顆粒表面的所有製備物。"經塗覆"、"經包膠"及"經包封"同義用於本發明應用目的。對應術語包封物質的塗料及塗料同義使用。

與未塗覆製備物比較，經塗覆製備物特別為與碳酸鈣接觸保持實質化學不變化的製備物。二甲酸鹽化學變化的參數為CO<sub>2</sub>的釋放。

#### 【實施方式】

本發明包括含至少一種通式XH(COOH)<sub>2</sub>之二甲酸鹽和至少一種塗料之製備物，其中X為Na、K、Cs、NH<sub>4</sub>。

#### 二甲酸鹽

二甲酸鹽及其製備物描述於先前技藝。欲根據本發明利用的二甲酸鹽可由(例如)歐洲專利第0 824 511 B1號中所述方法或由至今未公開的德國專利申請案第DE 101 547 15.3號及第DE 102 107 30.0號中所述方法製備。

適合二甲酸鹽為二甲酸鈉、二甲酸鉀、二甲酸銫和二甲酸銨。在一較佳具體實施例中，用二甲酸鉀作為二甲酸鹽。在進一步具體實施例中，二甲酸鹽可相互混合使用。

"二甲酸鹽"在後文中使用並包括含至少一種二甲酸鹽之製備物及包含該二甲酸鹽之混合物之製備物二者。

#### 塗料

可利用的塗料為能夠覆蓋至少50%、特別至少70%、特佳至少80%、尤其至少90%包含至少一種二甲酸鹽之製備物之表面之所有物質。

可利用的塗料為能夠以這樣一種方式塗覆包含至少一種二甲酸鹽之製備物之所有物質，該方式應使後者與碳酸鈣接觸保持化學不變。

二甲酸鹽化學變化的參數為CO<sub>2</sub>的釋放。這由以下方法測定：

將石灰石和樣品各20克在100毫升愛倫美氏(Erlenmeyer)燒瓶中混合，該燒瓶用一連接器與管連接，以測量用水填充且懸浮倒置的圓筒。將愛倫美氏燒瓶在搖動器板上以500 rpm/分鐘搖動，並將產生的CO<sub>2</sub>收集在測量圓筒中。檢測在室溫(20°C)進行。CO<sub>2</sub>釋放經200、600和800分鐘時間檢測。適合塗料為提供經塗覆製備物之所有化合物，該經塗覆製備物包含至少一種對其在200分鐘後CO<sub>2</sub>釋放小於100毫升之二甲酸鹽，特別為小於50毫升之CO<sub>2</sub>，特別為小於25毫升之CO<sub>2</sub>。

熟練工作人員應依所利用塗料選擇塗覆方法。

在一較佳具體實施例中，本發明之經塗覆製備物具有一種塗料，該塗料包含至少一種選自由以下化合物所組成之群組之化合物：

- a) 聚烷二醇，尤其為具有約400至15000之數量平均分子量之聚乙二醇，如400至10000；
- b) 具有約4000至20000之數量平均分子量之聚氧化烯聚合物或共聚物，特別為聚氧伸乙基和聚氧伸丙基之嵌段共聚物；
- c) 經取代聚苯乙烯、馬來酸衍生物和苯乙烯/馬來酸共聚



物；

- d) 具有約7000至1000000之數量平均分子量之聚乙烯基吡咯啉酮；
- e) 具有約30000至100000之數量平均分子量之乙烯基吡咯啉酮/乙酸乙烯酯共聚物；
- f) 具有約10000至200000之數量平均分子量之聚乙烯醇，聚酞酸乙烯酯；
- g) 具有約6000至80000之數量平均分子量之羥丙基甲基纖維素；
- h) 具有約100000至1000000之數量平均分子量之(甲基)丙烯酸烷酯聚合物和共聚物，尤其為丙烯酸乙酯/甲基丙烯酸甲酯共聚物和甲基丙烯酸酯/丙烯酸乙酯共聚物；
- i) 具有約250000至700000之數量平均分子量之聚乙酸乙烯酯，適當用聚乙烯基吡咯啉酮穩定；
- j) 聚烯，尤其為聚乙烯；
- k) 苯氧基乙酸/甲醛樹脂；
- l) 纖維素衍生物，如乙基纖維素、乙基甲基纖維素、甲基纖維素、羥丙基纖維素、羥丙基甲基纖維素、羧甲基纖維素、乙酸酞酸纖維素酯；
- m) 動物、植物或合成脂肪；
- n) 動物、植物或合成蠟或經化學改質的動物、植物蠟，如蜂蠟、小燭樹蠟、巴西棕櫚蠟、褐煤酯蠟和稻米胚芽油蠟、鯨蠟、羊毛脂、希蒙得木(jojoba)蠟、薩索(Sasol)蠟、野漆樹蠟(Japan wax)或野漆樹蠟代用品；

- o) 動物和植物蛋白質，如明膠、明膠衍生物、明膠代用品、酪蛋白、乳清、角蛋白、豆蛋白、玉米蛋白和小麥蛋白；
- p) 單-和二糖、寡糖及多糖，例如，澱粉、經改質澱粉及果膠、藻酸鹽、脫乙酰殼多糖(chitosan)和角叉菜膠；
- q) 植物油，例如，葵花、紅花、棉籽、大豆、玉米胚芽、橄欖、油菜(籽)、亞麻籽、橄欖、椰子、(油)棕櫚仁油和棕櫚油；
- r) 合成或半合成油，如中間鏈長度甘油三酯或礦物油；
- s) 動物油，如青魚、沙丁魚和鯨油；
- t) 經硬化(氫化或部分氫化)油/脂肪，例如，自上特別描述的經氫化棕櫚油、經氫化棉籽油、經氫化豆油；
- u) 漆塗料，如萜烯類、尤其為紫膠、吐魯香脂(tolubalsam)、秘魯香脂、山達脂(sandarac)和矽酮樹脂；
- v) 脂肪酸，飽和及單-及多不飽和C6至C24羧酸；
- w) 矽石；
- x) 苯甲酸和/或苯甲酸之鹽和/或苯甲酸之酯和/或苯甲酸之衍生物和/或苯甲酸衍生物之鹽和/或苯甲酸衍生物之酯。

此等塗料亦可相互混合使用。

應提到的適合聚烷二醇a)之實例為：聚丙二醇，特別為不同分子量的聚乙二醇，如PEG 4000或PEG 6000，自BASF AG公司在專利商品名Lutrol E 4000和Lutrol E 6000下獲得。

應提到的以上聚合物b)之實例為：聚氧化乙烯、聚氧化

丙烯、氧化乙烯/氧化丙烯共聚物及由聚氧化乙烯和聚氧化丙烯嵌段組成之嵌段共聚物，如自BASF AG公司在專利商品名Lutrol F68和Lutrol F127下獲得。

以溶液總重量計，可且最佳利用至高約50重量%的高濃縮聚合物a)和b)之溶液，如約30至50重量%。

應提到的以上聚合物d)之實例為：聚乙炔基吡咯啉酮，如由BASF AG公司在專利商品名Kollidon或Luviskol下銷售者。以溶液總重量計，可且最佳利用具有約30至40重量%之固體含量的此等聚合物之高濃縮溶液。

