



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 669 198 A5

⑤① Int. Cl.⁴: C 07 F 9/09

// C 07 B 63/00

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑳ Gesuchsnummer: 4854/86

㉒ Anmeldungsdatum: 05.12.1986

㉓ Priorität(en): 06.12.1985 JP 60-274636

㉔ Patent erteilt: 28.02.1989

④⑤ Patentschrift  
veröffentlicht: 28.02.1989

㉗ Inhaber:  
Kao Corporation, Chuo-ku/Tokyo (JP)

㉘ Erfinder:  
Nozaki, Toshio, Sakura-shi/Chiba-ken (JP)  
Kurosaki, Tomihiro, Sennan-gun/Osaka-fu (JP)  
Wakatsuki, Junya,  
Wakayama-shi/Wakayama-ken (JP)  
Aimono, Kiyoshi,  
Wakayama-shi/Wakayama-ken (JP)

㉙ Vertreter:  
Bovard AG, Bern 25

⑤④ **Verfahren zur Herstellung von Phosphorsäureestersalzen von hoher Reinheit.**

⑤⑦ Es wird ein Phosphorsäureestersalz von hoher Reinheit erhalten, indem ein Phosphorsäureester in eine Mischung, enthaltend den Phosphorsäureester und eine oder mehrere nicht-ionische Verbindung in ein Phosphorsäureestersalz übergeführt wird, vorzugsweise unter Verwendung einer basischen Verbindung und die nicht-ionischen Verbindung von der obigen Mischung unter Verwendung eines Lösungsmittelgemisches von aliphatischen oder cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffen, einem niederen Alkohol und Wasser extrahiert wird.

Das Verfahren ist anwendbar auf nicht-kristalline Phosphorsäureester aus welchen nicht-ionische Verbindung durch Umkristallisation nicht entfernt werden können.

Die erhaltenen Phosphorsäureestersalze sind von hoher Reinheit und können als solche oder nach Kondensation weiterverwendet werden.

## PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung eines Phosphorsäureestersalzes von hoher Reinheit, dadurch gekennzeichnet, dass eine Mischung von Phosphorsäureester und einer oder mehrerer nichtionischer Verbindungen in eine Mischung eines Phosphorsäureestersalzes und nichtionischen Verbindungen übergeführt wird und diese Mischung einer Lösungsmittelextraktion unterworfen wird, wobei die folgenden Lösungsmittel a) und b) verwendet werden:

a) eine oder mehrere Substanzen, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffen mit 4 bis 8 C-Atomen und gesättigten cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffen mit 5 bis 7 C-Atomen und

b) ein niederer Alkohol mit 1 bis 4 C-Atomen und Wasser, wobei extrahiert wird, um die genannten nichtionischen Verbindungen in die Lösungsmittelphase a) überzuführen.

2. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der niedere Alkohol Isopropanol ist.

## BESCHREIBUNG

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von Phosphorsäureestersalzen von hoher Reinheit.

Phosphorestersalze von organischen Hydroxyverbindungen werden in einer Vielzahl von Gebieten verwendet, z.B. bei Detergenzien, Antirostmitteln, Emulgatoren, Textilhilfsmitteln, flüssigen Ionenaustauschermaterialien und pharmazeutischen Produkten.

Es ist eine grosse Anzahl von Verfahren zur Herstellung von Phosphorsäureestern bekannt, einschliesslich beispielsweise

1. ein Verfahren, worin Phosphoroxchlorid und eine organische Hydroxyverbindung verwendet werden,

2. ein Verfahren, worin Phosphorperoxid, Wasser und eine organische Hydroxyverbindung verwendet werden (JP-A-61 358/1982) oder

3. ein Verfahren, worin Orthophosphorsäure oder Polyphosphorsäure und eine organische Hydroxyverbindung verwendet werden (JP-A-38 435/1983, A.K. Nelson et al., *Inorganic Chemistry* 2, 775 (1963) und JP-A-26492/1968).

