

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
A01N 57/20 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02808731.3

[45] 授权公告日 2007 年 8 月 22 日

[11] 授权公告号 CN 1332608C

[22] 申请日 2002.4.22 [21] 申请号 02808731.3

[30] 优先权

[32] 2001. 4. 23 [33] US [31] 60/285,731

[32] 2002. 4. 15 [33] US [31] 10/122,806

[86] 国际申请 PCT/US2002/013140 2002.4.22

[87] 国际公布 WO2002/085122 英 2002.10.31

[85] 进入国家阶段日期 2003.10.23

[73] 专利权人 孟山都技术公司

地址 美国密苏里州

[72] 发明人 B·D·马斯曼 J·T·王

D·H·坎贝尔

[56] 参考文献

WO01/08492A1 2001.2.8

CN1260349A 2000.7.9

CN1192743A 1998.9.9

审查员 吴顺华

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 黄革生 林柏楠

权利要求书 11 页 说明书 23 页 附图 4 页

[54] 发明名称

草甘膦铵盐组合物及其制备方法

[57] 摘要

本发明提供了一种用于制备可在下游加工的草甘膦铵盐糊状物的方法。该方法包括在反应器中混合(i)微粒状草甘膦酸, (ii)氨, (iii)助剂, 和(iv)水。草甘膦酸和氨反应, 所产生的热导致水分的部分蒸发, 使得形成水分含量为按重量计约 2% 至约 20% 的草甘膦铵盐糊状物。当被输送到反应器的产物排出区时, 向反应器中加入助剂(i)提高了草甘膦酸和氨反应生成草甘膦铵盐的速率和/或(ii)减小了反应物料的流动阻力。然后草甘膦铵盐糊状物可以进一步加工形成颗粒状除草组合物。

1.一种制备草甘膦铵盐糊状组合物的方法，其包括在反应器中混合下列成分：(i)微粒状草甘膦酸，(ii)氨，(iii)水和(iv)选自非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、两性表面活性剂、硅氧烷表面活性剂、碳氟表面活性剂、润滑剂以及它们的混合物的助剂，以形成反应物料，草甘膦酸和氨在其中发生反应，由此形成草甘膦铵盐糊状组合物，其中加入到反应器中的水的总量是加入到反应器中的草甘膦酸、氨、水和助剂总量的按重量计约 10%至约 25%。

2.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是至少约 1:500。

3.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是至少约 1:250。

4.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是约 1:100 至约 1:2。

5.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是约 1:50 至约 1:2。

6.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是约 1:20 至约 1:2。

7.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.8 至约 1.25。

8.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.9 至约 1.1。

9.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.95 至约 1.05。

10.权利要求 1 的方法，其中加入到反应器中的水的总量是加入到反应器中的草甘膦酸、氨、水和助剂总量的按重量计约 15%至约 18%。

11.权利要求 1 的方法,其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 20%。

12.权利要求 1 的方法,其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 15%。

13.权利要求 1 的方法,其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 10%。

14.权利要求 1 的方法,其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 3%至约 5%。

15.权利要求 1 的方法,其中的助剂是阳离子表面活性剂。

16.权利要求 15 的方法,其中的阳离子表面活性剂选自烷基胺乙氧基化物、烷基胺季胺盐、烷基胺乙酸盐、胺氧化物以及它们的混合物。

17.权利要求 16 的方法,其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.8 至约 1.25。

18.权利要求 16 的方法,其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.9 至约 1.1。

19.权利要求 16 的方法,其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.95 至约 1.05。

20.权利要求 16 的方法,其中加入到反应器中的水的总量是加入到反应器中的草甘膦酸、氨、水和助剂总量的按重量计约 15%至约 18%。

21.权利要求 16 的方法,其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 20%。

22.权利要求 16 的方法,其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 15%。

23.权利要求 16 的方法,其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 10%。

24.权利要求 16 的方法,其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 3%至约 5%。

25.权利要求 1 的方法,其中引入到反应器中的全部或部分水是作为与

草甘膦酸缔合的水分，和/或含水氨或助剂的水组分引入的。

26.权利要求 1 的方法，其中氨是作为无水氨被引入的。

27.权利要求 26 的方法，其中氨是作为液态无水氨被引入的。

28.权利要求 26 的方法，其中所引入的水全部或部分是与草甘膦酸缔合的水分。

29.权利要求 26 的方法，其中所引入的水全部或部分是与草甘膦酸缔合的水分，其量为加入到反应器中的草甘膦酸、氨、水和助剂总量的按重量计约 13%至约 18%。

30.权利要求 29 的方法，其中所生成的草甘膦铵盐糊状组合物的水分含量是按重量计约 2%至约 10%，并且是无需进一步减少水分含量即可在下游加工的。

31.权利要求 29 的方法，其中所生成的草甘膦铵盐糊状组合物的水分含量是按重量计约 3%至约 5%，并且是无需进一步减少水分含量即可在下游加工的。

32.权利要求 26 的方法，其是在连续式反应器中进行的连续的方法，该反应器包括：

一个基本上密封的延伸舱，其(i)在入口端具有适合于引入微粒状草甘膦酸的孔，(ii)在出口端具有适合于排出草甘膦铵盐糊状组合物的孔，和(iii)在入口和出口端之间具有一个或多个适合于引入氨和水的舱门；并且在其中安装有一个或多个可旋转的轴，每个轴平行于舱的延伸方向，每个轴具有一个或多个与该轴同轴的螺旋部件，并且带有大量放射状排列的栓钉和/或桨，以便轴的旋转可以实现如下一种或多种操作：(i)将草甘膦酸通过位于入口端的孔进到舱内，(ii)混合草甘膦酸、氨、助剂和水，形成具有较大气体-糊状物界面的反应物料，(iii)向舱的出口端转运反应物料和形成的草甘膦铵盐糊状组合物，和(iv)从位于出口端的孔排出草甘膦铵盐糊状组合物。

33.权利要求 32 的方法，其中助剂至少减少反应器约 5%的能量消耗。

34.权利要求 32 的方法，其中助剂至少减少反应器约 10%的能量消耗。

35.权利要求 32 的方法,其中助剂至少减少反应器约 20%的能量消耗。

36.权利要求 32 的方法,其中(i)将湿饼形式的草甘膦酸通过安装在舱入口端孔内的螺旋部件以这样一种方式不间断地进料,即在入口端不会形成可以使氨回漏的空气连续区;(ii)轴的旋转速度是这样的,即草甘膦酸在舱内的停留时间足以使生成草甘膦铵盐糊状组合物的反应进行完全;和(iii)通过位于距离舱的出口端足够远处的舱门注入氨,该距离足以导致基本上没有氨从位于出口端的孔排放出来。

37.权利要求 1 的方法,其中微粒状草甘膦酸、氨、水和助剂被加入到反应器中的方式为,使微粒状草甘膦酸、水和助剂在草甘膦酸和氨发生实质性接触前进行混合。

38.权利要求 37 的方法,其中将微粒状草甘膦酸、水和助剂在加入到反应器中之前进行预混合。

39.权利要求 1 的方法,其中加入到反应器中的助剂是润滑剂。

40.权利要求 39 的方法,其中的润滑剂是硅油。

41.权利要求 40 的方法,其中的硅油是聚二甲基硅氧烷。

42.一种在反应器中制备草甘膦铵盐糊状组合物的连续的方法,该方法包括,往反应器中连续进料下列成分(i)微粒状草甘膦酸,(ii)氨,(iii)水和(iv)选自非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、两性表面活性剂、硅氧烷表面活性剂、碳氟表面活性剂、润滑剂以及它们的混合物的助剂形成反应物料,在其中形成草甘膦铵盐,草甘膦酸和氨反应产生热量,加入到反应器中的水的总量是进料到反应器中的微粒状草甘膦酸、氨、水和助剂的总量的按重量计约 10%至约 25%;

利用草甘膦酸与氨反应所产生的热使水分蒸发,引起反应物料中的水分含量减少至按重量计约 2%至约 15%,由此形成草甘膦铵盐糊状组合物;
输送草甘膦铵盐糊状组合物到反应器的产品排出区;

其中助剂可(i)提高草甘膦酸和氨反应生成草甘膦铵盐的速率或者(ii)减小反应物料以及随后形成的草甘膦铵盐糊状组合物被输送到反应器的产品排出区时的流动阻力。

43.权利要求 42 的方法, 其中的助剂是阳离子表面活性剂。

44.权利要求 43 的方法, 其中的阳离子表面活性剂选自烷基胺乙氧基化物、烷基胺季胺盐、烷基胺乙酸盐、胺氧化物以及它们的混合物。

45.权利要求 42 的方法, 其中草甘膦铵盐的形成速率至少为约 0.05 克分子/分钟 - 升反应器体积。

46.权利要求 42 的方法, 其中草甘膦铵盐的形成速率至少为约 0.075 克分子/分钟 - 升反应器体积。

47.权利要求 42 的方法, 其中草甘膦铵盐的形成速率至少为约 0.1 克分子/分钟 - 升反应器体积。

48.权利要求 42 的方法, 其中草甘膦铵盐的形成速率至少为约 0.2 克分子/分钟 - 升反应器体积。

49.权利要求 42 的方法, 其中草甘膦铵盐的形成速率至少为约 0.3 克分子/分钟 - 升反应器体积。

50.权利要求 42 的方法, 其中草甘膦铵盐的形成速率至少为约 0.4 克分子/分钟 - 升反应器体积。

51.权利要求 42 的方法, 其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是至少约 1:500。

52.权利要求 42 的方法, 其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是至少约 1:250。

53.权利要求 42 的方法, 其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是约 1:100 至约 1:2。

54.权利要求 42 的方法, 其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是约 1:50 至约 1:2。

55.权利要求 42 的方法, 其中加入到反应器中的助剂与草甘膦酸的重量比是约 1:20 至约 1:2。

56.权利要求 42 的方法, 其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.8 至约 1.25。

57.权利要求 42 的方法, 其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔

比是约 0.9 至约 1.1。

58.权利要求 42 的方法，其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.95 至约 1.05。