應提到的上述聚合物e)之實例為：由BASF AG公司在專利商品名Kollidon VA64或Kollicoat SR下銷售的乙炔基吡咯啉酮/乙酸乙烯酯共聚物。以溶液總重量計，可且特佳使用約30至40重量%的此等共聚物之高濃縮溶液。

應提到的以上聚合物f)之實例為：如由候斯特(Hoechst)公司在專利商品名Mowiol下銷售的產品。可且最佳利用具有在約8至20重量%範圍固體含量的此等聚合物之溶液。

應提到的適合聚合物g)之實例為：羥丙基甲基纖維素，如由新易蘇(Shin Etsu)公司在專利商品名Pharmacoat下銷售者。

應提到的上述聚合物h)之實例為：其烷基具有1至4個碳原子的(甲基)丙烯酸烷酯聚合物及共聚物。應提到的適合共聚物之具體實例為：由BASF AG公司在專利商品名Kollicoat EMM 30D下或由羅姆(Röhm)公司在專利商品名Eudragit NE 30D下銷售的丙烯酸乙酯/甲基丙烯酸甲酯共

聚物；及甲基丙烯酸酯/丙烯酸乙酯共聚物，如由BASF AG公司在專利商品名Kollicoat MAE 30DP下或由羅姆公司在專利商品名Eudragit 30/55下銷售者。可將此等類型共聚物根據本發明作為10至40重量%分散液處理。

應提到的上述聚合物i)之實例為：聚乙酸乙烯酯分散液，該分散液用聚乙基吡咯啉酮穩定且由BASF AG公司在專利商品名Kollicoat SR 30D下銷售(約20至30重量%之分散液固體含量)。

脂肪如動物、植物或合成起源的脂肪；可提到的動物脂肪m)之實例為：自豬、牛和鵝的脂肪，牛脂適合使用。適合牛脂可自考尼斯(Cognis)公司在專利商品名Edenor NHIT-G下獲得(CAS No. 67701-27-3)。

進一步塗料為明膠，例如自牛、豬和魚的明膠。

額外塗料為蠟，例如，植物蠟，如小燭樹蠟、巴西棕櫚蠟、稻米胚芽油蠟、野漆樹蠟或野漆樹蠟代用品[可自卡爾-瓦斯萊芬尼(Kahl Wachsraffinerie)公司在專利商品名Japanwachersatz 2909下獲得]等；合成蠟，如棕櫚酸鯨蠟酯(自考尼斯公司在專利商品名Cutina CP, CAS 95912-87-1下獲得)；動物蠟，如羊毛脂、蜂蠟、紫膠蠟、鯨蠟；及化學改質蠟，如希蒙得木蠟、薩索蠟、褐煤酯蠟。

原則上自溶液的其他塗料亦可接受，例如糖塗料。

同樣可考慮使用植物油q)，例如，葵花、紅花、棉籽、大豆、玉米胚芽和橄欖油、油菜籽、亞麻籽、橄欖、椰子、(油)棕櫚仁油和(油)棕櫚油。適合棕櫚油可自阿胡斯-奧

萊製造公司 (Aarhus Oliefabrik) 在專利商品名 Vegeol PR 265 下獲得。適合油菜籽油可自阿胡斯-奧萊製造公司在專利商品名 Vegeol PR 267 下獲得。棕櫚仁油可自卡爾沙姆公司 (Karlshamns) 在專利商品名 Tefacid Palmic 90 下獲得 (CAS No. 57-10-3)。

同樣可考慮使用半合成油 r)，例如，中間鏈長度甘油三酯或礦物油及/或動物油，如青魚、沙丁魚和鯨油。

在一較佳具體實施例中，所用塗料為經氫化植物油 t)，包括甘油三酯，如經氫化棉籽、玉米、花生、大豆、棕櫚、棕櫚仁、巴巴蘇 (babassu)、葵花及紅花油。較佳經氫化植物油包括經氫化棕櫚油、棉籽油和豆油。最佳經氫化植物油為經氫化豆油。自植物和動物衍生的其他脂肪和蠟同樣適用。

較佳利用的經氫化植物油可以各種多晶形式存在，可為  $\alpha$ 、 $\beta$  及  $\beta'$  型。在本發明一特佳具體實施例中，利用主要為  $\beta$  及  $\beta'$  型的經氫化植物油，尤其主要為  $\beta$  型者。"主要"指至少 25%、特別至少 50%、較佳至少 75% 之晶體為較佳多晶型。

特佳利用具有大於 50%、特別大於 75%、特別大於 90% 之  $\beta$  及/或  $\beta'$  晶型比例的經氫化豆油。

在一具體實施例中，本發明之經塗覆製備物具有包含至少一種化合物之塗料，該化合物選自由苯甲酸和/或苯甲酸之鹽和/或苯甲酸之酯和/或苯甲酸之衍生物和/或苯甲酸衍生物之鹽和/或苯甲酸衍生物之酯所組成之群組。

可提到的苯甲酸或苯甲酸衍生物之鹽為苯甲酸的鹼金屬

和/或鹼土金屬鹽和苯甲酸銨。可提到的鹼金屬鹽為苯甲酸鋰、鈉、鉀和銫鹽。苯甲酸鈉和/或鉀鹽特佳。可提到的鹼土金屬鹽為苯甲酸鈣、鋁和鎂，苯甲酸鈣和鎂鹽特佳。

可提到的苯甲酸或苯甲酸衍生物之酯為苯甲酸或苯甲酸衍生物與醇之酯。適合醇為單和雙官能二者及多官能(大於2個羥基)。適合醇為線性和分支醇。具有1至10個碳原子的醇特別適用，尤其具有1至6個碳原子。可提到的實例為：甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇、正丁醇、異丁醇。甲醇、乙醇、正丙醇和異丙醇較佳。苯甲酸和苯甲酸衍生物之酯額外為與具有1個以上羥基的醇之酯，該醇如二醇(可提到的實例為1,2-丙二醇)或三醇(例如，丙三醇)。

較佳使用苯甲酸甲酯、苯甲酸乙酯、苯甲酸正丙酯和苯甲酸異丙酯及對羥基苯甲酸乙酯、對羥基苯甲酸甲酯鈉、對羥基苯甲酸丙酯、對羥基苯甲酸丙酯鈉、對羥基苯甲酸甲酯及對羥基苯甲酸甲酯鈉。

苯甲酸衍生物為在芳環上具有1、2、3、4或5個取代基之化合物。本發明羧酸所用取代基之實例包括C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>烷基、C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>烯基、芳基、芳烷基和芳烯基、羥甲基、C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>羥烷基、C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>羥烯基、胺甲基、C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>胺烷基、氰基、甲醯基、氧代、硫代、羥基、巰基、胺基、羧基或亞胺基。較佳取代基為C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>烷基、羥甲基、羥基、胺基及羧基。

較佳苯甲酸衍生物為經單-、二-和三-羥基取代的苯甲酸。

可提到的實例為間-羥基苯甲酸、鄰-羥基苯甲酸及對-羥基苯甲酸。

可提到的實例為2,4-二羥基苯甲酸、2,5-二羥基苯甲酸、2,5-二羥基苯甲酸、2,6-二羥基苯甲酸、3,5-二羥基苯甲酸、3,6-二羥基苯甲酸及2,4,6-三羥基苯甲酸。

