



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107902825 A

(43)申请公布日 2018.04.13

(21)申请号 201711052473.6

C02F 103/36(2006.01)

(22)申请日 2017.10.30

C02F 101/30(2006.01)

(71)申请人 安徽东至广信农化有限公司

地址 247200 安徽省池州市东至经济开发
区

(72)发明人 黄中桂 蔡小林 付承祥 袁晓林
付志平 史正光 朱凯明 金斐
吕礼轮 刘云飞 王彪

(74)专利代理机构 合肥鼎途知识产权代理事务
所(普通合伙) 34122

代理人 叶丹

(51)Int. Cl.

C02F 9/10(2006.01)

C01B 25/30(2006.01)

C01D 3/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法

(57)摘要

本申请公开了化工生产领域领域的一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,其步骤为:(1)草甘膦母液经PH值调节后,进入MVR蒸发器;(2)将物料全部转移到结晶釜内进行常压结晶;(3)待物料结晶后进行固液分离;(4)催化降解塔内进行常压降解;(5)降解后的废水经换热降至室温后,转移到萃取槽内进行冷却结晶操作,结晶后的萃取液经泵输送到二合一压滤机过滤;(6)过滤后的固体经过两次水洗后出料包装出售。本发明利用MVR蒸发器进行浓缩,可以确保产品的纯度;利用电催化氧化技术对草甘膦废水进行催化降解,从中可以磷酸氢二钠,回收磷资源和盐资源,节省成本。

1. 一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,其特征在于:包括以下步骤:

(1) 草甘膦母液经调节pH后,进入MVR蒸发器,前期控制温度在90-100℃,末期温度控制在85-95℃,真空度控制在-0.08MPa;

(2) 当草甘膦母液的体积浓缩至原体积的30-40%时,将物料全部转移到结晶釜内进行常压结晶,控制结晶温度为0-10℃,时间为1-3h;

(3) 待物料结晶后进行固液分离,分离出氯化钠粗品,经洗盐设备净化后作为工业盐使用;

(4) 将步骤3中的液体物料和步骤1的蒸发残液混合后,转移到电催化氧化池中内进行降解,控制降解温度为120-150℃,时间为5-8h,电催化氧化池中的电机采用石墨惰性电极,在极板之间填充柱状活性炭粒子群,在活性炭内掺杂过渡金属;

(5) 将降解完成后的废水经换热降至室温,转移到萃取槽内进行冷却结晶操作,结晶后的萃取液经泵输送到二合一压滤机过滤;

(6) 过滤后的固体经过两次水洗后出料包装出售,过滤液进行膜过滤后达标排放。

2. 如权利要求1所述的利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,其特征在于:步骤2中的结晶时间控制在2h。

3. 如权利要求1所述的利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,其特征在于:步骤4中的降解时间控制在7h。

一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及属于化工生产领域,具体涉及一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法。

背景技术

[0002] 草甘膦是一种高效、低毒、低残留、杀草谱广的芽后灭生性高效除草剂,具有良好的内吸、传导性能。为当今世界上用量最大,增长势头最猛也最具市场竞争力的除草剂品种之一。但同时草甘膦的生产也伴随着大量废水的产生,草甘膦生产的污染问题主要表现为废水,该废水具有排放量大、污染物浓度高、毒性大、含盐量高、难降解化合物含量高、治理难度大等特点。目前污染治理技术的应用落后于产品的发展。草甘膦废水治理成为困扰行业的难题之一,是该行业迫切需要解决的共性问题。

[0003] 草甘膦母液中磷资源、盐资源丰富,废水量较大,公司技术中心与杭州深瑞水务有限公司进行合作,开发本项目技术,对废水中磷、盐、水资源的回收利用,实现副产物产业化的生产,提高经济效益。

[0004] 电催化氧化技术(Electrochemical Catalytic Oxidation,ECO)简称ECO法,该技术是水处理领域内的一个新兴技术,众多国内外学者将该方法应用于有机废水的处理,并研究其对有机物的降解机理和影响降解速率的因素,使电催化氧化法得到了不断的发展。本申请主要研究利用ECO法来处理草甘膦母液,回收其中的磷酸氢二钠。

发明内容

[0005] 本发明针对上述存在的技术问题,提供一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,以解决目前草甘膦母液中磷、盐资源回收困难的问题。

[0006] 为了解决上述技术问题,本发明提供如下基础技术方案:一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,包括以下步骤:

[0007] (1) 草甘膦母液经调节pH后,进入MVR蒸发器,前期控制温度在90-100℃,末期温度控制在85-95℃,真空度控制在-0.08MPa;

[0008] (2) 当草甘膦母液的体积浓缩至原体积的30-40%时,将物料全部转移到结晶釜内进行常压结晶,控制结晶温度为0-10℃,时间为1-3h;

[0009] (3) 待物料结晶后进行固液分离,分离出氯化钠粗品,经洗盐设备净化后作为工业盐使用;

[0010] (4) 将步骤3中的液体物料和步骤1的蒸发残液混合后,转移到电催化氧化池中内进行降解,控制降解温度为120-150℃,时间为5-8h,电催化氧化池中的电机采用石墨惰性电极,在极板之间填充柱状活性炭粒子群,在活性炭内掺杂过渡金属;