59.权利要求 42 的方法，其中加入到反应器中的水的总量是加入到反应器中的草甘膦酸、氨、水和助剂总量的按重量计约 13%至约 18%。

60.权利要求 42 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 20%。

61.权利要求 42 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 15%。

62.权利要求 42 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 10%。

63.权利要求 42 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 3%至约 5%。

64.权利要求 42 的方法，其中引入到反应器中的全部或部分水是作为与草甘膦酸缔合的水，和/或含水氨或助剂的水组分引入的。

65.权利要求 42 的方法，其中氨是作为无水氨被引入的。

66.权利要求 65 的方法，其中氨是作为液态无水氨被引入的。

67.权利要求 65 的方法，其中所引入的水全部或部分是与草甘膦酸缔合的水。

68.权利要求 65 的方法，其中所引入的水全部或部分是与草甘膦酸缔合的水，其量为加入到反应器中的草甘膦酸、氨、水和助剂总量的按重量计约 13%至约 18%。

69.权利要求 65 的方法，其中所生成的草甘膦铵盐糊状组合物的水分含量是按重量计约 2%至约 15%，并且是无需进一步减少水分含量即可在下游加工的。

70.权利要求 65 的方法，其中所生成的草甘膦铵盐糊状组合物的水分含量是按重量计约 3%至约 5%，并且是无需进一步减少水分含量即可在下游加工的。

71.权利要求 65 的方法，其中是在混合装置中进行的连续的方法，该混合装置包括：

一个基本上密封的延伸舱，其(i)在入口端具有适合于引入微粒状草甘膦酸的孔，(ii)在出口端具有适合于排出草甘膦铵盐糊状组合物的孔，和(iii)在入口和出口端之间具有一个或多个适合于引入氨和水的舱门；并且在其中安装有一个或多个可旋转的轴，每个轴平行于舱的延伸方向，每个轴具有一个或多个与该轴同轴的螺旋部件，并且带有大量放射状排列的栓钉和/或桨，以便轴的旋转可以实现如下一种或多种操作：(i)将草甘膦酸通过位于入口端的孔进到舱内，(ii)混合草甘膦酸、氨、助剂和水，形成具有较大气体-糊状物界面的反应物料，(iii)向舱的出口端转运反应物料和形成的草甘膦铵盐糊状组合物，和(iv)从位于出口端的孔排出草甘膦铵盐糊状组合物。

72.权利要求 71 的方法，其中(i)将湿饼形式的草甘膦酸通过安装在舱入口端孔内的螺旋部件以这样一种方式不间断地进料，即在入口端不会形成可以使氨回漏的空气连续区；(ii)轴的旋转速度是这样的，即草甘膦酸在舱内的停留时间足以使生成草甘膦铵盐糊状组合物的反应进行完全；和(iii)通过位于距离舱的出口端足够远处的舱门注入氨，该距离足以导致基本上没有氨从位于出口端的孔排放出来。

73.权利要求 42 的方法，其中微粒状草甘膦酸、氨、水和助剂被加入到反应器中的方式为，使微粒状草甘膦酸、水和助剂在草甘膦酸和氨发生实质性接触前进行混合。

74.权利要求 73 的方法，其中将微粒状草甘膦酸、水和助剂在加入到反应器中之前进行预混合。

75.一种制备草甘膦铵盐糊状组合物的连续的方法，该方法包括，往连续式反应器中连续进料下列成分(i)微粒状草甘膦酸，(ii)氨，(iii)水和(iv)选自非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、两性表面活性剂、硅氧烷表面活性剂、碳氟表面活性剂、润滑剂以及它们的混合物的助剂，形成反应物料，在其中形成草甘膦铵盐，草甘膦酸和氨反应产生

热量,加入到反应器中的水的总量是加入到反应器中微粒状草甘膦酸、氨、水和助剂的总量的按重量计约 10%至约 25%;

利用草甘膦酸与氨反应所产生的热使水分蒸发,引起反应物料中的水分含量减少至按重量计约 2%至约 15%,由此形成草甘膦铵盐糊状组合物;输送草甘膦铵盐糊状组合物到反应器的产品排出区;

向草甘膦铵盐糊状组合物中加入选自非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、两性表面活性剂、硅氧烷表面活性剂、碳氟表面活性剂、润滑剂以及它们的混合物的助剂,形成可挤出的草甘膦铵盐混合物;和

将可挤出的草甘膦铵盐混合物连续进料到挤出机中,该挤出机具有一个入口、一个输送器和一个出口,出口基本上由筛子组成,通过所述的筛子,可挤出草甘膦铵盐混合物以挤出物条的形式挤出,该挤出物条断裂或被切割形成潮湿的粘附性颗粒。

76.权利要求 75 的方法,其中的助剂是阳离子表面活性剂。

77.权利要求 76 的方法,其中的阳离子表面活性剂选自烷基胺乙氧基化物、烷基胺季胺盐、烷基胺乙酸盐、胺氧化物以及它们的混合物。

78.权利要求 75 的方法,其中总的助剂与草甘膦铵盐的重量比是约 1:9 至约 1:2。

79.权利要求 75 的方法,其中加入到反应器中形成反应物料的助剂部分使加入到反应器的助剂与草甘膦酸的重量比达到至少约 1:250。

80.权利要求 75 的方法,其中加入到反应器中形成反应物料的助剂部分使分别加入到反应器的助剂与草甘膦酸的重量比达到约 1:250 至约 1:2。

81.权利要求 75 的方法,其中加入到反应器中形成反应物料的助剂部分使加入到反应器的助剂与草甘膦酸的重量比达到约 1:250 至约 1:10。

82.权利要求 75 的方法,其中加入到反应器中形成反应物料的助剂部分使分别加入到反应器的助剂与草甘膦酸的重量比达到约 1:150 至约 1:25。

83.权利要求 75 的方法,其中加入到反应器中形成反应物料的助剂部分使加入到反应器的助剂与草甘膦酸的重量比达到约 1:100 至约 1:50。

84.权利要求 75 的方法，其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.8 至约 1.25。

85.权利要求 75 的方法，其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.9 至约 1.1。

86.权利要求 75 的方法，其中加入到反应器中的氨与草甘膦酸的摩尔比是约 0.95 至约 1.05。

87.权利要求 75 的方法，其中加入到反应器中的水的量是加入到反应器中的草甘膦酸、氨、水和助剂总量的按重量计约 13%至约 18%。

88.权利要求 75 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 20%。

89.权利要求 75 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 15%。

90.权利要求 75 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2%至约 10%。

91.权利要求 75 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 3%至约 5%。

92.权利要求 75 的方法，其中引入到反应器中的全部或部分水是作为与草甘膦酸缔合的水，和/或含水氨或助剂的水组分引入的。

93.权利要求 75 的方法，其中氨是作为无水氨被引入的。

94.权利要求 93 的方法，其中氨是作为液态无水氨被引入的。

95.权利要求 75 的方法，其中筛孔的直径为约 0.5mm 至约 2mm。

96.权利要求 75 的方法，其中筛孔的直径为约 0.6mm 至约 1.2mm。

97.权利要求 75 的方法，其中向反应物料中加入助剂使挤出机的生产量至少提高了约 5%。

98.权利要求 75 的方法，其中向反应物料中加入助剂使挤出机的生产量至少提高了约 10%。

99.权利要求 75 的方法，其中向反应物料中加入助剂使挤出机的生产量至少提高了约 25%。

100.权利要求 75 的方法,其中向反应物料中加入助剂使挤出机的生产量至少提高了约 50%。

101.权利要求 75 的方法,其中向反应物料中加入助剂使挤出机的生产量提高了约 50%以上。

102.权利要求 75 的方法,还包括分选或研磨的颗粒,以除去或再循环在所需大小范围外的颗粒、颗粒碎片和颗粒聚集物。

103.权利要求 75 的方法,其中如果在完成反应时草甘膦铵盐糊状物的水分含量高于按重量计约 10%,在形成可挤出的草甘膦铵盐混合物前,采用加热和/或施加真空使糊状物中的水分含量降至按重量计约 5%至约 10%。

104.权利要求 75 的方法,其中可挤出的草甘膦铵盐混合物所具有的稠度为可使挤出物条在挤出时自发断裂形成颗粒。

105.权利要求 75 的方法,进一步包括断裂或切割挤出物条以形成颗粒。

106.权利要求 75 的方法,进一步包括旋转和/或滚动加工湿颗粒以使颗粒的形状更圆,大小更均匀。

107.权利要求 75 的方法,其中草甘膦铵盐的形成速率为至少约 0.02 克分子/分钟-升反应器体积。

108.权利要求 75 的方法,其中草甘膦铵盐的形成速率为至少约 0.05 克分子/分钟-升反应器体积。

109.权利要求 75 的方法,其中草甘膦铵盐的形成速率为至少约 0.075 克分子/分钟-升反应器体积。

110.权利要求 75 的方法,其中草甘膦铵盐的形成速率为至少约 0.1 克分子/分钟-升反应器体积。

111.权利要求 75 的方法,其中草甘膦铵盐的形成速率为至少约 0.2 克分子/分钟-升反应器体积。

112.权利要求 75 的方法,其中草甘膦铵盐的形成速率为至少约 0.3 克分子/分钟-升反应器体积。

113. 权利要求 75 的方法，其中草甘膦铵盐的形成速率为至少约 0.4 克分子/分钟 - 升反应器体积。

114. 权利要求 75 的方法，其中微粒状草甘膦酸、氨、水和助剂被加入到反应器中的方式为，使微粒状草甘膦酸、水和助剂在草甘膦酸和氨发生实质性接触前进行混合。

115. 权利要求 114 的方法，其中将微粒状草甘膦酸、水和助剂在加入到反应器中之前进行预混合。

116. 权利要求 75 的方法，其中加入到草甘膦铵盐糊状组合物中的助剂是润滑剂。

117. 权利要求 116 的方法，其中的润滑剂是硅油。

118. 权利要求 117 的方法，其中的硅油是聚二甲基硅氧烷。

119. 制备可挤出的草甘膦铵盐混合物的方法，该方法包括将润滑剂与含水量为按重量计约 2% 至约 20% 的草甘膦铵盐糊状组合物混合。

120. 权利要求 119 的方法，其中的润滑剂是硅油。

121. 权利要求 120 的方法，其中的硅油是聚二甲基硅氧烷。

122. 权利要求 119 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2% 至约 15%。

123. 权利要求 119 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 2% 至约 10%。

124. 权利要求 119 的方法，其中草甘膦铵盐糊状组合物的含水量是按重量计约 3% 至约 5%。

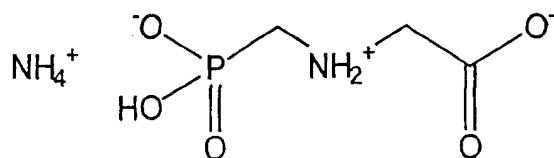
草甘膦铵盐组合物及其制备方法

发明领域

本发明涉及一种可用于农业和需要控制杂草或其他植物生长的其他情形的除草制剂的制备。具体地说，本发明涉及一种制备除草组合物的方法，该组合物含有作为活性成分的铵盐形式的 N-膦酰甲基甘氨酸（草甘膦）。根据本发明的方法，将草甘膦酸微粒、氨和水反应形成草甘膦铵盐糊状物，并且作为本方法的一部分，将表面活性剂加入到反应混合物中以提高反应速率并改善所得产物的物理性能。

发明背景

草甘膦除草剂、尤其是包含草甘膦水溶性盐的除草剂是熟知的。例如，Franz 的美国专利 No. 4,405,531 公开了草甘膦的单铵盐是一种有用的除草剂。除非上下文另有要求，“草甘膦铵盐”在本文中指的是草甘膦的单铵盐，其具有下列化学式：



可以通过一种将草甘膦酸与氨紧密混合的连续的方法生产草甘膦铵盐的颗粒形式。例如，Chin 等的美国专利 No. 5,070,197 公开了一种连续的方法，其中在挤出机中将一种布朗斯台德酸和一种布朗斯台德碱混合制得盐。Chin 等列举了草甘膦酸作为可以使用的布朗斯台德酸之一，氨作为可以使用的碱之一。根据 Chin 等公开的内容，该反应可以作为一种固态反应来进行，基本上不加入例如水等“外来溶剂”，尽管据称可任选地逆流加入少量水（通常约 4 重量%）用于“最初的润滑”。据称在挤出机中发生酸-碱反应生成干燥的盐，其中盐被挤出形成颗粒。