經單羥基取代的苯甲酸特佳，尤其為對-羥基苯甲酸。

在進一步具體實施例中，苯甲酸鹽可相互混合使用。

較佳塗料包括經氫化植物油，包括甘油三酯，例如，經氫化棉籽、玉米、花生、大豆、棕櫚、棕櫚仁、巴巴蘇、葵花及紅花油。較佳經氫化植物油包括經氫化棕櫚油、棉籽油和豆油。最佳經氫化植物油為經氫化豆油。自植物和動物衍生的其他脂肪和蠟同樣適用。

下表包含特別適用塗料。

名稱	組合物	熔融範圍	CAS號/INCI
Cutina CP，自考尼斯公司	合成棕櫚酸鯨蠟酯	46-51°C	95912-87-1 棕櫚酸鯨蠟酯
Edenor NHTI-G，自考尼斯公司	甘油三酯	56-60°C	67701-27-3*
Edenor NHTI-V，自考尼斯公司	甘油三酯	57-60°C	67701-27-3* EINECS 266-945-8
Japanwachersatz，卡爾-瓦斯萊芬尼公司	蠟酯之複雜混合物，主要為棕櫚酸甘油酯	49-55°C	野漆樹 (Rhus succedanea)
Vegeol PR-267，自AARHUS OLIE	25% Colzawar 46， 75% Rucawar FH	70°C	
Vegeol PR-272，自AARHUS OLIE	80% Shogumar FH， 20% Shogumar 41	67°C	
Vegeol PR-273，自AARHUS OLIE	85% Shogumar FH， 15% Shogumar 41	67°C	

名稱	組合物	熔融範圍	CAS號/INCI
Vegeol PR-274 , 自 AARHUS OLIE	90% Shogumar FH , 10% Shogumar 41	67°C	
Vegeol PR-275 , 自 AARHUS OLIE	95% Shogumar FH , 5% Shogumar 41	67°C	
Vegeol PR-276 , 自 AARHUS OLIE	80% Soyalu FH , 20% Soyalu 41 , 經再酯化	65°C	
Vegeol PR-277 , 自 AARHUS OLIE	85% Soyalu FH , 15% Soyalu 41 , 經再酯化	65°C	
Vegeol PR-278 , 自 AARHUS OLIE	90% Soyalu FH , 10% Soyalu 41 , 經再酯化	66°C	
Vegeol PR-279 , 自 AARHUS OLIE	95% Soyalu FH , 5% Soyalu 41 , 經再酯化	67°C	
Tefacid , 自卡 爾沙姆公司	棕櫚仁油Tefacid Palmic 90	65°C	57-10-3
大豆脂肪粉 , 自 日本桑庫公司 (Sankyu/Japan)		65-70°C	
Kollicoat EMM 30D , 自BASF公司	2-丙烯酸, 2-甲基-, 甲基酯 與2-丙烯酸乙酯之聚合物		9010-88-2
Kollicoat MAE , 自BASF公司	丙烯酸乙酯/丙烯酸甲酯 共聚物		25212-88-8 丙烯 酸酯共聚物
Acronal S 600 , 自BASF公司	苯乙烯/丙烯酸 酯共聚物		
Diofan 233D , 自BASF公司	偏二氯乙烯/丙烯 酸甲酯共聚物		
Poligen WE3 , 自BASF公司	乙烯/丙烯酸共聚物		
分散液1286 , 自 Paramelt Aquasil PE 1286	於水中的聚乙烯 分散液		



塗料可單一或相互混合使用。在本發明一具體實施例中，將滑石和/或矽酸鋁(如，沸石、長石或類長石)加入塗料。滑石= $Mg_3(OH)_2/Si_4O_{10}$ ，亦稱為皂石。

可將盡可能高濃縮且仍可噴射的液體用於塗料，例如，50重量%水性或非水性溶液或一或多種該塗料之分散液。同樣可以粉末形式利用塗料。

在進一步具體實施例中，除二甲酸鹽外，本發明之製備物可包括額外成分。額外成分之選擇依賴使用以此方式獲得製備物之選擇領域。以下物質作為用於本發明用途的額外成分之實例提到：有機酸、維他命、類胡蘿蔔素、微量元素、抗氧化劑、酶、胺基酸、礦物質、乳化劑、穩定劑、保存劑、黏著劑、防結塊劑及/或調味劑。

在本發明一具體實施例中，本發明之製備物可額外包含至少一種短鏈羧酸及/或至少一種短鏈羧酸之鹽及/或至少一種短鏈羧酸之酯及/或至少一種短鏈羧酸之衍生物。

按照本發明意圖，短鏈羧酸指可為飽和或不飽和及/或直鏈或分支或環族及/或芳族及/或雜環族之羧酸。按照本發明意圖，"短鏈"指包含至高12個碳原子之羧酸，特別至高10個碳原子，特別至高8個碳原子。

短鏈羧酸一般具有小於750之分子量。按照本發明意圖，短鏈羧酸可具有1、2、3或更多羧基。羧基可完全或部分為酯、酐、內脂、醯胺、亞胺酸、內醯胺、內醯亞胺、二甲醯亞胺(dicarboximide)、碳醯肼、脘、異羥肟酸、羥肟酸、脞、醯胺肟或脞。

短鏈羧酸之衍生物為沿碳鏈或環結構經單-、二-、三-或多取代的短鏈羧酸。本發明之羧酸之取代基之實例包括C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>烷基、C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>烯基、芳基、芳烷基和芳烯基、羥甲基、C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>羥烷基、C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>羥烯基、胺甲基、C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>胺烷基、氰基、甲醯基、氧代、硫代、羥基、巰基、胺基、羧基或亞胺基。較佳取代基為C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>烷基、羥甲基、羥基、胺基及羧基。

可提到的本發明之短鏈羧酸之實例為甲酸、乙酸、丙酸、丁酸、乳酸、檸檬酸、異丁酸、戊酸、異戊酸、新戊酸、草酸、丙二酸、水楊酸、酒石酸、丁二酸、戊二酸、甘油酸、二羥基乙酸、己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、丙炔酸、巴豆酸、異巴豆酸、反油酸、馬來酸、富馬酸、黏康酸、檸康酸、中康酸、樟腦酸、鄰、間、對-酞酸、萘甲酸、甲苯甲酸、氫化阿托酸、阿托酸、肉桂酸、異煙酸、煙酸、二胺甲酸(bicarbamic acid)、4,4'-二氰基-6,6'-二煙酸(4,4'-dicyano-6,6'-dinicotinic acid)、8-胺甲醯基辛酸、1,2,4-戊烷三羧酸、2-吡咯羧酸、1,2,4,6,7-萘五乙酸、丙醛酸、4-羥基鄰羧基苯甲醯胺、1-吡唑羧酸、五倍子酸或丙烷三羧酸。

