



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108774262 A

(43)申请公布日 2018.11.09

(21)申请号 201810823200.5

(22)申请日 2018.07.25

(71)申请人 江苏泰仓农化有限公司

地址 226500 江苏省南通市如皋市石庄镇
绥江路8号

(72)发明人 鲍明路

(51)Int.Cl.

C07F 9/38(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法

(57)摘要

本发明公开了一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,包括以下步骤:将用亚磷酸二甲酯、甘氨酸法生产得到草甘膦及草甘膦母液加入到容器中,所述容器壁中设有通水夹层;将通有流速为0.5m/min且水温为35℃循环冷水的搅拌架放置在容器中以800r/min的转速搅拌,持续时间为0.7h;最后在容器内温度为45℃,进行分离清洗,清洗分离的时间为0.2h。本发明草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,成本低,操作简单,冷却结晶速率快、效率高、效果好。

1. 一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将用亚磷酸二甲酯、甘氨酸法生产得到草甘膦及草甘膦母液加入到容器中;

(2) 将通有流速为0.2-0.8m/min循环冷水的搅拌架放置在容器中以680-980r/min的转速搅拌,持续时间为0.3-1.2h;

(3) 最后在容器内温度为40-50℃,进行分离清洗。

2. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述容器壁中设有通水夹层。

3. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述步骤(2)中的流速设置为0.3-0.6m/min。

4. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述步骤(2)中的流速设置为0.5m/min。

5. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述步骤(2)中的转速设置为780-850r/min。

6. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述步骤(2)中的转速设置为800r/min。

7. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述步骤(2)中的持续时间为0.5-1.1h。

8. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述步骤(2)中的持续时间为0.7h。

9. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述步骤(2)中的循环水水温设置为35℃。

10. 根据权利要求1所述的一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,其特征在于,所述步骤(3)中容器温度为45℃。

一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种搅拌式冷却结晶法,具体是一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法。

背景技术

[0002] 草甘膦又称:镇草宁、农达、草干膦、膦甘酸。纯品为非挥发性白色固体,比重为0.5,大约在230℃左右熔化,并伴随分解。25℃时在水中的溶解度为1.2%,不溶于一般有机溶剂,其异丙胺盐完全溶解于水。不可燃、不爆炸,常温贮存稳定。对中碳钢、镀锡铁皮(马口铁)有腐蚀作用。草甘膦是一种非选择性、无残留灭生性除草剂,对多年生根杂草非常有效,广泛用于橡胶、桑、茶、果园及甘蔗地。主要抑制植物体内的烯醇丙酮基莽草素磷酸合成酶,从而抑制莽草素向苯丙氨酸、酪氨酸及色氨酸的转化,使蛋白质合成受到干扰,导致植物死亡。草甘膦是通过茎叶吸收后传导到植物各部位的,可防除单子叶和双子叶、一年生和多年生、草本和灌木等40多科的植物。草甘膦入土后很快与铁、铝等金属离子结合而失去活性,对土壤中潜藏的种子和土壤微生物无不良影响。

[0003] 草甘膦生产主要有两种合成方式,一是IDA法,即以二乙醇胺或氢氰酸为起始原料,美国孟山都等国外公司普遍采用该法;另一种为烷基酯法,国内大多数企业采用此法烷基酯法草甘膦生产主要原料为多聚甲醛(甲醛)、氨基乙酸、亚磷酸二甲酯、三乙胺、甲醇、盐酸,其中多聚甲醛的解聚是以三乙胺为催化剂,经过解聚、加成、缩合、水解反应,然后脱除溶剂甲醇和过量盐酸后,草甘膦结晶析出。

[0004] 草甘膦生产水解完成后放料至结晶釜,物料温度多在100-130℃。目前针对冷却结晶存在操作复杂,冷却结晶速率慢、效率低、效果差,以及运行成本高。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,以解决上述背景技术中提出的问题。

[0006] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0007] 一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,包括以下步骤:

[0008] (1) 将用亚磷酸二甲酯、甘氨酸法生产得到草甘膦及草甘膦母液加入到容器中;

[0009] (2) 将通有流速为0.2-0.8m/min循环冷水的搅拌架放置在容器中以680-980r/min的转速搅拌,持续时间为0.3-1.2h;