然而，草甘膦铵盐在制备含有草甘膦盐和一种或多种表面活性剂的干燥草甘膦除草制剂中特别有用。表面活性剂是草甘膦制剂中的重要组分，因为当草甘膦制剂被稀释、溶解或分散在水中用于喷洒到植物叶面上时，表面活性剂可提高草甘膦喷洒的除草效力，主要是有助于：（1）叶片上喷洒液滴的保持；（2）喷洒液滴附着于叶子表面；（3）草甘膦穿透覆盖叶子表面的疏水性角质层。含有一种或多种表面活性剂的干燥的草甘膦铵盐制剂商品由孟山都公司在若干国家内经销，包括例如 Roundup® Dry, Roundup® Max 和 Rival® 除草剂。

制备干燥的草甘膦铵盐制剂一般需要将一种或多种表面活性剂与干燥的草甘膦铵盐相混合，对混合物进行造粒，形成具有所需浓度的表面活性剂的干燥的草甘膦铵盐粒剂。已经公开了大量适合于制备含有液体表面活性剂的草甘膦铵盐的水溶性或水分散性颗粒的造粒方法。其中的一种方法是盘式造粒。然而，用于制备干燥的草甘膦铵盐制剂的更广泛使用的造粒方法是挤出造粒。英国专利 No. 1,433,882（'882 专利）一般性地描述了一种挤出造粒的方法，干燥的草甘膦铵盐颗粒剂一般以类似的方法制得，所不同的是主要的活性成分即草甘膦铵盐是水溶性的，而不是'882 专利方法中的水不溶性的。在该方法中，草甘膦铵盐与表面活性剂以及少量水混合，形成可挤出的湿混合物，然后挤出形成挤出物条，其在挤出之时或者之后不久自发断裂形成短的圆柱形的颗粒，然后进行干燥。

根据所用的具体表面活性剂，相对于每重量份草甘膦（以酸当量（a.e.）表示），用于呈现所要达到除草效果的表面活性剂的所需用量一般为约 0.1 至约 1 重量份的表面活性剂。含有如此高浓度表面活性剂的草甘膦铵盐制剂可能很难制得，这取决于表面活性剂被草甘膦铵盐吸收或吸附的程度。也就是说，如此高浓度的表面活性剂通常不能充分地被草甘膦铵盐所吸收和/或吸附，因此导致了所得制剂变粘，具有结快的趋势，或者缺乏良好的倾倒或流动性质。因此，这种草甘膦铵盐颗粒的吸收和吸附性能是尤其重要的。

现已发现草甘膦铵盐的制备方法会影响到草甘膦铵盐颗粒对液体表面活性剂的吸收和/或吸附性能。近年来，已经公开了生产具有高吸收和/或吸

附特性的干燥的草甘膦粉末的方法，该粉末适合于生产具有高浓度表面活性剂的干燥的草甘膦铵盐制剂。例如，Kramer 等的美国专利 No. 5,614,468 ('468 专利) 公开了使微粒状草甘膦酸与含水的氨反应以制备水分含量不超过约 2% (重量) 的干燥草甘膦粉末的方法。同样的，Gillespie 等的美国专利 No. 5,633,397 ('397 专利) 公开了一种制备草甘膦铵盐粉末的方法，其中微粒状草甘膦酸与气态无水的氨反应，制得干燥的粉末产物。正如'397 专利的实施例 1 中所提到的，一种水分含量约为 1% (重量) 的干燥粉末可通过其所公开的方法制得。

在'468 专利和'397 专利中都公开了生产能够吸收和/或吸附高浓度表面活性剂的干燥的草甘膦铵盐粉末的方法。然而，其中水分含量被抑制以确保形成干燥制剂产物的干燥的固态反应方法可能比草甘膦和氨在含水介质中反应的方法更难于控制。氨和草甘膦酸间反应的放热性质引起了需要解决散热的问题，这可能会产生问题。由于固态反应方法通常表现出弱的热量转移性能，散热就成为要解决的问题。

国际专利申请 No. WO 01/08492 (Massmann 等) 公开了一种生产草甘膦铵盐的方法，该方法避免了一些在干燥的固体介质中进行反应所面临的困难。将微粒状草甘膦酸、气态无水氨或含水氨和水一并加入到反应器中形成反应混合物，混合物中水分含量按重量计为约 10% 至约 25%。草甘膦酸和氨反应，部分水分被蒸发，以制得可在下游加工的草甘膦铵盐糊状物，该糊状物中水分含量为按重量计约 5% 至约 20%。然后在挤出造粒前将一种表面活性剂与草甘膦铵盐糊状物相混合，部分是为了调整糊状物，以提高糊状物的可挤出性，但主要是为了提高所得草甘膦铵盐粒剂的除草活性。依照 Massmann 等所述，在反应前或反应期间加入表面活性剂对于制备过程是不利的；因此，在完全反应后，将全部量的表面活性剂加入到草甘膦铵盐糊状物中，优选在草甘膦铵盐糊状物冷却至低于 70℃ 之后加入。

发明概述

本发明的目的之一是提供一种制备湿的草甘膦铵盐糊状物的连续的方法；提供这样一种方法，其中将一种或多种助剂加入到反应混合物中以提

高草甘膦铵盐糊状物的形成速率，和/或减小反应混合物的流动阻力；也提供了这样一种方法，其中将额外量的助剂随后加入到草甘膦铵盐糊状物中形成可挤出的草甘膦铵盐混合物；提供一种将可挤出的草甘膦铵盐混合物挤出形成草甘膦铵盐颗粒剂的方法；提供一种产量增加的挤出草甘膦铵盐的改进方法；以及，提供一种降低所需能量的挤出草甘膦铵盐的方法。

简而言之，本发明涉及一种制备草甘膦铵盐糊状物的方法，其包括在反应器中混合下列成分：(i) 微粒状草甘膦酸，(ii) 氨，(iii) 水和(iv) 助剂，以形成反应物料，其中加入到反应物料中水的总量是加入到反应器中的草甘膦酸、氨、水和助剂总重量的10%至约25%（重量）。

本发明进一步涉及一种制备草甘膦铵盐糊状物的连续的方法，其包括将下列成分连续地加入到反应器中：(i) 微粒状草甘膦酸，(ii) 氨，(iii) 助剂，和(iv) 水，由此使草甘膦酸与氨反应，所产生的热导致水分的部分蒸发，并且形成水分含量低于约20%（重量）的草甘膦铵盐糊状物。在优选的具体实施方式中，水分含量的范围降至按重量计约2%至约15%。

本发明进一步涉及一种制备除草组合物颗粒的连续的方法，其包括连续进料下列成分(i) 微粒状草甘膦酸，(ii) 氨，(iii) 助剂，和(iv) 水，以形成反应物料并在其中生成草甘膦铵盐，其中所进料的水的总量是进料到反应器中所有原料总重量的约10%至约25%。草甘膦酸与氨反应产生热量，导致水分蒸发，从而使反应物料中的水分含量降至约2%至约10%，形成草甘膦铵盐糊状物。反应物料连续地输送到反应器的产物排出区，同时作为本方法的一部分，当被输送到反应器的产物排出区时，助剂(i) 提高草甘膦酸和氨反应生成草甘膦铵盐的速率，和/或(ii) 减小反应物料的流动阻力。

本发明进一步涉及一种制备干燥的颗粒状除草组合物的方法，其包括连续进料(i) 微粒状草甘膦酸，(ii) 氨，(iii) 助剂，和(iv) 水以形成反应物料并在其中形成草甘膦铵盐，其中所进料的水的总量是加入到反应器中的草甘膦酸、氨、助剂和水的总重量的约10%至约25%。利用草甘膦酸与氨反应所产生的热使水分蒸发，使反应物料中的水分含量减少以形成草

甘膦铵盐糊状物。将反应物料连续输送到反应器的产物排出区。如果草甘膦铵盐糊状物的水分含量大于按重量计约 15%，则采用加热和/或施加真空以降低糊状物的水分含量至按重量计约 2%至约 15%。向草甘膦铵盐糊状物中加入一种或多种助剂以形成可挤出的草甘膦铵盐混合物，全部助剂与草甘膦铵盐的重量比为约 1:20 至约 1:2。可挤出的草甘膦铵盐混合物连续地进料到具有筛子的挤出机，通过该挤出机，草甘膦铵盐被挤出形成挤出物条，挤出物条断裂形成潮湿的粘附性颗粒。作为本方法的一部分，助剂：(i) 提高草甘膦酸和氨反应生成草甘膦铵盐的速率；(ii) 当被输送到反应器的产物排出区时，减小反应物料的流动阻力；和/或，(iii) 降低可挤出草甘膦铵盐混合物的流动阻力。然后干燥颗粒，制得干燥的颗粒组合物，和/或进一步地进行加工，对颗粒进行分选，以除去或循环利用处于所需大小范围之外的颗粒、颗粒碎片和颗粒聚集物。

附图概述

图 1 显示本发明用于制备干燥的颗粒除草组合物方法的流程图。

图 2 至 4 显示一些适合于在本发明的方法中以恒定进料速率供给草甘膦酸湿饼的重力进料器视图。

发明详述

根据本发明所公开的方法，将微粒状草甘膦酸、无水氨或含水氨、水和助剂加入到反应器中以形成反应物料，其中所加入水的总量占由草甘膦酸、氨、水和助剂混合形成的反应物料总量的按重量计约 10%至约 25%。优选地，草甘膦酸与氨反应所产生的热引起水分蒸发，形成草甘膦铵盐糊状物。

出人意料的是，现已发现将助剂加入到反应物料中可以提高草甘膦铵盐糊状物的形成速率，减小草甘膦铵盐糊状物的流动阻力，或者两个目的都可以达到，因此所提供的方法能提高产量并形成水分含量为约 2%至约 20%(重量)的“可在下游加工的”草甘膦铵盐糊状物。术语“可在下游加

工的”，在文中表示草甘膦铵盐糊状物如果必要的话在进一步减少水分含量至按重量计约 2%至约 15%之后，易于进一步与助剂一起通过挤出造粒进行加工，形成干燥的颗粒状除草组合物，其中助剂与草甘膦铵盐的重量比为约 1:20 至约 1:2，优选为约 1:9 至约 1:2。因而，如果需要颗粒产物，草甘膦铵盐糊状物可以和附加的助剂混合，形成可挤出的草甘膦铵盐混合物，然后该混合物被挤出形成为具有高浓度助剂的草甘膦铵盐颗粒制剂。

尽管在制备过程中的各种步骤可以以分批或连续的模式进行，但优选部分或全部的制备步骤以连续的模式进行。尤其是，优选草甘膦酸和氨的反应在一个连续式反应器中进行，该反应器既能混合反应组分，又能将反应物料从反应器中排出。

I. 形成草甘膦铵盐糊状物

参见附图 1，本发明的方法是这样实施的：将微粒状草甘膦酸、氨、水和助剂进料到反应器中并混合反应组分形成反应物料，其中氨与草甘膦酸反应形成可在下游加工的草甘膦铵盐产物。反应器可以是任何能混合固体和液体材料以制备糊状物或类似组合物的装置，例如，食品混合机、行星式混合机、螺条混合器或捏合机。