可提到的短鏈羧酸之鹽為鹼金屬和/或鹼土金屬鹽及銨鹽。可提到的鹼金屬鹽為鋰、鈉、鉀和銫鹽。鈉和/或鉀鹽特佳。可提到的鹼土金屬鹽為鈣、鋇和鎂鹽，鈣和鎂鹽特佳。

可提到的短鏈羧酸之酯為與醇之酯。適合醇為單和雙官

能二者及多官能(大於2個羥基)者。適合醇為線性和分支醇二者。較佳適合醇具有1至10個碳原子，特別1至6個碳原子。可提到的實例為：甲醇、乙醇、正丙醇、異丙醇、正丁醇、異丁醇。甲醇、乙醇、正丙醇和異丙醇較佳。此外的適合酯為與具有1個以上羥基的醇之酯，該醇如二醇(可提到的實例為1,2-丙二醇)或三醇(例如，丙三醇)。

較佳酯為甲酯、乙酯、正丙酯及異丙酯。

特佳使用甲酸、乙酸、丙酸、富馬酸、水楊酸、檸檬酸、乳酸及/或酒石酸之酸和/或鹽及/或酯。

使用丙酸鈉特佳。

用所述短鏈羧酸作為塗料w)特佳。

在進一步具體實施例中，該短鏈羧酸、鹽及/或酯可相互混合使用。

適合化合物為在塗料x)下提到的化合物。

在進一步具體實施例中，本發明之製備物可包括載劑及二甲酸鹽。在此具體實施例中，二甲酸鹽較佳結合到載劑。適合載劑為"惰性"載劑物質，即，與本發明製備物中所用組分不顯示不利相互作用之物質。當然，載劑物質必須為特別作為輔助劑用途可接受，例如，動物飼料。適合載劑物質為無機和有機載劑二者。可提到的適合載劑物質之實例為：低分子量無機或有機化合物及高分子量天然或合成起源的有機化合物。適合低分子量無機載劑之實例為鹽，如氯化鈉、碳酸鈣、硫酸鈉及硫酸鎂、矽藻土或矽石或矽石衍生物，如二氧化矽、矽酸鹽或矽膠。適合有機載劑

之實例特別為糖，如葡萄糖、果糖、蔗糖和糊精及澱粉產物。可提到的高分子量有機載劑之實例為：澱粉和纖維素產物，特別如玉米澱粉、玉米粉、磨碎的米殼、小麥麩或穀物粉(如，小麥粉、黑麥粉、大麥粉和燕麥粉或麩)或其混合物。

在進一步具體實施例中，本發明之製備物可包括添加劑。"添加劑"指改良產物性質之物質，如改良粉化性質、流動性質、吸水容量及貯存穩定性。添加劑及/或其混合物可以糖(例如，乳糖或麥芽糖糊精)、穀物或豆科產物(例如，玉米粉、麥麩和豆粉)、除鈣、鎂、鈉、鉀鹽外的無機鹽及D-泛酸或其自身的鹽(化學或發酵製備的D-泛酸鹽)為主。

本發明之製備物可混合額外成分、載劑及添加劑。

本發明之製備物一般為固體形式，例如，粉末、聚集體、吸附物、顆粒及/或擠出物。粉末一般具有1至10000微米之平均顆粒大小，特別20微米至5000微米。

平均顆粒大小分佈如下測定：

粉末狀產物在一Mastersizer S儀器中研究[自麥爾文儀器 GmbH公司(Malvern Instruments GmbH)，序號：32734-08]。為描述顆粒大小分佈寬度，測定粉末的 $D(v, 0.1)$ 、 $D(v, 0.5)$ 及 $D(v, 0.9)$ 值，並指明過量進料 $D[4, 3]$ 的平均顆粒大小。

#### 製造方法

製造本發明製備物的適合方法為所有產生其表面覆蓋至少50%、特別至少70%、特佳至少80%、尤其至少90%之製

備物之方法。

本發明一方面關於一種製造本發明之製備物之方法，其中二甲酸鹽由塗料的凝華作用塗覆。

在此方法中，塗料經昇華及凝華，即，沈積於欲經塗覆的製備物上。此類型方法作為昇華或凝華方法自文獻瞭解。本發明之方法使均勻及以所需層厚度塗覆塗料成為可能。昇華和凝華方法描述於烏爾曼工業化學百科全書，第6版，2000電子版，第4.1章(Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Sixth Edition, 2000 Electronic Release, Chapter 4.1)。適合蒸發器(昇華器)為描述於Ullmann's, loc. cit., 第5.1章之蒸發器，冷凝器(凝華器)描述於第5.2章，而裝置設計和連接描述於圖5、6、7、9及10，在此對其作明確參考。流化床可作為額外可能的冷凝器提到。

在一較佳具體實施例中，本發明方法所用塗料為至少一種自x)類物質之化合物。

本發明一方面關於一種製造包含二甲酸鹽之經塗覆製備物之方法，其中將二甲酸鹽在適當時與額外成分和/或添加劑一起引入一適合裝置，並用塗料塗覆，適當時加入額外成分。

可提到的適合裝置之實例為：混合機、流化床、塗覆鼓、庫格爾塗覆器(Kugelcoaters)等。

按照本發明意圖，將最佳以粉末形式(例如，結晶、無定形、吸附物、擠出物、顆粒和附聚物)的二甲酸鹽引入適合裝置，較佳引入流化床或混合機。二甲酸鹽在適當時與所

謂添加劑和額外成分一起引入。犁頭(plowshare)、槳葉、螺桿或類似物保證產物的較大或較小劇烈混合。習知實例為犁頭混合機、軌道運動螺桿混合機或類似裝置。

亦可利用具有一或多個螺桿的很淺、盒或槽形設計。進一步設計為高速混合機，如自豪索克瓦-麥克龍 B.V. (Hosokawa Micron B.V.) 的 Turbolizer<sup>®</sup> 混合機/塗覆器以及所有類型的鼓塗覆器或塗覆鼓。

另一種可能性為由整個容器運動混合產物。其實例為鼓轉混合機、鼓式混合機或類似者。另一可能性為使用氣動混合機。例如，固體混合描述於烏爾曼工業化學百科全書，第 6 版，2000，固體之混合。

可直接在裝置下流進行塗覆。

該製程可連續或分批進行(適當時在以分批或連續方式操作的混合機中)。

在塗覆塗料或緊在此之後/之前，有時可能需要加入粉化劑，如滑石、矽酸鹽或類似物，以防止黏著。

塗料計量/加入在適當時與額外成分一起進行，一般通過用於滴或噴塗之裝置。其實例為注射器、噴頭、單流體或多流體噴嘴、(很少情況下)旋轉滴或霧化裝置。在最簡單例中，作為濃縮噴射流局部加入亦可。

本發明一方面關於一種製造包含二甲酸鹽之經塗覆製備物之方法，其中將塗料引入一適合裝置，適當時加入額外成分，並在適當時與額外成分和/或添加劑一起加入二甲酸鹽。

在此方法一具體實施例中，初始將固體塗料放入一適合裝置，並由加熱裝置壁或軸或由機械能量輸入使其熔融或軟化。加入二甲酸鹽和(適當時)額外成分和/或添加劑，並用熔融或軟化塗料塗覆。

在此方法一具體實施例中，除塗料外亦將載劑引入，並在適當時預混，並且由於在相同或單獨裝置中高機械能量輸入(實例為所有已提到的混合機及低速磨機及乾燥器)塗覆二甲酸鹽和(適當時)額外成分及/或添加劑。