Die so hergestellten Phosphate enthalten jedoch im allgemeinen Verunreinigungen, welche nichtionische Verbindungen sind, wie nicht umgesetzte Hydroxyverbindungen, Verunreinigungen und färbende Bestandteile der organischen Hydroxyverbindungen oder Nebenprodukte, welche beim Phosphorylierungsverfahren entstehen. Beispielsweise entstehen im Verfahren 1. Alkylchloride als Nebenprodukte und im Verfahren 2. werden neben den gewünschten Phosphaten ebenfalls nicht umgesetzt organische Hydroxyverbindungen und Zersetzungsprodukte von Phosphaten enthalten. Im weiteren entsteht im Verfahren 3. ein grosser Anteil Orthophosphorsäure neben diesen nichtionischen Verunreinigungen. Obschon bereits ein Verfahren für die industrielle Entfernung von Orthophosphorsäure aus einer Mischung von Phosphaten und Orthophosphorsäure unter Verwendung eines Lösungsmittels vorgeschlagen wurde (JP-A-258 191/1985), können die nichtionischen Verbindungen sogar mit diesem Verfahren nicht entfernt werden.

Nichtionische Verunreinigungen in Phosphaten bewirken, dass die hergestellten Phosphorsäureestersalze einen eigenartigen Geruch, eine unerwünschte Farbe oder eine reizende Wirkung besitzen. Je nach der Anwendung des Phosphorsäureestersalzes können solche Probleme den kommerziellen Wert der Produkte beträchtlich vermindern.

Vor allem wenn ein Phosphorsäureestersalz als Bestandteil für Kosmetika eingesetzt wird, wie für Cremes oder Haarkonditionierungsmittel, Detergenzien, wie Shampoos, Reinigungscremes und Badezusätze, wie auch für Zahnpasten, welche direkt am oder im Kontakt mit dem menschlichen Körper verwendet werden, verursachen diese Verunreinigungen den kommerziellen Produkten einen ernsthaften Schaden. Demzufolge ist die Entfernung

der Verunreinigungen der Phosphorsäureester ausserordentlich wichtig, wenn die Phosphorsäureestersalze solchen Produkten zugesetzt werden.

Eines der Verfahren zur Entfernung von nichtionischen Verunreinigungen in Phosphorsäureestern besteht in der Umkristallisation oder in der Extraktion der Phosphorsäureester unter Verwendung eines Lösungsmittels. Dieses Verfahren erfordert jedoch einen grossen Lösungsmittelanteil für die Umkristallisation der Phosphorsäureester, was einen Verlust an Phosphorsäureester im Lösungsmittel unvermeidlich macht, obschon die nichtionischen Bestandteile entfernt werden. Wenn übrigens der Phosphorester eine Mischung von Mono- und Diestern ist oder wenn der Phosphorsäureester durch Phosphorylierung eines Oxoalkohols mit einer Verteilung der Alkylkettenlänge in der organischen Hydroxyverbindung hergestellt worden ist, ändert die Zusammensetzung der Phosphorsäureester durch Umkristallisation. Im weiteren kann das Verfahren nicht auf nichtkristalline Phosphorsäureester angewandt werden. Auch ist es sehr schwierig, nur die nichtionischen Bestandteile vom Phosphorsäureester durch Extraktion abzutrennen, wenn die Phosphorsäureester in ihrer sauren Form vorliegen. Im Verfahren zur Extraktion der Phosphorsäureester in Form eines Salzes in einer wässrigen Phase und Extraktion der nichtionischen Bestandteile in der organischen Phase, neigt das System zur Emulsionsbildung.

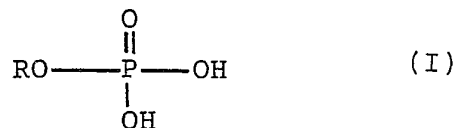
Als Verfahren zur Desodorierung der organischen Phosphate ist bekannt, einen dünnen Flüssigkeitsfilm aus Phosphorsäureester zu bilden und diesen Film in Kontakt mit einem inerten Gas zu bringen (JP-A-35 595/1982). Dieses Verfahren kann jedoch nur auf Phosphorsäureester angewandt werden, welche bei einer Temperatur von 60 bis 90 °C flüssig sind und kann nur diejenigen nichtionischen Bestandteile entfernen, welche einen niederen Siedepunkt besitzen.