在一个具体实施方式中，反应器包含一个可旋转的轴，该轴具有一个或多个与其同轴的螺旋部件，并且携带大量放射性排列的栓钉和/或桨。一旦该轴旋转，这样一组螺旋部件导致草甘膦铵盐沿平行于该轴的方向大批量运动，而同时栓钉和/或桨恒定地混合草甘膦铵盐，产生较大气体-固体界面。可以存在不止一个这样的轴，彼此平行地排列，可按相同或相反方向旋转。

优选地，反应组分的混合以及氨与草甘膦酸的反应都在具有基本上密封的舱的反应器中进行，该舱在入口端有一个适合引入微粒状草甘膦酸的孔，在出口端有一个适合于排出草甘膦铵盐组合物的孔，在入口端和出口端之间有一个或多个适合于引入氨和水的舱门。可选地在出口端附近存在更多的舱门，用于排空水蒸汽，如果必要的话，还用于排空过量的氨。

在一个具体实施方式中，混合装置是连续式处理机，其包含一个延伸舱，其中可旋转地排列有一个或多个，优选为一个或两个如上所述的轴，每个轴平行于舱的延伸方向。通过轴的旋转，装置实现下列操作：(i) 草甘膦酸通过位于入口端的孔进料到舱内；(ii) 混合各成分形成反应物料；和，(iii) 向舱的出口转移反应物料和形成的草甘膦铵盐组合物；(iv) 从位于出口端的孔排出草甘膦铵盐产物。通过位于入口与出口端之间的舱门注入水、助剂和氨。优选地，在入口端或其附近注入水和助剂，优选在距离入口端足够远处的一个或多个舱门注入氨，以便在草甘膦酸与氨的实质接触之前使草甘膦酸、水和助剂充分混合。在一个具体实施方式中，将草甘膦酸在进料到反应舱之前与水和助剂预混合，从而能够通过反应舱内的位于任何位置的一个或多个舱门注入氨。可选地，用于排放水蒸汽和/或过量氨的一个或多个舱门可以位于氨注入舱门与出口端之间；不过一般优选的是这种排放仅发生在出口端本身，通过草甘膦铵盐组合物的排出孔来进行。

上述类型的装置，也就是连续式单轴或双轴混合机/捏合机或固体处理机，已经发现当使用无水的氨时是特别适合的，无论氨是气态还是液态的。当在距入口端一定距离处注入氨时，在氨注入舱门附近的舱内大气变得富含氨，较大的气体-固体界面确保氨与草甘膦酸发生迅速高效的反应。反应中氨的迅速耗尽引起朝向入口端和出口端的舱内大气中氨浓度梯度的急剧下降。

如果草甘膦酸是以湿饼形式进料，并且不需要额外的水或者仅需要少量额外的水，那么在与氨接触之前需要混合的程度是最低的。在这种情形下，如果需要的话，氨注入舱门可以位于舱入口端附近。轴上所设置的螺旋部件不间断地将湿饼拖入舱中，从而在舱入口端的内部和外部之间没有空气连续区形成，基本上可以防止氨气从入口端回漏。因而，在一个尤其优选的方法中：(i) 将湿饼形式的草甘膦酸和助剂预混合并通过安装在位于舱入口端孔中的螺旋部件以这样一种方式不间断地进料，即在入口端不会形成可以使氨回漏的空气连续区；(ii) 轴的旋转速度是这样的，即反应

物料在舱中的停留时间足以完成生成草甘膦铵盐的反应；和（iii）通过距出口端一定距离的舱门注入无水的氨，该距离足以导致基本上没有氨从位于出口端的孔中排放出来。即使装置被设计成接近氨的零释放方式操作，在将气体释放到环境中前，仍然需要使所排放的气体通过洗涤器或同类装置。

根据本文所陈列的信息，本领域技术人员将发现，通过对上述任意特定类型的装置进行常规试验，即可简单确定适合的轴旋转速率（影响草甘膦酸的进料速率以及在舱中的停留时间）、水进料速率、助剂进料速率和氨注入点（氨的注入速率取决于草甘膦酸的进料速率），以高效实施本发明的方法，并使氨的排放达到最小限度。若装置在轴上具有可替换的螺旋部件和栓钉和/或桨，技术人员通过常规试验，也能够容易地确定这类部件的最佳配置。适合于进行本发明的装置，即连续式单轴或双轴混合机/捏合机或固体处理机，均是市场上可购得的，例如，产自 Buhler Limited（Uzwil, Switzerland），Readco Manufacturing Inc（York, Pennsylvania）和 Werner and Pflieder Corporation（Ramsey, New Jersey），根据所选用的装置类型和所需产量可采用各种尺寸（例如，5cm，13cm，20cm，25cm，38cm，62cm，93cm，125cm 和 175cm）。

a. 助剂加入到反应物料中

出人意料的是，已经发现加入助剂到反应混合物中可以提高草甘膦铵盐糊状物的形成速率。例如，在相同或基本上相似的反应条件下，在包含助剂、氨、草甘膦酸和水的反应混合物中草甘膦铵盐的形成速率比缺少助剂、其余相同的反应混合物中草甘膦铵盐的形成速率至少能快约 10%，至少约 30%，至少约 50%，至少约 100%，甚至高达约 150% 或者更多。更明确地讲，草甘膦铵盐的形成速率为至少约 0.02，更优选至少约 0.05，还更优选至少约 0.075，还更优选至少约 0.1，还更优选至少约 0.2，还更优选至少约 0.3，还更优选至少约 0.4，还更优选至少约 0.5，还更优选至少约 0.75，还更优选至少约 1.0，还更优选至少约 1.25 克分子/分钟-升反应器体

积。通常，反应速率趋向于随着反应器体积的增大而下降；因而，例如，在一个包含直径为 15 英寸(约 38 厘米)的延伸舱(其反应器体积为 378 升)的连续式反应器中，草甘膦铵盐可以容易地以至少约 0.4 克分子/分钟的速率产生，然而在具有更小体积的反应器中，例如在包含一个直径为 5 英寸(约 7.5 厘米)的延伸舱(其反应器体积为 14 升)的连续式反应器中，草甘膦铵盐可以容易地以至少约 0.75 克分子/分钟的速率产生。因此，在一个具体实施方式中，反应容器具有至少约 1 升的体积，草甘膦铵盐的生成速率为至少约 1，更优选至少约 1.5，还更优选至少约 2，还更优选至少约 2.5，最优选至少约 3.0 克分子/分钟-升反应器体积。在另一个具体实施方式中，反应容器具有至少约 10 升的体积，草甘膦铵盐的生成速率为至少约 0.5，更优选至少约 1.0，还更优选至少约 1.5，以及还更优选至少约 2 克分子/分钟-升反应器体积。在另一个具体实施方式中，反应容器具有至少约 15 升的体积，草甘膦铵盐的生成速率为至少约 0.5，更优选至少约 1.0，以及还更优选至少约 1.5 克分子/分钟-升反应器体积。在另一个具体实施方式中，反应容器具有至少约 50 升的体积，草甘膦铵盐的生成速率为至少约 0.25，更优选至少约 0.5，更优选至少约 1.0，以及还更优选至少约 1.5 克分子/分钟-升反应器体积。在另一个具体实施方式中，反应容器具有至少约 100 升的体积，草甘膦铵盐的生成速率为至少约 0.25，更优选至少约 0.5，更优选至少约 1.0，以及还更优选至少约 1.25 克分子/分钟-升反应器体积。在另一个具体实施方式中，反应容器具有至少约 200 升的体积，草甘膦铵盐的生成速率为至少约 0.25，更优选至少约 0.5，更优选至少约 0.75，以及还更优选至少约 1.0 克分子/分钟-升反应器体积。在另一个具体实施方式中，反应容器具有至少约 300 升的体积，草甘膦铵盐的生成速率为至少约 0.25，更优选至少约 0.5，更优选至少约 0.75，以及还更优选至少约 1.0 克分子/分钟-升反应器体积。在另一个具体实施方式中，反应容器具有至少约 500 升的体积，草甘膦铵盐的生成速率为至少约 0.25，更优选至少约 0.5，更优选至少约 0.75，以及还更优选至少约 1.0 克分子/分钟-升反应器体积。

现已发现在反应混合物中含有一种或多种助剂除了能提高草甘膦铵盐的生成速率外，还具有其他的优点。例如，如前所述，在反应物料中加入

助剂可以减小反应物料的流动阻力。从而，输送反应物料所需消耗反应器的能量可以大大地减少（如，5%，10%，20%或者甚至更多，取决于所选助剂以及加入到反应物料中的量）。

根据助剂、所需要的组合物以及最终产物的性质的不同，助剂可以以不同的量加入到反应器中。例如，分别加入到包含氨、草甘膦酸和水的反应混合物中的助剂与草甘膦酸的重量比可以至少为约 1:250，优选至少约 1:100。在一些具体的实施方式中，分别加入到反应混合物中的助剂与草甘膦酸的重量比可以更大，二者的重量比为至少约 1:75，至少约 1:50，至少约 1:25，至少约 1:10，至少约 1:5 或者甚至约 1:2。然而通常情况下，分别加入到反应混合物中的助剂与草甘膦酸的重量比会小于约 1:2，二者的重量比一般为约 1:10 至约 1:250，约 1:25 至约 1:150，或者甚至约 1:50 至约 1:100。

反应混合物中的助剂组分可以是单一助剂，或者它可以包含两种或多种助剂原料。若使用两种或多种助剂原料，它们可以分别加入到反应混合物中，或者它们可以先掺合在一起然后再加入到反应混合物中。在将助剂加入到反应混合物中之前，可以任选地将其他原料、包括水和/或甘醇与助剂或助剂混合物相混合。

通常，加入到反应混合物中的助剂可以是非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、两性表面活性剂、硅氧烷表面活性剂、碳氟表面活性剂或润滑剂。具体的非离子表面活性剂包括烷基聚葡萄糖苷；甘油酯例如甘油单月桂酸酯和乙氧基化甘油单可可酯；乙氧基化蓖麻油；乙氧基化还原糖酯例如聚氧乙烯山梨糖醇单月桂酸酯；其他的多羟基醇酯例如脱水山梨糖醇单月桂酸酯和蔗糖单硬脂酸酯；乙氧基化酰胺例如聚氧乙烯可可酰胺；乙氧基化酯例如聚乙二醇 1000 单月桂酸酯和聚乙二醇 6000 二月桂酸酯；乙氧基化烷基或芳基苯酚例如壬基苯酚乙氧基化物、辛基苯酚乙氧基化物、十二烷基苯酚乙氧基化物、二壬基苯酚乙氧基化物和三苯乙烯基苯酚乙氧基化物；醇乙氧基化物例如脂肪醇乙氧基化物（如油醇乙氧基化物）、十三烷基醇乙氧基化物和其他的醇乙氧基化物，例如直链伯醇