加入塗料可在超大氣壓、大氣壓或亞大氣壓壓力下進行，較佳在大氣壓和亞大氣壓壓力下進行。

在某些例中，可最佳預混或冷卻二甲酸鹽和(適當時)額外成分及/或添加劑及/或塗料(改變黏度、改變濕潤性及影響固化性質)，並經容器壁和/或混合工具送入或抽出熱量。在某些例中可能有必要除去水蒸氣或溶劑蒸氣。亦可由加入界面活性物質改變濕潤性，如乳化劑或類似物。

為改良塗覆性能，可最佳抽空並在適當時用保護性氣體覆蓋混合機。這應依塗料重複數次。

如需要，加入二甲酸鹽、(適當時)額外成分及/或添加劑及塗料可在裝置中於不同部位進行。

塗料或添加劑的加入部位可根據需要變化並由熟練工作人員選擇。上述用於滴或噴射塗覆之裝置根據需要佈置於產物層上(上噴射方法)或在產物層中浸漬(自側部通過裝置壁或自下通過裝置或流化床底部)。

在本發明進一步具體實施例中，本發明之製備物在流化

床中分批或連續產生。顆粒在適當時由熱或經冷卻的流化氣體攪拌。例如，空氣或其他惰性氣體(如氮氣)適合作為流化氣體。在某些例中值得經容器壁和在流化床中浸漬的熱交換器表面送入或抽出熱量。適用流化床和必要週邊設備為技藝上所熟悉。

分批或連續計量及(適當時)預熱二甲酸鹽、(適當時)額外成分及添加劑藉助於為熟練工作人員已知的上述裝置進行。

例如，可將二甲酸鹽引入流化床。使它們流化並由噴在適合塗料之水性或非水性溶液或分散液或熔融物上塗覆。

幫助限定欲經塗覆固體混合的技藝上已知之內部有益。其實例為旋轉式置換器、沃斯特(Wurster)管或另外特殊製造的流化床基底幾何形狀(基底傾斜和/或穿孔)，或由敏感佈置噴嘴幫助界定固體攪拌，例如，成切線佈置的單-或雙-流體或多流體噴嘴。

在某些例中，包含二甲酸鹽之經塗覆製備物最佳在混合機和流化床之組合中製造。

本發明一方面關於一種製造包含二甲酸鹽之經塗覆製備物之方法，其中使二甲酸鹽在適當時與額外成分和/或添加劑一起分散於適合塗料之熔融物中，然後使以此方式獲得的分散液分開及固化。

在此方法一具體實施例中，可適當與額外成分和/或添加劑一起以熔融物形式利用二甲酸鹽。

在進一步具體實施例中，為獲得本發明之製備物，使二甲酸鹽(和(適當時)額外成分及/或添加劑)懸浮於適合塗料



之熔融物中，然後使以此方式獲得的分散液霧化和/或分開並使其固化。熔融物態的適合塗料為熔點低於欲經懸浮二甲酸鹽熔點之物質。可提到的實例為具有適當熔點的脂肪、蠟、油、脂類、脂狀及脂溶性物質。

然後將此等懸浮液在使用及不使用粉化劑下於經冷卻氣體流中霧化，以產生包含二甲酸鹽之經塗覆製備物。此等方法為熟練工作人員已知，例如在噴射冷卻、噴射固化、製粒或熔融包膠及冷卻帶上固化、滾、製粒板和帶名義下。

熔融物較佳在第一步驟於加入和懸浮二甲酸鹽之前產生。懸浮可在攪拌式容器中分批進行，或另外連續在適合此用途的泵中或簡單在注射器和管線由足夠高湍流進行。亦可使用靜態混合器。保護性加熱系統所需部分-包括管線和霧化裝置-為熟練工作人員已知。

空氣和氮氣適合且較佳作為冷卻氣體。氣流可為同向流、逆流或交叉流。此製程可在習知噴射、製粒塔或其他容器中進行。具有和不具有滯留量的流化床同樣適用。此製程可分批或連續運轉。可在(例如)旋風分離器或濾器中除去固體。或者，可考慮用和不用後-冷卻在流化床或混合機中收集固體。

適合霧化裝置為噴嘴(單-和雙-流體噴嘴或特殊設計)及霧化輪或霧化盤或板或霧化籃-或其特殊設計。

在進一步具體實施例中，可在其中二甲酸鹽或塗料均不可溶的液體中霧化和固化以此方式獲得的分散液。習知固/液分離與隨後乾燥產生本發明之製備物。

本發明另一方面關於一種製造包含二甲酸鹽之經塗覆製備物之方法，其中使二甲酸鹽在適當時與額外成分和/或添加劑分散於一種塗料，特別為親油性塗料，在保護性膠體(較佳為明膠或/和明膠衍生物或/及明膠替代物)之水性溶液中乳化，且加入一或多種選自單-、二-和多糖之群組之物質，隨後使其經過噴霧乾燥。

較佳在製程中使用極細二甲酸鹽顆粒，極細顆粒由(例如)沈澱、結晶、噴霧乾燥或研磨獲得。

在一具體實施例中，在分散於親油性組分之前將一或多種乳化劑及/或穩定劑加到二甲酸鹽。

適合親油性塗料為具有熔點低於所用二甲酸鹽熔點的脂肪、油、蠟、脂類、脂狀及脂溶性物質之熔融物。

以此方式獲得的分散液(含二甲酸鹽之油滴)在隨後製程步驟於保護性膠體(較佳為明膠或/和明膠衍生物或/及明膠替代物)之水性溶液中乳化，且加入一或多種選自單-、二-和多糖之群組之物質，較佳為玉米澱粉。隨後使以此方式獲得的乳液藉由噴霧及隨後或同時乾燥而成形。

在進一步具體實施例中，本發明之經塗覆製備物包括結合到載劑之二甲酸鹽。

結合到載劑的製備物由熟練工作人員已知的方法製造，例如，使本發明之製備物以液態形式吸附於載劑物質上。  
應用

本發明之製備物適合動物所用的飼料(動物飼料)。可提到的實例為：豬、母牛、家禽和家畜，尤其為小豬、飼養

母豬、肥豬和小牛。

本發明之製備物特別適合以飼料添加劑形式添加到動物飼料。

根據動物飼料法案(Animal Feeds Act)，飼料添加劑特別為這樣物質，該物質用於單一或以製備物形式加到動物飼料，以：

- 影響動物飼料或動物產品性質，
- 特別由作用於腸胃菌叢或動物飼料消化性或由降低動物排泄物產生的損害覆蓋動物的某些營養或活性物質需要或改良畜牧業，或
- 取得特定營養用途或覆蓋動物的某些臨時性營養需要。

飼料添加劑亦包括作為添加劑在德國動物飼料法案的§ 4，第1段，第3b號下 (§ 4, para. 1, No. 3b of the German Animal Feeds Act)由法定儀器核准之物質。