Demzufolge bestand ein Bedürfnis nach einem Verfahren, welches fähig ist, die nicht umgesetzten, organischen Hydroxyverbindungen, Verunreinigungen oder färbende Bestandteile in der organischen Hydroxyverbindungen des Phosphorsäureesters und die nichtionischen Verbindungen, welche beim Phosphorylierungsverfahren als Nebenprodukte anfallen, mit industrieller Leichtigkeit und wirtschaftlichem Vorteil zu entfernen.

In Anbetracht der obigen Situation wurden ernsthafte Studien vorgenommen, und als Resultat wurde die vorliegende Erfindung gemacht, welche auf der Erkenntnis basiert, dass ein spezifisches Lösungsmittelsystem fähig ist, nur nichtionische Verbindungen aus einer Mischung, die einen Phosphorsäureester und nichtionische Verbindungen enthält, zu extrahieren und zu entfernen. Das Verfahren, welches dieses Lösungsmittelsystem verwendet, kann industriell mit Leichtigkeit durchgeführt werden und ist frei von Problemen bezüglich Emulsion und Verlust von Phosphorsäureestern. Das Verfahren ermöglicht die Entfernung von nichtionischen Verbindungen aus Phosphorsäureestern durch Extrahieren, sogar wenn sie aus einer Mischung von verschiedenen Phosphorsäureestern bestehen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demzufolge das im Patentanspruch 1 definierte Verfahren zur Herstellung von Phosphorsäureestersalzen von hoher Reinheit.

Obschon das erfindungsgemässe Herstellungsverfahren besonders wirksam ist, wenn ein Phosphorsäureester verwendet wird, der hauptsächlich aus einem Monoalkylphosphat der Formel I



besteht, worin R lineares oder verzweigtes Alkyl oder Alkenyl mit 8 bis 36 C-Atomen ist, ist es ebenfalls auf eine Mischung einer Verbindung der Formel I und eines Dialkylphosphates anwendbar. Da die Verbindung der Formel I eine hohe Emulgierfähigkeit

besitzt, kann durch andere Verfahren kein befriedigendes Ergebnis erzielt werden.

Die Verbindungen der Formel I umfassen Monoöctylphosphat, Monodecylphosphat, Monododecylphosphat, Monoöctadecylphosphat, Monotetracosylphosphat, Monoöctacosylphosphat, Monoöctenylphosphat, Monoöctadecenylphosphat, Monotetracocenyphosphat, Mono-2-hexyldecylphosphat, Mono-2-octyldecylphosphat und Mono-2-tetradecyloctadecylphosphat.

Die basische Verbindung zur Salzbildung mit dem Phosphorsäureester umfasst Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Ammoniak, Monoethanolamin, Diethanolamin, Triethanolamin, Monoisopropanolamin, Disopropanolamin und Triisopropanolamin. Von diesen wird Triethanolamin bevorzugt.

Der Anteil der eingesetzten basischen Verbindungen liegt im Bereich von 0,8 bis 2,5 Mol, vorzugsweise von 1 bis 2 Mol pro Mol Phosphorsäureester.

Die linearen oder verzweigten, aliphatischen Kohlenwasserstoffe mit 4 bis 8 C-Atomen oder die cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffe mit 5 bis 7 C-Atomen, welche als Lösungsmittel a) im erfindungsgemässen Verfahren verwendet werden, umfassen N-Pentan, N-Hexan, N-Heptan, Cyclopentan und Cyclohexan. Von diesen werden N-Pentan und N-Hexan bevorzugt. Der Anteil des Lösungsmittels a) beträgt von 0,1 bis 10 Gew.-Teile auf Basis eines Gew.-Teils Wasser im Lösungsmittel b).