聚氧乙烯醚和氧代醇乙氧基化物;和环氧乙烷/环氧丙烷共聚物,如 pluronic 型、tetronic 型、或者 tergitol XH 型。具体的阳离子表面活性剂包括烷基胺乙氧基化物(包括醚胺和二胺),例如牛油胺乙氧基化物、可可胺乙氧基化物、醚胺乙氧基化物、牛油乙二胺乙氧基化物和酰氨基胺乙氧基化物;烷基化的季胺例如烷氧基化的季胺(如,乙氧基化的季胺或丙氧基化的季胺);烷基胺乙酸盐例如牛油胺乙酸盐或辛基胺乙酸盐;和胺氧化物例如乙氧基化胺氧化物(如,N,N-二(2-羟乙基)可可胺氧化物),非乙氧基化的胺氧化物(如鲸蜡基二甲基胺氧化物)和酰氨基胺氧化物。具体的阴离子表面活性剂包括脂肪皂,如牛油铵和硬脂酸钠;烷基硫酸盐例如 C₈₋₁₀ 醇硫酸钠、十八烷基硫酸钠和月桂基硫酸钠;硫酸化油例如硫酸化蓖麻油;醚类硫酸盐例如月桂基醚硫酸钠、月桂基醚硫酸铵和壬基苯酚醚硫酸铵;磺酸盐例如石油磺酸盐、烷基苯磺酸盐(如,十二烷基苯磺酸钠(直链)或十二烷基苯磺酸钠(支链))、烷基萘磺酸盐(如,二丁基萘磺酸钠)、烷基磺酸盐(如,α-石蜡磺酸盐)、磺基琥珀酸盐例如二烷基磺基琥珀酸盐(如,二辛基磺基琥珀酸钠)和单烷基磺基琥珀酸盐和琥珀酰胺(如,月桂酰基磺基琥珀酸二钠和 N-单烷基磺基琥珀酸二钠);磺胺盐例如 N-甲基-N-椰油基牛磺酸钠;羟乙磺酸盐例如椰油基羟乙磺酸钠;肌氨酸盐例如 N-月桂酰基肌氨酸;和磷酸盐例如烷基醚乙氧基化磷酸盐和烷基芳基醚乙氧基化磷酸盐。具体的两性表面活性剂包括甜菜碱如单甜菜碱(如,椰油二甲基甜菜碱)、磺基甜菜碱、酰胺甜菜碱和椰油酰胺磺基甜菜碱;咪唑啉𬝐化合物例如两性月桂基二乙酸二钠、两性椰油基乙酸钠、两性椰油基丙酸钠、两性椰油基二丙酸二钠和两性椰油基羟丙基磺酸钠;和其他的两性表面活性剂例如 N-烷基、N,N-二(2-羟乙基)甘氨酸和烷基胺二丙酸盐。具体的润滑剂包括脂肪酸例如油酸;硅油例如聚二甲基硅氧烷;脂肪酯类例如玉米油、糖或还原糖。在一个优选的实施方式中,加入到反应混合物中的助剂至少有一种是阳离子型或两性的表面活性剂,或者选自称为烷基聚糖苷(APG)和聚氧乙烯 C₁₆₋₂₂ 烷基醚(均为非离子型)的表面活性剂。所述阳离子和两性表面活性剂的聚氧乙烯衍生物是特别优选的。术语“烷基”在本文中

用于表示一条或多条具有约 8 至约 22 个碳原子的直链或支链的、饱和或不饱和的烃链，除非另有指定。

助剂或助剂掺合物优选以液态加入。固体助剂可以以其固态加入，或者可以加热至熔点以上的温度，然后以液态加入。固体助剂也可以以水浆的形式加入，或者如果助剂的溶解度足够高，也可以作为溶液加入。液体助剂也可以加热以提高助剂的流动特性。

b. 加入草甘膦酸

微粒状草甘膦酸可以以干燥的粉末或湿饼形式加入到反应器中。尽管对本发明而言不是关键，但初步研究表明，公称直径超过约 400 μm 或者甚至 300 μm 的草甘膦酸微粒可以对草甘膦酸和氨的反应速率有不利的影晌。因此优选草甘膦酸颗粒的粒度分布为，至少约 80% 的微粒的公称直径小于约 400 μm ，更优选小于 300 μm 。更优选草甘膦酸颗粒的粒度分布为，至少约 90% 的微粒的公称直径小于约 400 μm ，更优选小于 300 μm 。在一个特别优选的具体实施方式中，粒度的分布为，中值公称直径为约 30 μm 至约 230 μm ，更优选地是从约 50 μm 至约 150 μm ，并且还更优选地是从约 75 μm 至约 125 μm 。然而，应当注意到的是，粒度分布可以在这些范围之外变化而不偏离本发明的保护范围。

优选地，微粒状草甘膦酸以湿饼的形式加入，其含水量不超过按重量计约 18%，更优选地约 5% 至约 15%，更优选地约 8% 至约 15%，以及更优选地约 11% 至约 13%。如果草甘膦酸是以湿饼的形式供给的，那么可能需要是采用如下所述的装置来进料草甘膦酸，以保持恒定的进料速率。草甘膦酸湿饼是多少有点粘结性的原料，不施加外力一般不会自由流动。即使在搅拌时，湿饼也趋于在进料容器内的静止区形成“桥”，在那里湿饼静止不动。随着时间的推移，这些桥可能生长到进料容器中没有湿饼流出，导致下游反应步骤中氨过量。当反应连续进行时，优选地是草甘膦酸湿饼采用能保持恒定的进料速率并且不易产生桥的装置来进料。

图 2 描绘了适合的进料装置，它被设计成可以使成桥的数量减至最少。该装置包括上进料器 102 和下进料器 104。上进料器包括进料斗 116，其带

有搅拌器 106，受马达 108 驱动。

搅拌器包括上叶片 110 和下叶片 112。上叶片优选为开口的桨形，以便紧密安装在进料斗壁内。下叶片 112 的放置以便与下进料器中的螺旋顶部保持最小间隙，优选为小于约 1.6 毫米，以便防止湿饼蓄积在底板上。采用这种搅拌器设计的进料器通常在叶片边缘与底板之间提供约 6.5 毫米的间隙。图 3 和 4 更清楚地显示，底板 114 上带有一个一体的料槽 118，该料槽 118 形成包容下进料器 104 的外壳。如果叶片和底板之间的间隙太大，那么可以跨越该料槽顶部形成湿饼桥，妨碍或阻止湿饼流向下进料器。因此优选间隙小于约 6.5 毫米以降低湿饼蓄积在底板上的趋势。应该注意的是，搅拌速率也可以影响到进料器的性能。也就是说，如果搅拌器的旋转速率太快，它可能迫使原料进入下进料单元比螺旋能够转运湿饼至反应装置中更快。如果搅拌速率太低，那么搅拌器不会打碎在料斗中形成的桥。所给出的进料器设计的最适宜的搅拌速率可以容易的由常规实验来决定，以确保对进料速率不产生不利的影响，并且可以充分地抑制桥的形成。

下进料单元 104 优选为能够排出含水量足以造成从上进料器 102 至反应器产生桥的原料的输送机。优选该输送机是螺旋进料器，其包含如图 3 显示的单螺旋的开放式螺旋推运器 120。

尽管优选采用如上所描述的装置以连续的方式将草甘膦酸进料到反应过程中，但可以采用任何能够保持恒定的湿草甘膦酸进料速率的装置而不偏离本发明的范围。这样的装置是市场上可购得的，如产自 Merrick Industries (Lynn Haven, Florida)。

c. 加入氨

优选的是，将氨以一定的速率进料到反应器中，该速率应足以提供与加入到反应器中的草甘膦酸反应以生成草甘膦单铵所需的大致化学计算量。相应地，加入到反应器的氨和草甘膦酸的摩尔比是每摩尔草甘膦酸对应约 1 摩尔的氨。如果每摩尔草甘膦酸加入不到 1 摩尔的氨，将导致一部分草甘膦酸未发生反应。然而，只要未反应的草甘膦酸部分相对较少(例如

少于约 20%)通常是可以接受的,因此在反应产物中对应于每摩尔未被中和的草甘膦酸存在至少约 4 摩尔的草甘膦铵盐,这未偏离本发明的范围。每摩尔草甘膦酸加入超过约 1 摩尔的氨,会引起氨以气体形式挥发,这将提高原材料的费用以及环境控制的费用。此外,每摩尔草甘膦酸加入超过约 1 摩尔的氨可以导致部分草甘膦酸与之反应生成草甘膦二铵盐。二铵盐具有比单铵盐更高的吸湿性,因而不是所需的。优选地,加入到反应器中的氨和草甘膦酸的摩尔比是约 0.8 至约 1.25、更优选约 0.9 至约 1.1、仍更优选约 0.95 至约 1.05 摩尔加入的氨/摩尔加入的草甘膦酸。

氨可以以含水的氨(NH_4OH)、液态无水氨、气态无水氨或者它们的混合物的形式通过一个或多个进料孔加入到反应器中。含水的氨为反应器提供了额外的水,因而如下面进一步所讨论的,增加了所加入到反应器中的水的总量。无论是以液态或气态的形式加入,无水氨都不影响水总量的平衡。然而,如果以液态的形式加入,部分或所有液态无水氨在刚进入到反应容器时,就可能转化为气态无水氨。液态无水氨从反应物料中吸收从液态氨转化为气态氨所需的蒸发热,从而减少了需要通过其他方式(例如从反应物料中蒸发水分或者使用外部冷却系统如冷水夹套)分散的热量。因而,氨优选以液态无水氨的形式进料到反应器中。

无论无水氨是以液态或气态的形式加入,至少部分气态无水氨可以在反应器中持续存在。因此优选的是,反应器被设计成在反应物料和反应容器的内部空气之间能产生并保持大的界面面积(即反应器对反应组分进行混合,使得大量的气体被吸入到反应物料中)。界面面积在这里指的是气体-糊状物界面,该界面面积可以影响到草甘膦酸与内部空气中存在的氨气的反应效率。

d. 加入水

进料到反应器中水的总量优选为进料到反应容器中的草甘膦酸、氨、水和助剂的总重量的按重量计约 10%至约 25%,更优选为约 13%至约 18%。在该范围内,最初反应物料中的水分含量不是关键的。对于特定装置的精确水量和系列反应条件可以由本领域技术人员很容易地加以确定。

通常，进料到反应器中的水量优选足以起到通过蒸发冷却消耗掉热量的作用。也就是说，反应物料蒸发的水分消耗掉了一些反应中产生的热量。尽管反应可以在低至环境温度的温度下进行，但由于反应是放热的，反应物料的温度一般迅速升高。反应一般是在约 70℃ 至约 105℃，更优选的是约 100℃ 的温度下进行。就一般而言，将反应物料进行冷却以避免反应过热；反应物料中水分的蒸发减少了否则需要采用其他方式来除掉的热量。有利的是，如果希望得到水分含量较低的物质，则水分的蒸发进一步减少了需要在随后的步骤中除掉的水量。