本發明之製備物特別適合用於添加到動物飼料的預混物。預混物為礦物質、維他命、胺基酸、微量元素和(適當時)酶。亦可用本發明之製備物製造包含二甲酸鹽之預混物。

本發明進一步方面關於一種製造包含二甲酸鹽之飼料及/或飼料添加劑之方法，其包括

- (i) 將一種包含二甲酸鹽之經塗覆製備物加到預混物及
- (ii) 將以此方式獲得的預混物與習知飼料和/或飼料添加劑之成分混合。

本發明之製備物特別適合作為所謂"酸化劑"。酸化劑指降低pH之物質。此等包括降低基質(例如，動物飼料)pH之

物質以及降低動物腸胃道pH之物質。

本發明之製備物特別適合用作特性增強劑。在一較佳具體實施例中，本發明之製備物用作豬和家禽的特性增強劑。

動物飼料之組合物應最佳覆蓋特別物種的適當營養需要。一般選擇的那些為，植物飼料組分，如玉米、小麥或大麥粉、未提取的豆粉、經提取的豆粉、經提取的亞麻籽粉、經提取的油菜籽粉、草粉或豌豆粉作為粗蛋白源。為保證飼料的適當能量，加入豆油或其他動物或植物脂肪。由於植物蛋白源僅包含不足量的一些基本胺基酸，所以通常用胺基酸補充飼料。此等特別為賴胺酸和甲硫胺酸。為保證對農畜的礦物質和維他命供應，亦加入礦物質和維他命。所加礦物質和維他命之類型和量依賴物種且為熟練工作人員所知(例如，參閱，Jeroch et. al., Ernährung landwirtschaftlicher Nutztiere, Ulmer, UTB)。可用包含覆蓋需要相互比例的所有營養物之完全飼料覆蓋營養和能量需要。可形成動物的單獨飼料。或者，將一種飼料補充物加到糧穀飼料。這包括以敏感方式補充飼料的富含蛋白質、礦物質和維他命之飼料混合物。

本發明之製備物進一步適合作為保存劑，尤其作為綠色飼料和/或動物飼料的保存劑。

已發現，可將本發明之製備物有利用於製造青貯飼料。它們加速乳酸發酵並抑制有害酵母成長。因此，本發明進一步方面關於本發明之製備物作為青貯劑(青貯助劑)之用途。

本發明另一方面關於本發明之製備物用於肥料之用途。

### 實例

所有百分比數據均以重量計。

顆粒大小分佈：

所得粉末狀產物在一 Mastersizer S 儀器中研究(自麥爾文儀器 GmbH 公司，編號：32734-08)。為描述顆粒大小分佈寬度，測定  $D(v, 0.1)$ 、 $D(v, 0.5)$  及  $D(v, 0.9)$  值，且分佈  $D(4,3)$  的平均顆粒大小已指明。

實例 1 至 4 中所用二甲酸鉀結晶已包含 2.5% Tefacid 和 / 或 0.8% Sipernat 22。可以如下列方式表示此等欲經塗覆結晶的測量顆粒大小分佈(括弧內的數值顯示所用第二批特徵)：

$D(v, 0.1) = 208$  微米 (223 微米)

$D(v, 0.5) = 402$  微米 (440 微米)

$D(v, 0.9) = 666$  微米 (726 微米)

$D(4, 3) = 419$  微米 (458 微米)

壓製和噴製顆粒之顆粒大小分佈由篩析法測定。

Tefacid<sup>®</sup>(卡爾沙姆公司)=棕櫚仁油=Tefacid Palmic 90  
(CAS No. 57-10-3)

Sipernat<sup>®</sup> 22(迪古薩公司)(Degussa)=矽石

實例 1a：在混合機中塗覆二甲酸鉀

將 2500 克二甲酸鉀結晶( $D[4, 3] = 419$  微米)引入一可加熱犁頭混合機(Loedige 類型 M5 GR)並加熱到 53°C，同時在約 60 轉/分鐘經約 15 分鐘過程攪拌。

與此同時，將 441 克 Tefacid<sup>®</sup> 加熱到 76°C 並在乾燥烘箱中

熔融。

然後將液態 Tefacid<sup>®</sup> 經數分鐘過程倒入犁頭混合機。隨後，將混合物在犁頭混合機中以 60 轉/分鐘相同速度經約 10 分鐘均化。

然後由冷卻水通過夾套使犁頭混合機自加熱切換到冷卻。在攪拌同時，將經塗覆二甲酸鉀顆粒冷卻並卸出。得到具有以下組合物之經塗覆二甲酸鉀結晶：

85% 二甲酸鉀結晶，15% Tefacid 塗料

實例 1b 至 1f：

步驟與實例 1a 相似。所有實例在犁頭混合機中操作，並產生具有以下組合物之經塗覆產物：

85% 二甲酸鉀結晶，15% 塗料

實例	塗料	在混合機中的溫度	加到混合機前塗料之溫度
1a	Tefacid	53°C	76°C
1b	Cutina CP	40°C	63°C
1c	Japanwachersatz	43°C	52°C
1d	Edenor NHTI-G	46°C	63°C
1e	Vegeol PR 267	58°C	77°C
1f	Vegeol PR 265	57°C	76°C

實例 2a：流化床塗覆二甲酸鉀結晶

欲經塗覆產物包括具有約 400-500 微米平均顆粒大小 D [4, 3] 之二甲酸鉀結晶。

用 Cutina<sup>®</sup> CP 作為塗料。

Niro-Aeromatic MP-1型實驗室流化床可用於進行本試驗。所用接受器為具有110毫米基底流入板直徑且具有12%自由區域穿孔基底之塑膠圓錐。

將引入流化床的二甲酸鉀結晶(750克)加熱到約40°C之產物溫度，同時以30米<sup>3</sup>/小時之速率空氣流化。將塗料(132克)在一玻璃燒杯中於70°C油浴熔融，並用1.2毫米雙流體噴嘴以經加熱噴射氣體在2巴之噴射壓力由通過經加熱管線減壓吸入噴於二甲酸鉀結晶上。在噴射製程期間，為保證徹底混合和均勻塗層，使空氣速率增加到約80米<sup>3</sup>/小時。噴射時間為10分鐘，且產物溫度為約40°C。

在35°C之入口空氣溫度，將經塗覆物質在流化床中冷卻到低於40°C之溫度並卸出。獲得具有以下組合物之經塗覆二甲酸鉀結晶：

85%二甲酸鉀結晶，15% Cutina CP塗料

實例 2b至 2e：

步驟與實例 2a相似。所有實例在MP 1實驗室流化床中操作，並產生具有以下組合物之經塗覆產物：

85%二甲酸鉀結晶，15%塗料

實例	塗料	在流化床中的產物溫度	在加到流化床前塗料之溫度
2a	Cutina CP	40°C	70°C
2b	Japanwachsersatz	30°C	75°C
2c	Japanwachsersatz	40°C	75°C
2d	Edenor NHTI-G	48°C	80°C
2e	Tefacid	45°C	80°C

實例 3a：用聚物流化床塗覆二甲酸鉀結晶

欲經塗覆產物包括具有約 400-500 微米平均顆粒大小  $D [4, 3]$  之二甲酸鉀結晶。

用 Kollicoat EMN 30 D 作為塗料。

Niro-Aeromatic MP-1 型實驗室流化床可用於進行本試驗。所用接受器為具有 110 毫米基底流入板直徑且具有 12% 自由區域穿孔基底之塑膠圓錐。

將引入流化床的二甲酸鉀結晶 (750 克) 加熱到約 25-30°C 之產物溫度，同時以 30 米<sup>3</sup>/小時之速率空氣流化。將塗料 (440 克 Kollicoat EMN 30 D，相當於 132 克固體) 用 1.2 毫米雙流體噴嘴在 1.5 巴之噴射壓力噴於二甲酸鉀結晶上。在噴射製程期間，為保證徹底混合和均勻塗層，使空氣速率增加到約 50 米<sup>3</sup>/小時。噴射時間為 50 分鐘。獲得具有以下組合物之經塗覆 Formi 結晶：