[0011] (5) 将降解完成后的废水经换热降至室温,转移到萃取槽内进行冷却结晶操作,结晶后的萃取液经泵输送到二合一压滤机过滤;

[0012] (6) 过滤后的固体经过两次水洗后出料包装出售,过滤液进行膜过滤后达标排放。

[0013] 优化的,步骤2中的结晶时间控制在2h。

[0014] 优化的,步骤4中的降解时间控制在7h

[0015] 本发明的工作原理及有益效果:

[0016] 本发明主要利用电催化氧化技术来从草甘膦母液制取磷酸氢二钠,其原理为:在电催化氧化池的反应床内充填一定的催化剂及其它辅助剂,当废水流经床体时,在常温常压操作及催化诱导下,装置内的填充催化剂便会与废水中的有机污染物发生一系列的物理化学作用,此时会生成活性中间体(H₂O₂、·OH等初生态的氧化剂)及一种或多种新生态的混凝剂,产生催化氧化分解、混凝、吸附、络合、置换等多种物理化学作用,从而达到降解目标污染物的作用。其功能有两个:1、解功能,产生强氧化剂,使有机污染物均相或异相的被彻底氧化降解为二氧化碳和水;2、转化功能,把生物难降解的有机物通过电化学方法转化为易生物降解的化合物。本发明中采用石墨惰性电极,电导率高,使用寿命长;通过曝气充氧提供电子受体,降低电极腐蚀的几率;极板间填充柱状活性炭粒子群,在活性炭内掺杂过渡金属,提高其催化能力;优先适用于高盐度废水,介质导电性能较好,工作电压大大降低;采用粒度均匀的柱状活性炭,减少床层内狭小死区的存在;在活性炭粒子群区域进行粗孔曝气,对污水进行搅拌,防止粒子群堵塞失效。使用过渡金属作为催化剂将有机磷变为磷酸盐,实现磷资源和盐资源的回收再利用,节约资源。将废水中的有机物氧化为二氧化碳与氮气,实现草甘膦生产废水的达标排放,更环保,不污染环境。

具体实施方式

[0017] 下面结合实施例对本发明技术方案作进一步说明:

[0018] 实施例1:

[0019] 本发明提供了一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,包括以下步骤:

[0020] (1) 草甘膦母液经调节pH后,进入MVR蒸发器,前期控制温度在90℃,末期温度控制在85℃,真空度控制在-0.08MPa;

[0021] (2) 当草甘膦母液的体积浓缩至原体积的30%时,将物料全部转移到结晶釜内进行常压结晶,控制结晶温度为0℃,时间为1h;

[0022] (3) 待物料结晶后进行固液分离,分离出氯化钠粗品,经洗盐设备净化后作为工业盐使用;

[0023] (4) 将步骤3中的液体物料和步骤1的蒸发残液混合后,转移到催化降解塔内进行降解,控制降解温度为120℃,时间为5h;

[0024] (5) 将降解完成后的废水经换热降至室温,转移到萃取槽内进行冷却结晶操作,结晶后的萃取液经泵输送到二合一压滤机过滤;

[0025] (6) 过滤后的固体经过两次水洗后出料包装出售,过滤液进行膜过滤后达标排放。

[0026] 实施例2

[0027] 本发明提供了一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,包括以下步骤:

[0028] (1) 草甘膦母液经调节pH后,进入MVR蒸发器,前期控制温度在95℃,末期温度控制在90℃,真空度控制在-0.08MPa;

[0029] (2) 当草甘膦母液的体积浓缩至原体积的35%时,将物料全部转移到结晶釜内进行常压结晶,控制结晶温度为5℃,时间为2h;

[0030] (3) 待物料结晶后进行固液分离,分离出氯化钠粗品,经洗盐设备净化后作为工业盐使用;

[0031] (4) 将步骤3中的液体物料和步骤1的蒸发残液混合后,转移到催化降解塔内进行降解,控制降解温度为135℃,时间为7h;

[0032] (5) 将降解完成后的废水经换热降至室温,转移到萃取槽内进行冷却结晶操作,结晶后的萃取液经泵输送到二合一压滤机过滤;

[0033] (6) 过滤后的固体经过两次水洗后出料包装出售,过滤液进行膜过滤后达标排放。

[0034] 实施例3

[0035] 本发明提供了一种利用ECO法从草甘膦母液中制取磷酸氢二钠的方法,包括以下步骤:

[0036] (1) 草甘膦母液经调节pH后,进入MVR蒸发器,前期控制温度在100℃,末期温度控制在95℃,真空度控制在-0.08MPa;

[0037] (2) 当草甘膦母液的体积浓缩至原体积的40%时,将物料全部转移到结晶釜内进行常压结晶,控制结晶温度为10℃,时间为3h;

[0038] (3) 待物料结晶后进行固液分离,分离出氯化钠粗品,经洗盐设备净化后作为工业盐使用;

[0039] (4) 将步骤3中的液体物料和步骤1的蒸发残液混合后,转移到催化降解塔内进行降解,控制降解温度为150℃,时间为8h;

[0040] (5) 将降解完成后的废水经换热降至室温,转移到萃取槽内进行冷却结晶操作,结晶后的萃取液经泵输送到二合一压滤机过滤;

[0041] (6) 过滤后的固体经过两次水洗后出料包装出售,过滤液进行膜过滤后达标排放。