尽管水分浓度的部分减少是所希望的；同时也希望维持足够的浓度以保持反应物料的均一性，以确保反应完全。也就是说，反应物料中部分水分的蒸发也减少了水分含量，从而影响到反应物料的流动特性。因而，优选将水以足够的速率进料到反应器中，不但提供如上所述的蒸发冷却效果，而且确保在反应器中使用的混合系统所能提供的能量水平下很容易地使反应物料达到均匀，以使酸-碱反应过程稳定和完全，产生可在下游加工的糊状物。在一些类型的具有有效传导冷却系统例如水夹套的高能量混合或捏合装置中，水分含量相对较低的相对粘的糊状物是允许的，然而在低能量的装置或者传导冷却系统效率较低的装置中，需要形成更湿的、更接近于液体的糊状物。

作为湿草甘膦酸、氨或助剂的一部分而加入的水的比例可以改变而不偏离本发明的范围，只要所加入的水的总量与上述范围一致即可。例如，当在反应步骤中加入 100 重量份的草甘膦酸和 10 重量份的氨(均以不含水的形式计)并且除水之外没有其他成分时，适合的水量为约 12 至约 37 重量份。如上所述，部分或所有的这些水分可以存在于所加入的草甘膦酸或氨中。例如，如果 10 重量份的氨以含水氨（按重量计 29% 的氨，按重量计 71% 的水）的形式加入到 100 重量份的湿饼（10% 水分含量）形式的草甘膦酸中，在这些成分中所存在的水的总重量约 35.6 重量份，额外加入的水最多约 1.4 重量份。在这种情况下通常不需要加入额外的水。然而，如果 10 重量份的无水氨加入到 100 重量份的湿饼（12% 水分含量）形式的草甘

膦酸中，在这些成分中所存在的水的总重量仅为约 13.6 重量份，可以额外加入 23.4 重量份的水。

通常，在反应步骤中，水分的蒸发引起反应物料中的水分含量下降约 1 至约 15，更优选的是约 1 至约 10 个百分点，因此从反应器中排出的草甘膦铵盐糊状物的水分含量约为 0.1%至约 20%。优选地，草甘膦铵盐糊状物的水分含量为按重量计约 2%至约 20%，更优选地是按重量计约 2%至约 15%，还更优选地是按重量计约 2%至约 10%，还更优选地是按重量计约 2%至约 5%，以及最优选的是按重量计约 3%至约 5%。应当注意到，在冷却过程中，大量的水分可以不断地从反应物料中蒸发；因而，反应物料中的水分含量优选为在混合物已经冷却至约 50℃至约 70℃之后测定的。可以采用本领域已知的任何方法来测定这种混合物中的水分含量；能用于测定水分含量的装置是可以从市场上购得的，如，产自 Denver Instrument Company (Arvada, Colorado)。

如果草甘膦铵盐糊状物的水分含量高于按重量计约 15%，可以对反应进行另外的加热以增加水分蒸发；额外或任选在反应步骤完成后，采用对混合物加热和/或施加真空的方式，进一步减少组合物中的水分含量。任何本领域已知的水分减少或部分干燥的方法都可以采用。

为避免通过加热和/或施加真空来进一步除去水分的需要，优选的制备过程的条件是，草甘膦铵盐糊状物的含水量不大于按重量计约 15%。更精确的是，优选在反应过程开始阶段所加入的水不多于提供适合的组合物稠度和足够的蒸发冷却所必需的水，从而得到含水量为按重量计约 2%至约 15%，还更优按重量计约 2%至约 10%，还更优选按重量计约 2%至约 5%，以及最优选按重量计约 3%至约 5%的所可在下游加工的草甘膦铵盐糊状物。因而优选地，氨以无水氨的形式加入，所引入的水的量(包括与草甘膦酸结合的水分)优选为少于所加入的草甘膦酸、氨、水和助剂总重量的约 18%(重量)，更优选少于约 15%(重量)。

采用以上详细描述的方法所生产的草甘膦铵盐糊状物可以作为除草组合物浓缩物来包装，可以以生产出来的形式直接包装，或者例如通过转筒

干燥形成固态薄片然后包装。此外，根据所加入助剂的量和草甘膦铵盐糊状物的水分含量，该糊状物可以在冷却时固化，形成会在触碰时“破碎”的混合物。

II. 造粒过程

出人意料的是，已经发现本发明的草甘膦铵盐糊状物特别适合作为干燥的颗粒状除草组合物的制备中间体，下面将有更具体的描述。尤其出人意料的是发现如本文所生成的可在下游加工的糊状物形式的草甘膦铵盐具有所需的吸收和/或吸附性能，能够有效地通过挤出造粒的方法加工出含有按最终制剂重量计多达约 25%助剂的干燥的颗粒状除草组合物。

因此，在本发明的另一个具体实施方式中，草甘膦铵盐糊状物被进一步制备成干燥的草甘膦铵盐粒剂。根据该具体实施方式，将其他的助剂加入到草甘膦铵盐糊状物中并进行混合至形成均一的湿混合物，优选具有生面团样的稠度，这里称为可挤出的草甘膦铵盐混合物。优选地，助剂是提高最终产物除草效力的表面活性剂。在特别优选的具体实施方式中，助剂包含一种或多种阳离子表面活性剂。根据加入到反应混合物中的助剂的量，可将一种或多种助剂（分别地或者是作为掺合物，如果不止采用一种的话）与草甘膦铵盐糊状物相混合。在一个具体实施方式中，将额外量的反应物料中所加的助剂与最终的草甘膦铵盐糊状物混合。在另一个具体实施方式中，反应物料中所加的助剂在某些方面（组成或相对比例，如果不止一种的话）不同于和最终的草甘膦铵盐糊状物相混合的助剂。通常，加入到反应物料中的助剂的量少于加入到最终的草甘膦铵盐糊状物中的助剂的量。

在所有因素中，助剂总量与草甘膦铵盐的重量比取决于所用助剂的类型。这样的比值经常将是如下两者折中结果，一方面，提供足够的助剂以使最终产物具有高度的除草功效，另一方面，限制助剂的量，以避免制成的颗粒发粘或者趋于聚集结块。可以产生高度的除草效力并且不会产生具有粘性颗粒的干燥颗粒制剂的助剂与草甘膦酸的比例可由本领域技术

人员通过常规试验确定。将加入到反应混合物中的助剂和挤出前加入到最终草甘膦铵盐糊状物中的额外助剂考虑在内，在最终颗粒中总的助剂与草甘膦铵盐（以干燥的形式计）的重量比通常为约 1:9 至约 1:2。典型地，该重量比为约 1:6 至约 1:3；这里所选的助剂是聚氧乙烯烷基胺，例如乙氧基化（20）牛油脂肪胺，已经发现特别有用的重量比为约 1:3 至约 1:5。

如果在反应步骤完成后立即向草甘膦铵盐糊状物中加入助剂而不等混合物冷却，可能会导致助剂不能与糊状物紧密混合以形成可挤出的草甘膦铵盐混合物。尽管在这一方面有些助剂比其他助剂更耐热，但通常优选在糊状物已经冷却至约 25℃ 至约 75℃ 后、更优选约 50℃ 至约 75℃、更优选地约 70℃ 后才将助剂加入到草甘膦铵盐糊状物中。

在本发明的一种具体实施方式中，在与前面反应步骤相同的容器中进行草甘膦铵盐糊状物与助剂的混合，形成可挤出的湿混合物。在这样一个具体实施方式中优选的是，氨与草甘膦酸反应形成草甘膦铵盐糊状物，在加入助剂形成可挤出的草甘膦铵盐混合物前，将该糊状物冷却至低于约 70℃。也就是说，草甘膦酸、氨、助剂和水进入反应器的入口端，形成反应物料。反应物料朝向反应器排出口被运送经过一段距离，本文中称作反应区。草甘膦铵盐糊状物在反应区形成，然后运送通过冷却区，在该冷却区中糊状物从反应发生时的温度（即，约 70℃ 至约 105℃）冷却至低于约 70℃。最后，将助剂加入到冷却的糊状物中以形成可挤出的草甘膦铵盐混合物，然后将可挤出的草甘膦铵盐糊状物从反应器的排出端排出。入口端的草甘膦酸、氨、助剂和水的进料速率是相似的，对加入到已冷却的草甘膦铵盐糊状物中的额外的助剂的进料速率进行控制以使得各成分以所需的比例混合。

在另一个具体实施方式中，在如前面所描述的连续式反应器中进行反应，形成草甘膦铵盐糊状物，然后将其连续地进料到另一个混合装置例如连续式捏合机中，并将额外的助剂加入到草甘膦铵盐糊状物中形成可挤出的草甘膦铵盐混合物。这种连续式混合装置是可以市场购得的，如，产自 Fuji Paudal Ltd. (Osaka, Japan) 和 Readco Manufacturing Inc. (York, Pennsylvania)。

在生产草甘膦铵盐糊状物的过程中或者是形成可挤出的草甘膦铵盐混合物的过程中，可以任选地加入其他原料而不偏离本发明的方法。例如，加入少量的亚硫酸钠可以抑制亚硝胺的生成。此外，或者是可选的，可以加入其他的能提高除草活性的成分，即无机盐，例如硫酸铵，或者甚至加入第二种除草活性成分。

如果包括的话，第二种除草活性成分象草甘膦一样，可以是一种酸，它在步骤(a)中在与氨混合期间转化为铵盐。这类除草剂的实例是三氟羧草醚、磺草灵、草除灵、灭草松、双丙氨酰膦、除草定、溴苯腈、草灭平、二氯吡啶酸、2,4-D、2,4-DB、茅草枯、麦草畏、2,4-滴丙酸、禾草灵、茵多杀、伐草克、噁唑禾草灵、氟燕灵、吡氟禾草灵、酰亚胺苯氧乙酸、乙酸氟草醚、氟黄胺草醚、膦胺素、草铵膦、吡氟氯禾灵、烟咪唑草、咪草酯、咪草啶酸、imazapic、灭草烟、灭草喹、咪草烟、碘苯腈、MCPA、MCPB、甲氯丙酸、甲肿酸、抑草生、壬酸、毒莠定、二氯喹啉酸、喹禾灵、氨基磺酸、2,3,6-TBA、TCA 和定草酯。或者，这些除草活性成分可以是以已经中和了的盐形式加入。

上述除草剂的盐通常是水溶性的，该方法的终产物是水溶性颗粒剂。可选地，混合物中可以包括水不溶性除草活性成分，在这种情况下，该方法的终产物是水分散性颗粒剂。可用于本发明这种实施方式的水不溶性除草剂例如包括乙草胺、苯草醚、甲草胺、莠灭净、磺氨黄隆、莎稗磷、莠去津、唑定炔草、四唑黄隆、氟草胺、呋草黄、苄嘧磺隆、地散磷、吡草酮、治草醚、溴丁酰草胺、杀草全、丁草胺、草胺磷、地乐胺、丁氧环酮、丁草特、cafenstrole、长杀草、氟酮唑草、氟硝醚、氯溴隆、杀草敏、氯嘧黄隆、绿麦隆、草枯醚、氯普芬、绿黄隆、敌草索、草克乐、环庚草醚、醚黄隆、烯草酮、炔草酯、异噁草酮、稗草胺、唑咪磺胺盐、氰乙酰肼、灭草特、环丙黄隆、噻草酮、cyhalofop-butyl、香草隆、甜菜安、敌草净、敌草腈、氯甲草、吡氟草胺、丁噁隆、派草丹、二甲草胺、戊草津、噻吩草胺、敌乐胺、地乐消酚、草乃敌、氟硫草定、敌草隆、EPTC、戊草丹、丁氟消草、胺苯黄隆、乙呋草黄、乙氧嘧黄隆、乙苯酰草、噁唑禾草灵、非草隆、麦草伏甲酯、啶嘧黄隆、精吡氟禾草灵、氟消草、氟唑啶草、酰