85% 二甲酸鉀結晶，15% Kollicoat EMN 30 D 塗料

實例 3b 至 3f：

步驟與實例 3a 相似。所有實例在 MP 1 實驗室流化床中操作，並產生具有以下組合物之經塗覆產物：

85% 二甲酸鉀結晶，15% 塗料



實例	塗料	在流化床中的產物溫度
3a	Kollicoat EMN 30 D	<30°C
3b	Kollicoat MAE 30 DP + 15%檸檬酸三乙酯	<43°C
3c	Diofan 233 D	<41°C
3d	Acronal S 600	<41°C
3e	Aquasil PE 1286	<41°C
3f	Poligen WE 3	<51°C

實例 4a 至 4t：流化床塗覆二甲酸鉀結晶 - 塗層厚度變化

欲經塗覆產物包括具有約 400-500 微米平均顆粒大小  $D [4, 3]$  之二甲酸鉀結晶。

Niro-Aeromatic MP-1 型實驗室流化床可用於進行本試驗。所用接受器為具有 110 毫米基底流入板直徑且具有 12% 自由區域穿孔基底之塑膠圓錐。

步驟與實例 2a 相似。

在各實例 4a 至 4t 中，塗料在加到流化床前的溫度為 80°C。

實例	配方		塗料	在流化床中的產物溫度(°C)	用CaCO <sub>3</sub> 分解，所釋放氣體的毫升數		
	塗料(%)	二甲酸鹽(%)			200分鐘	800分鐘	1000分鐘
4a	5.0	95.0	Tefacid	52-57	15	52	80
4b	10.0	90.0	Tefacid	53-56	2	33	72
4c	15.0	85.0	Tefacid	54-56	3	20	28
4d	5.0	95.0	Vegeol PR-267	46-48	2	25	60
4e	10.0	90.0	Vegeol PR-267	44-46	0	0	0
4f	15.0	85.0	Vegeol PR-267	44-46	0	0	0
4g	5.0	95.0	Vegeol PR-272	48	0	0	0
4h	10.0	90.0	Vegeol PR-272	47-51	0	0	0
4i	15.0	85.0	Vegeol PR-272	46-51	0	0	0
4j	15.0	85.0	Vegeol PR-273	50-53	0	0	0
4k	15.0	85.0	Vegeol PR-274	50-54	0	0	0
4l	15.0	85.0	Vegeol PR-275	53-56	0	0	0
4m	15.0	85.0	Vegeol PR-276	46-50	0	0	0
4n	5.0	95.0	Vegeol PR-277	47-51	0	0	0
4o	15.0	85.0	Vegeol PR-277	45-52	0	0	0
4q	5.0	95.0	Vegeol PR-278	51-53	0	8	26
4r	15.0	85.0	Vegeol PR-278	48-51	0	0	0
4s	5.0	95.0	Vegeol PR-279	51-52	0	0	0
4t	15.0	85.0	Vegeol PR-279	49-53	0	0	0

CO<sub>2</sub>放出如說明中所示檢測。

檢測自二甲酸鉀放出的CO<sub>2</sub>作為對照值：在200分鐘檢測時間後>100毫升。

實例5和6之塗覆試驗所用的原料為經噴霧製粒的具400

微米至2000微米顆粒大小之二甲酸鉀乾燥粉末，以後將其稱為二甲酸鉀噴製顆粒。

實例5：在混合機中塗覆噴霧製粒的二甲酸鉀

將2000克二甲酸鉀噴製顆粒引入一可加熱犁頭混合機(Loedige類型M5 GR)並加熱到53°C，同時在約60轉/分鐘經約15分鐘過程攪拌。

與此同時，將353克Tefacid<sup>®</sup>加熱到76°C並在乾燥烘箱中熔融。

然後將液態Tefacid經數分鐘倒入犁頭混合機。隨後，將混合物在犁頭混合機中以60轉/分鐘相同速度經約10分鐘均化。

然後由冷卻水通過夾套使犁頭混合機自加熱切換到冷卻。在攪拌同時，將經塗覆二甲酸鉀顆粒冷卻並卸出。得到具有以下組合物之經塗覆二甲酸鉀噴製顆粒：

85%二甲酸鉀噴製顆粒，15% Tefacid塗料

實例6：在混合機中塗覆二甲酸鉀噴製顆粒-滑石加到塗料

將2000克二甲酸鉀噴製顆粒引入一可加熱犁頭混合機(Loedige類型M5 GR)並加熱到53°C，同時在約60轉/分鐘經約15分鐘過程攪拌。

與此同時，將353克Tefacid<sup>®</sup>加熱到76°C並在乾燥烘箱中熔融。將液態Tefacid<sup>®</sup>分成等量的三個部分(各118克)，並製備兩部分滑石(各118克)。

將118克液態Tefacid<sup>®</sup>經約半分鐘過程倒入犁頭混合機。均化3分鐘且隨後加入第一部分滑石(118克)。依次攪拌3分

鐘。再次加入 Tefacid<sup>®</sup>，如第一次加入進行相同操作。再加滑石且最終加入最後第三份 Tefacid<sup>®</sup>。

已加滑石的經塗覆二甲酸鉀顆粒用加熱夾套在 60 轉/分鐘均化 5 分鐘。

然後由冷卻水通過夾套使犁頭混合機自加熱切換到冷卻。在攪拌同時(15分鐘)，將經塗覆二甲酸鉀顆粒冷卻並卸出。得到具有以下組合物之經塗覆二甲酸鉀噴製顆粒：

77.2% 二甲酸鉀噴製顆粒，13.6% Tefacid 塗料，9.2% 滑石

實例 7 塗覆試驗所用原料為具有 1000 微米至 2000 微米顆粒大小的經緊壓二甲酸鉀乾燥粉末，以後稱為二甲酸鉀壓製品。該壓製品自二甲酸結晶產生。

實例 7：在混合機中塗覆二甲酸鉀壓製品

將 2000 克二甲酸鉀壓製品引入一可加熱犁頭混合機 (Loedige 類型 M5 GR) 並加熱到 53°C，同時在約 60 轉/分鐘經約 15 分鐘過程攪拌。

與此同時，將 353 克 Tefacid<sup>®</sup> 加熱到 76°C 並在乾燥烘箱中熔融。

將液態 Tefacid<sup>®</sup> 經數分鐘過程倒入犁頭混合機。隨後，將混合物在犁頭混合機中以 60 轉/分鐘相同速度經 10 分鐘均化。

然後由冷卻水通過夾套使犁頭混合機自加熱切換到冷卻。在攪拌同時，將經塗覆二甲酸鉀壓製品冷卻並卸出。得到具有以下組合物之經塗覆二甲酸鉀壓製品：

85% 二甲酸鉀壓製品，15% Tefacid 塗料

伍、中文發明摘要：

本發明係關於經塗覆製備物及其用途，該製備物包括至少一種通式  $XH(COOH)_2$  之二甲酸鹽，其中 X 為 Na、K、Cs、 $NH_4$ 。

陸、英文發明摘要：

The present invention relates to coated preparations comprising at least one diformate of the general formula  $XH(COOH)_2$ , where X is Na, K, Cs,  $NH_4$  and to the use thereof.