[0010] (3) 最后在容器内温度为40-50℃,进行分离清洗。

[0011] 作为本发明进一步的方案:所述容器壁中设有通水夹层。

[0012] 作为本发明再进一步的方案:所述步骤(2)中的流速设置为0.3-0.6m/min。

[0013] 作为本发明再进一步的方案:所述步骤(2)中的流速设置为0.5m/min。

[0014] 作为本发明再进一步的方案:所述步骤(2)中的转速设置为780-850r/min。

[0015] 作为本发明再进一步的方案:所述步骤(2)中的转速设置为800r/min。

[0016] 作为本发明再进一步的方案:所述步骤(2)中的持续时间为0.5-1.1h。

- [0017] 作为本发明再进一步的方案:所述步骤(2)中的持续时间为0.7h。
- [0018] 作为本发明再进一步的方案:所述步骤(2)中的循环水水温设置为35℃。
- [0019] 作为本发明再进一步的方案:所述步骤(3)中容器温度为45℃。
- [0020] 作为本发明再进一步的方案:所述清洗分离的时间为0.2h。
- [0021] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:
- [0022] 本发明草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,成本低,操作简单,冷却结晶速率快、效率高、效果好。

具体实施方式

[0023] 对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0024] 实施例1

[0025] 本发明实施例中,一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,包括以下步骤:

[0026] (1) 将用亚磷酸二甲酯、甘氨酸法生产得到草甘膦及草甘膦母液加入到容器中,所述容器壁中设有通水夹层;

[0027] (2) 将通有流速为0.2m/min且水温为35℃循环冷水的搅拌架放置在容器中以680r/min 的转速搅拌,持续时间为0.3h;

[0028] (3) 最后在容器内温度为40℃,进行分离清洗,清洗分离的时间为0.2h。

[0029] 实施例2

[0030] 本发明实施例中,一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,包括以下步骤:

[0031] (1) 将用亚磷酸二甲酯、甘氨酸法生产得到草甘膦及草甘膦母液加入到容器中,所述容器壁中设有通水夹层;

[0032] (2) 将通有流速为0.8m/min且水温为35℃循环冷水的搅拌架放置在容器中以980r/min 的转速搅拌,持续时间为1.2h;

[0033] (3) 最后在容器内温度为50℃,进行分离清洗,清洗分离的时间为0.2h。

[0034] 实施例3

[0035] 本发明实施例中,一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,包括以下步骤:

[0036] (1) 将用亚磷酸二甲酯、甘氨酸法生产得到草甘膦及草甘膦母液加入到容器中,所述容器壁中设有通水夹层;

[0037] (2) 将通有流速为0.3m/min且水温为35℃循环冷水的搅拌架放置在容器中以780r/min 的转速搅拌,持续时间为0.5h;

[0038] (3) 最后在容器内温度为45℃,进行分离清洗,清洗分离的时间为0.2h。

[0039] 实施例4

[0040] 本发明实施例中,一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,包括以下步骤:

[0041] (1) 将用亚磷酸二甲酯、甘氨酸法生产得到草甘膦及草甘膦母液加入到容器中,所述容器壁中设有通水夹层;

[0042] (2) 将通有流速为0.6m/min且水温为35℃循环冷水的搅拌架放置在容器中以850r/min 的转速搅拌,持续时间为1.1h;

[0043] (3)最后在容器内温度为45℃,进行分离清洗,清洗分离的时间为0.2h。

[0044] 实施例5

[0045] 本发明实施例中,一种草甘膦生产搅拌式冷却结晶法,包括以下步骤:

[0046] (1)将用亚磷酸二甲酯、甘氨酸法生产得到草甘膦及草甘膦母液加入到容器中,所述容器壁中设有通水夹层;

[0047] (2)将通有流速为0.5m/min且水温为35℃循环冷水的搅拌架放置在容器中以800r/min 的转速搅拌,持续时间为0.7h;

[0048] (3)最后在容器内温度为45℃,进行分离清洗,清洗分离的时间为0.2h。

[0049] 对于本领域技术人员而言,显然本发明不限于上述示范性实施例的细节,而且在不背离本发明的精神或基本特征的情况下,能够以其他的具体形式实现本发明。因此,无论从哪一点来看,均应将实施例看作是示范性的,而且是非限制性的,本发明的范围由所附权利要求而不是上述说明限定,因此旨在将落在权利要求的等同要件的含义和范围内的所有变化囊括在本发明内。

[0050] 此外,应当理解,虽然本说明书按照实施方式加以描述,但并非每个实施方式仅包含一个独立的技术方案,说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起见,本领域技术人员应当将说明书作为一个整体,各实施例中的技术方案也可以经适当组合,形成本领域技术人员可以理解的其他实施方式。