亚胺苯氧乙酸戊酯、氟噁嗪酮、伏草隆、氟咯草酮、乙羧氟草醚、胺草唑、抑草丁、氟草同、氟氯胺啶、吡草酮、达草氟、氟黄胺草醚、吡氯黄隆、吡氯氟禾灵、六嗪酮、啉咪黄隆、indanofan、异丙隆、异噁隆、异噁草胺、异噁氟草、恶草醚、乳氟禾草灵、环草定、利谷隆、苯噻草胺、苯噻草、吡草胺、噻唑隆、苯丙隆、色满隆、秀谷隆、异丙甲草胺、唑草磺胺、甲氧隆、赛克津、甲黄隆、草达灭、绿谷隆、萘丙胺、草萘胺、抑草生、草不隆、烟嘧黄隆、达草灭、坪草丹、黄草消、炔丙噻唑草、恶草灵、环丙氧黄隆、氟硝草醚、克草猛、胺硝草、蔬草灭、戊噻唑草、甜菜宁、哌草磷、丙草胺、氟噻黄隆、氨基丙氟灵、扑草通、扑草净、毒草安、敌稗、噁草酯、扑灭津、苯胺灵、异丙草胺、拿草特、苄草丹、氟丙黄隆、氟唑草酯、吡唑特、吡噻黄隆、苄草唑、稗草畏、达草止、肟定草、二氯喹啉酸、喹草酸、喹禾灵、玉噻黄隆、稀禾定、环草隆、西玛津、西草净、磺草酮、磺胺草唑、噻磺隆、乙黄隆、牧草胺、丁噻隆、特草定、甲氧去草净、特丁津、去草净、噻醚草胺、噻氟啶草、噻黄隆、杀草丹、丁草威、肟草酮、野麦畏、醚苯黄隆、苯黄隆、草达津、氟乐灵、氟胺黄隆和灭草猛。

将可挤出的草甘膦铵盐混合物进料到挤出机中，形成湿的草甘膦铵盐粒剂。挤出机优选具有一个入口(可挤出的草甘膦铵盐混合物通过该入口进料)、包含带孔筛子的出口(可挤出的草甘膦铵盐混合物通过该出口挤出，形成挤出物条)，以及一个输送器(用于将可挤出的草甘膦铵盐混合物从入口运送到出口)。挤出过程可以在任何本领域已知的挤出装置中进行，如篮式挤出机(basket-type)、轴向挤出机(axial)、径向或双圆顶挤出机。在一个优选的实施方式中，使用低压径向或双圆顶挤出机进行挤出。这些挤出机可以在市场上购得，例如，产自 Fuji Paudal Company Ltd (Osaka, Japan), Readco Manufacturing Inc. (York, Pennsylvania) 和 Bonnett Co. (Union Town, Ohio)。

可挤出的草甘膦铵盐混合物优选通过筛子挤出，其中筛孔直径优选约 0.5 至约 2mm，更优选约 0.6 至约 1.5mm。筛孔的公称直径在该范围内的筛子，例如筛孔的公称直径为约 0.5mm，约 0.6mm，约 0.7mm，约 1.0mm，

约 1.2mm 或更大的筛子均可在市场上购买到,例如,产自 LCI Corporation (Charlotte, North Carolina)。筛孔尺寸是根据所需要的草甘膦铵盐的颗粒尺寸大小来选择的,并且这对于本发明的制备过程来说不是关键的。

加入到反应物料中的助剂和额外加入到草甘膦铵盐糊状物(特别是在挤出步骤前)的助剂导致可挤出的草甘膦铵盐混合物的形成,该混合物对于挤出模具或筛子具有低粘性和低磨损。因此,挤出机所需能量可以大大地减少(如,所需能量减少约 5%、10%、20%、30%或者甚至更多,取决于所选择的助剂和加入到反应混合物中的量)。此外,挤出机的生产量可以显著地提高(如,生产量提高约 5%、10%、25%、50%或者甚至更多,取决于所选择的助剂和加入到反应混合物中的量)。

由筛子出来的挤出物最初形成长条物,其趋于自发断裂形成短的圆柱型颗粒。如果长条不容易断裂,那么在挤出机头增加切割装置可能是必要的;不过,如果草甘膦铵盐粉末具有所需的吸收和/或吸附性质,并且水的加入量在上述最佳范围内,那么切割操作通常不是必要的。

刚挤出的颗粒是潮湿和粘附性的,但是没有粘性,并且不会成块。如果需要的话,可以在此时对颗粒进行旋转或滚动加工,例如在滚筒或球形化机中进行加工,使它们的形状更圆,大小更均匀。

最后,如果需要的话,湿颗粒可以进行干燥以进一步减少水分浓度。可以使用任何已知的干燥方法,但是优选的方法是流化床干燥。优选,使用连续式流化床干燥机,从挤出机连续向内进料并连续向外出料,例如向盛放容器或包装单元出料,并任选经过如下所示的分选步骤。优选将颗粒干燥至水分含量低于按重量计约 1%,更优选低于按重量计约 0.5%。

干燥后,颗粒可以被包装或者盛放在料斗或其他贮存容器中以备包装,但是一般优选的是首先分选颗粒,例如过筛,仅保留处于所需大小范围内的那些颗粒。这是本发明方法的可选步骤(e)。所要保留的大小范围的例子是大于 40 目(约 0.6mm)和小于 0.5 目(约 5mm)。在挤出之前将过大和过小的颗粒或其碎片或聚集物加入到湿混合物中,这样可以重新利用它们。

实施例

下列实施例仅用以解释说明目的，并不旨在限制本发明的范围。通过这些实施例可更好地理解本发明并体会本发明的优点和某些实施上的变化。

实施例 1: 质量的提高

本实施例阐述在加和不加助剂时运行连续式反应器的区别。组合物在同向旋转的双螺杆混合机中制备，螺杆直径为 5"（由 Readco Manufacturing Inc.制造，York, Pennsylvania）。将草甘膦酸湿饼、水、以及液态无水氨注入到反应器中。氨与草甘膦反应制得草甘膦铵盐糊状物。水蒸汽在混合机的出口处从混合产物中排出。糊状物 1%水溶液的 pH 约为 4。将 Witco FloMo 1407 表面活性剂与所得到的糊状物混合并将该混合物通过一个 1.0mm 的模具挤出，并且在流化床干燥机中干燥，得到含有草甘膦和表面活性剂的水溶性颗粒。刚被挤出时，由捏合面团形成的长条物在微小的压力下就容易成块。干燥后，产物是松软的。

不停止上述过程，将 1%（重量）的表面活性剂注入到混合机的前端，减少加入的水量以保持糊状物中的含水量与上面相同。能量消耗迅速下降约 37%，仅有较小的波动。糊状物 1%水溶液的 pH 约为 4。与上面相同的加入 Witco FloMo 1407 表面活性剂。所得混合物从一个直径为 1.0mm 的模具中挤出，并且在流化床干燥机中干燥，制得含有草甘膦和表面活性剂的水溶性颗粒。刚被挤出时，由捏合面团形成的长条不容易成块。干燥后，产物具有坚硬的松脆质地。

实施例 2: 更快的反应

本实施例阐述加入表面活性剂可以达到更快的反应。本实施例采用与实施例 1 实质上相同的进料。在没加入表面活性剂下达到平衡后，通过停止所有操作停止加热。将反应器打开，从所选的沿着反应器的点取样。在水中稀释后测定样品的 pH 值。结果表明与氨的所有反应都发生在注入氨

的位点的下游。从注入点的下游连续所取的每一个样品都具有更高的 pH 值，这表明沿着反应室向下都在发生反应。

再启动反应器，进料方式与实施例 1 的第二部分等同。加入表面活性剂下达到平衡后，通过停止所有操作停止加热。和上面相同，将反应器打开，从所选的沿着反应器的相同的点取样。在水中稀释后测定样品的 pH 值。结果表明与氨的所有反应都发生在注入氨的位点的下游。从注入点的下游连续所取的每一个样品的 pH 值在反应器的前半部分是上升的，然后保持恒定，这表明在反应器的前半部分就完全反应了。

实施例 3：更高的生产量

本实施例阐述加入表面活性剂可能得到更高的生产量。本实施例采用与实施例 2 实质上相同的进料。在最初没加入表面活性剂下达到平衡后，反应速率是 0.76 克分子/分钟-升反应体积。随后所有化合物的进料速率提高 18%。从出口处检测出强烈的氨气气味，表明反应没有完全进行，也表明反应速率低于 0.89 克分子/分钟-升反应体积。引入 1% (重量)的 Witco FloMo 1407 表面活性剂，水的速率不变。在引入表面活性剂后，从出口处不能再检测到氨，这表明反应完全进行。随后所有化合物的进料速率再提高 42%。即使在反应速率为 1.27 克分子/分钟-升反应体积下，产物仍然具有无氨气味的高品质。

如上所述，可以看出本发明达到的几个目的。在如上所描述的方法中可能进行各种变化而不偏离本发明的范围，如上所描述的所有实施方案仅用于说明解释，而不对本发明进行限制。此外，当本发明或优选的实施方式中引入要素时，冠词“一个”和“所述的”表示一个或多个要素。术语“包含”、“包括”和“具有”是开放式的，表示除了所列出的要素外，还可以有其他的要素。