## 拾、申請專利範圍：

1. 一種經塗覆製備物，其包括至少一種通式  $XH(COOH)_2$  之二甲酸鹽，其中 X 為 Na、K、Cs、 $NH_4$ 。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之製備物，其中用二甲酸鉀作為二甲酸鹽。
3. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之製備物，其中該製備物包括額外成分和 / 或添加劑及 / 或載劑。
4. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之製備物，其中該所用塗料為至少一種選自由以下化合物所組成之群組之化合物：
  - a) 聚烷二醇，尤其為具有約 400 至 15000 之數量平均分子量之聚乙二醇，如 400 至 10000；
  - b) 具有約 4000 至 20000 之數量平均分子量之聚氧化烯聚合物或共聚物，特別為聚氧伸乙基和聚氧伸丙基之嵌段共聚物；
  - c) 經取代聚苯乙烯、馬來酸衍生物和苯乙烯 / 馬來酸共聚物；
  - d) 具有約 7000 至 1000000 之數量平均分子量之聚乙烯基吡咯啉酮；
  - e) 具有約 30000 至 100000 之數量平均分子量之乙烯基吡咯啉酮 / 乙酸乙烯酯共聚物；
  - f) 具有約 10000 至 200000 之數量平均分子量之聚乙烯醇，聚酞酸乙烯酯；
  - g) 具有約 6000 至 80000 之數量平均分子量之羥丙基甲基纖維素；

- h) 具有約100000至1000000之數量平均分子量之(甲基)丙烯酸烷酯聚合物和共聚物，尤其為丙烯酸乙酯/甲基丙烯酸甲酯共聚物和甲基丙烯酸酯/丙烯酸乙酯共聚物；
- i) 具有約250000至700000之數量平均分子量之聚乙酸乙烯酯，適當用聚乙炔基吡咯啉酮穩定；
- j) 聚烯，尤其為聚乙烯；
- k) 苯氧基乙酸/甲醛樹脂；
- l) 纖維素衍生物，如乙基纖維素、乙基甲基纖維素、甲基纖維素、羥丙基纖維素、羥丙基甲基纖維素、羧甲基纖維素、乙酸酐酸纖維素酯；
- m) 動物、植物或合成脂肪；
- n) 動物、植物或合成蠟或經化學改質的動物、植物蠟，如蜂蠟、小燭樹蠟、巴西棕櫚蠟、褐煤酯蠟和稻米胚芽油蠟、鯨蠟、羊毛脂、希蒙得木蠟、薩索蠟、野漆樹蠟或野漆樹蠟代用品；
- o) 動物和植物蛋白質，如明膠、明膠衍生物、明膠代用品、酪蛋白、乳清、角蛋白、豆蛋白、玉米蛋白和小麥蛋白；
- p) 單-和二糖、寡糖及多糖，例如，澱粉、經改質澱粉及果膠、藻酸鹽、脫乙酰殼多糖和角叉菜膠；
- q) 植物油，例如，葵花、紅花、棉籽、大豆、玉米胚芽、橄欖、油菜(籽)、亞麻籽、橄欖、椰子、(油)棕櫚仁油和棕櫚油；

- r) 合成或半合成油，如中間鏈長度甘油三酯或礦物油；
  - s) 動物油，如青魚、沙丁魚和鯨油；
  - t) 經硬化(氫化或部分氫化)油/脂肪，例如，自上特別描述的經氫化棕櫚油、經氫化棉籽油、經氫化豆油；
  - u) 漆塗料，如萜烯類、尤其為紫膠、吐魯香脂、秘魯香脂、山達脂和矽酮樹脂；
  - v) 脂肪酸，飽和及單-及多不飽和C6至C24羧酸；
  - w) 矽石；
  - x) 苯甲酸和/或苯甲酸之鹽和/或苯甲酸之酯和/或苯甲酸之衍生物和/或苯甲酸衍生物之鹽和/或苯甲酸衍生物之酯。
5. 根據申請專利範圍第1或2項之製備物，其係以具有1微米至10000微米、特別20至5000微米之平均顆粒大小之粉末形式。
6. 一種製造根據申請專利範圍第1或2項之經塗覆製備物之方法，其中
- (i) 將至少一種二甲酸鹽在適當時與額外成分和/或添加劑混合，
  - (ii) 將以此方式獲得的混合物用塗料在適當時與其他成分一起塗覆。
7. 一種製造根據申請專利範圍第1或2項之經塗覆製備物之方法，其中
- (i) 將塗料引入一適合裝置，適當時加入額外成分，
  - (ii) 將二甲酸鹽在適當時與額外成分及/或添加劑一起



加入。

8. 一種製造根據申請專利範圍第1或2項之經塗覆製備物之方法，其中該二甲酸鹽係於塗覆前施加到一種載劑物質。
9. 一種製造根據申請專利範圍第1或2項之經塗覆製備物之方法，其中
  - (i) 將至少一種二甲酸鹽在適當時與額外成分和/或添加劑一起分散於適合塗料之熔融物中，
  - (ii) 將以此方式獲得的分散液分開和固化。
10. 一種製造根據申請專利範圍第1或2項之經塗覆製備物之方法，其中
  - (i) 將至少一種二甲酸鹽在適當時與額外成分和/或添加劑一起分散於一種塗料中，特別為親油性塗料，
  - (ii) 在保護性膠體之水性溶液中乳化，較佳為明膠或/和明膠衍生物或/及明膠代用品，且加入一或多種選自單-、二-和多糖之群組之物質，且
  - (iii) 藉由噴霧及隨後或同時乾燥而成形。
11. 一種製造根據申請專利範圍第1或2項之經塗覆製備物之方法，其中至少一種二甲酸鹽由塗料之凝華作用塗覆。
12. 根據申請專利範圍第1或2項之製備物用於動物飼料所用之預混物之用途。
13. 根據申請專利範圍第1或2項之製備物用於飼料添加劑和/或動物飼料之用途，特別用於豬、家禽和小牛所用

之飼料添加劑和/或動物飼料。

14. 一種製造包含至少一種二甲酸鹽之飼料和/或飼料添加劑之方法，其包括
  - (i) 將根據申請專利範圍第1至5項中任一項之製備物加到一種預混物，
  - (ii) 將以此方式獲得預混物與飼料和/或飼料添加劑之其他成分混合。
15. 一種動物飼料，其包含根據申請專利範圍第1或2項之製備物。
16. 根據申請專利範圍第1或2項之製備物用作特性增強劑和/或生長促進劑之用途。
17. 根據申請專利範圍第1或2項之製備物用作酸化劑之用途。
18. 根據申請專利範圍第1或2項之製備物用作保存劑之用途。
19. 根據申請專利範圍第1或2項之製備物用作青貯劑之用途。
20. 根據申請專利範圍第1或2項之製備物用於肥料之用途。

柒、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第( )圖。

(二)本代表圖之元件代表符號簡單說明：

捌、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