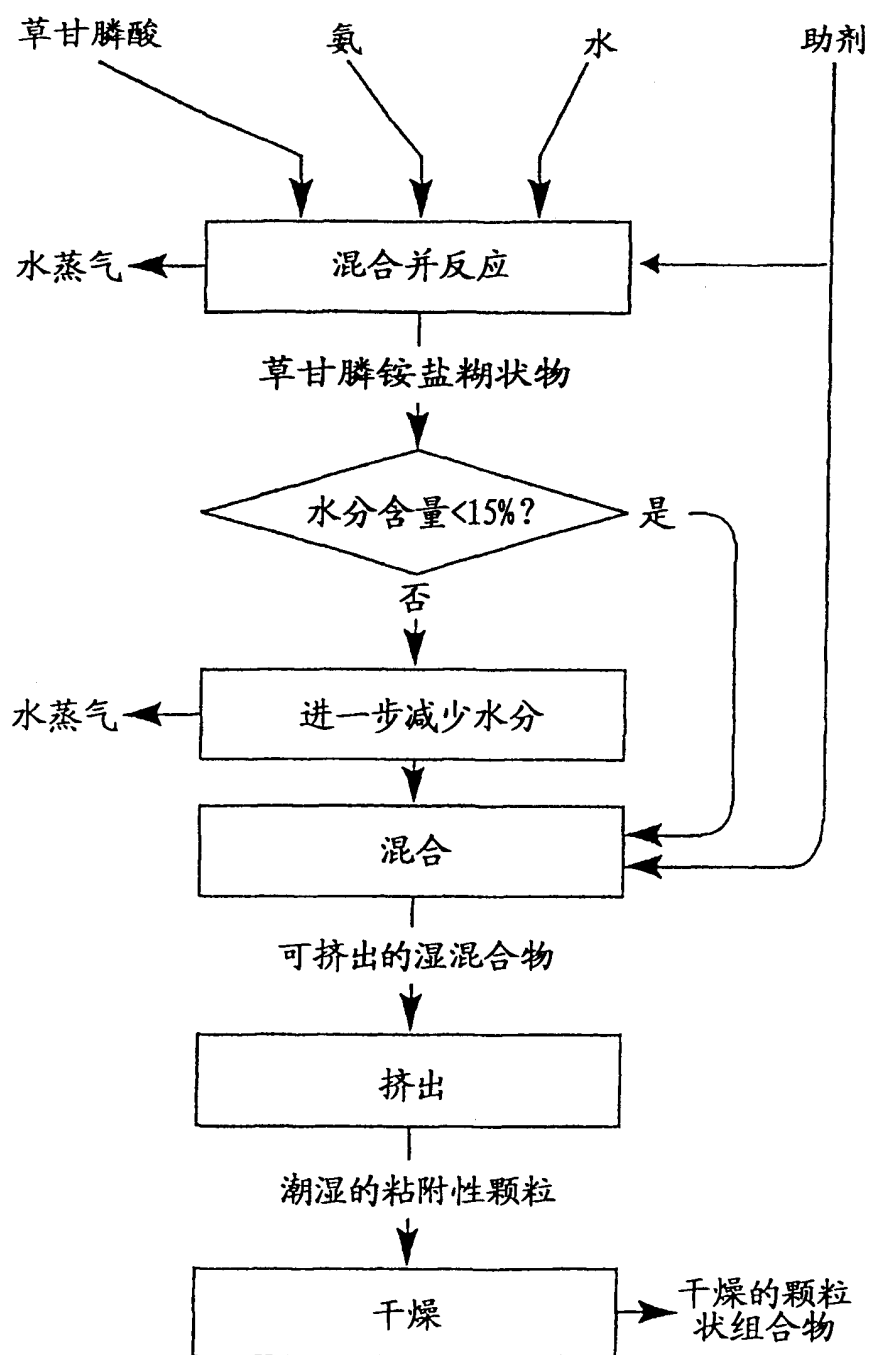


图1

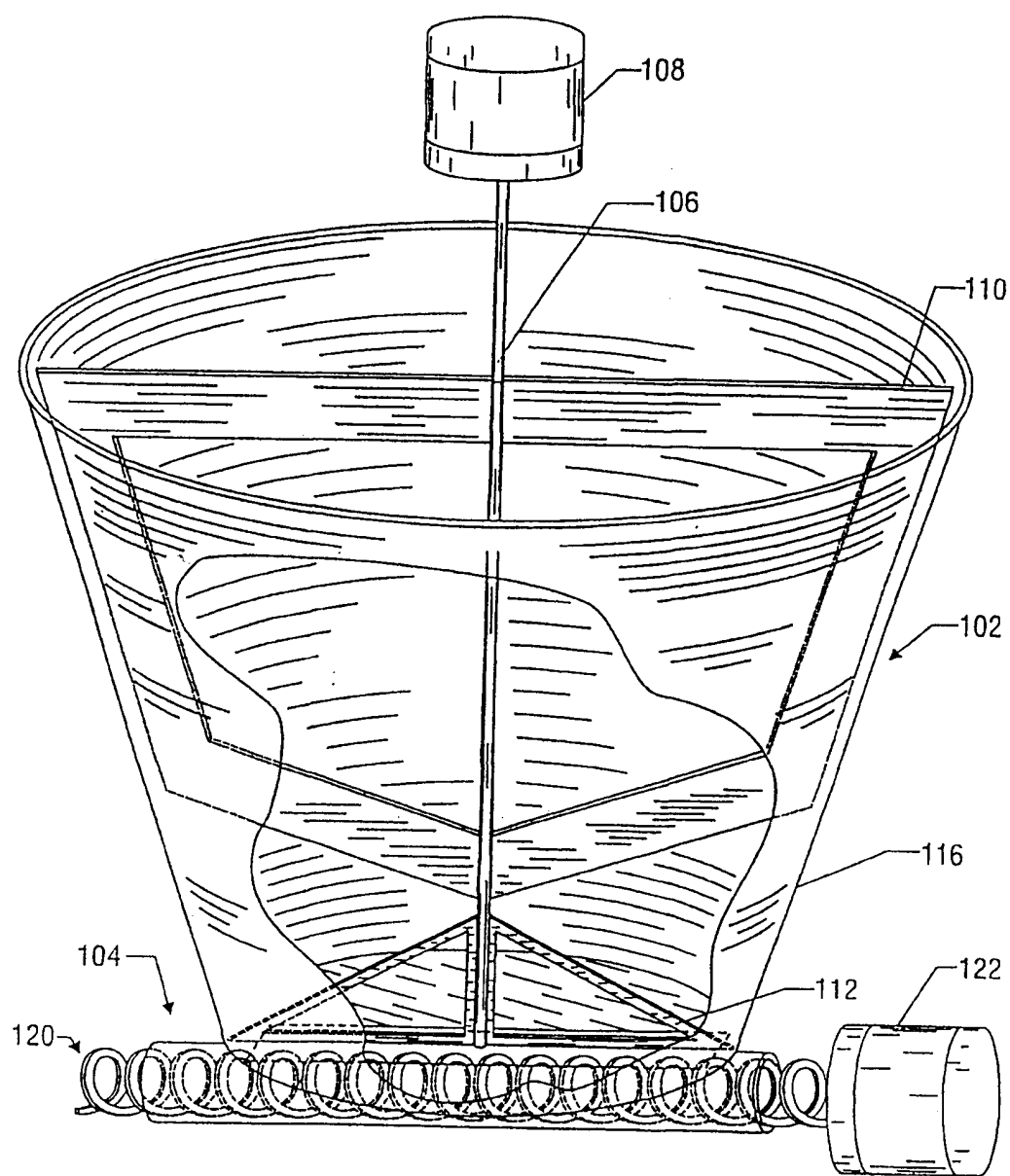


图2

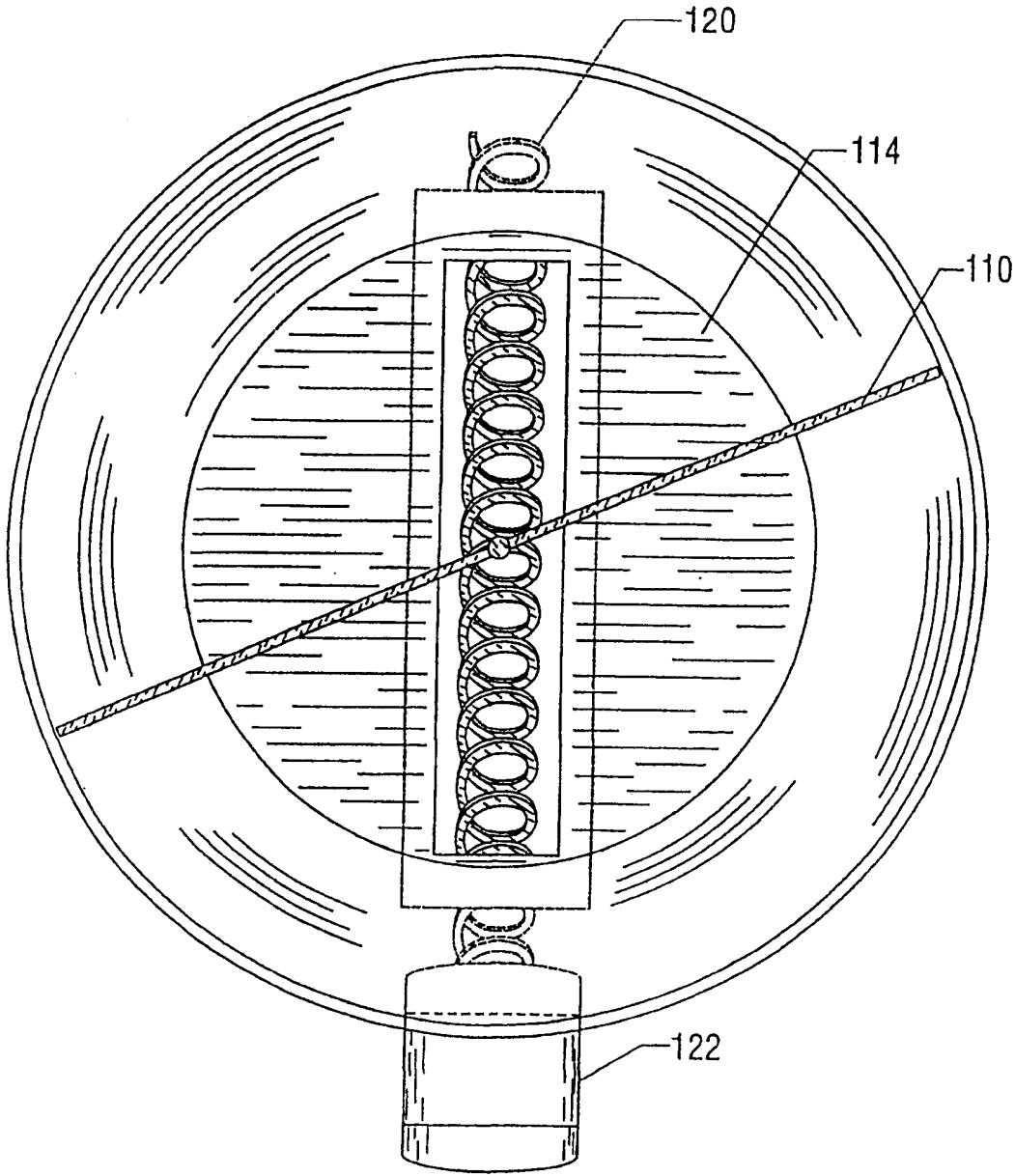


图3

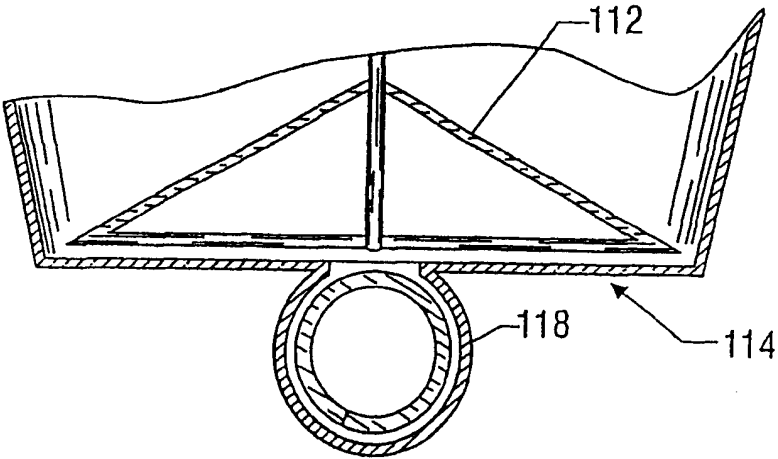


图4