Der niedere Alkohol für die Verwendung als das andere Lösungsmittel im Lösungsmittel b) des Niederalkyls mit 1 bis 4 C-Atomen/Wasser umfasst Methanol, Ethanol, N-Propanol, Isopropanol und N-Butanol. Der Anteil des verwendeten Wassers beträgt 0,2 bis 10 Gew.-Teile und vorzugsweise 0,4 bis 4 Gew.-Teile auf Basis des Gewichts des Phosphorsäureestersalzes. Der Anteil des eingesetzten niederen Alkohols beträgt 0,05 bis 0,8 Gew.-Teile, vorzugsweise 0,1 bis 0,5 Gew.-Teile auf Basis eines Gew.-Teils Lösungsmittels a).

Die nichtionischen Verbindungen im erfindungsgemässen Verfahren umfassen organische Hydroxyverbindungen, in den organischen Hydroxyverbindungen enthaltene Verunreinigungen (Methylester oder dergleichen), Zersetzungsprodukte von Phosphaten (Kohlenwasserstoffe und dergleichen) und färbende Bestandteile.

Durch die Verwendung der Lösungsmittel a) und b) im erfindungsgemässen Verfahren ist es möglich, die nichtionischen Bestandteile in der organischen Phase (leichte, flüssige Phase) als Komponente a) und die Phosphorsäureestersalze in der wässrigen Phase als Komponente b) (schwere, flüssige Phase) wirksam voneinander abzutrennen.

Spezifischer wird das erfindungsgemässe Verfahren in der Regel durchgeführt, indem eine Mischung eines Phosphorsäureesters und einer nichtionischen Verbindung unter Verwendung einer basischen Verbindung (entweder als wässrige Lösung oder als wässrige Lösung, welche einen niederen Alkohol enthält) neutralisiert wird und anschliessend nacheinander mit Wasser, einem niederen Alkohol (nicht notwendig, wenn schon bei der Neutralisation verwendet) und ein aliphatischer Kohlenwasserstoff oder ein cycloaliphatischer Kohlenwasserstoff zugesetzt wird. Nach Rühren der Mischung wird sie stehengelassen, und dann wird die organische Phase von der wässrigen Phase getrennt. Dann wird erforderlichenfalls nach der Abtrennung der organischen Phase weiter Lösungsmittel a) zugesetzt und das gleiche Verfahren wiederholt. Das erfindungsgemässe Verfahren kann bei einer Temperatur unter dem Siedepunkt der Lösungsmittel und vorzugsweise unterhalb von 50 °C durchgeführt werden.

Das erfindungsgemässe Herstellungsverfahren kann entweder im Batch oder kontinuierlich durchgeführt werden.

Die Erfindung ist ebenfalls auf einen nichtkristallinen Phosphorsäureester anwendbar, von welchem nichtionische Verbindung nicht durch Umkristallisation gemäss dem Stand der Technik durchgeführt werden kann.

Das durch das erfindungsgemässe Verfahren erhaltene hoch-

reine Phosphorsäureestersalz kann als solches oder nach Kondensation weiterverwendet werden.

Die vorliegende Erfindung wird nun aufgrund der nachstehenden Beispiele erläutert.

#### Beispiel 1

Eine Mischung, welche durch die Umsetzung von 105% Phosphorsäure und Dodecylalkohol, welcher 60 Gew.-Teile Monododecylphosphat, 2 Gew.-Teile Didodecylphosphat und 1,2 Gew.-Teile nicht umgesetzten Dodecylalkohol als nichtionische Verbindung enthielt, wurde in ein Extraktionsgefäss gebracht und mit 35 Gew.-Teilen Triethanolamin (ein Molequivalent zu einem Mol Monododecylphosphat) neutralisiert. Dann wurden 412 Gew.-Teile N-Hexan, 84 Gew.-Teile Isopropanol und 120 Gew.-Teile Wasser zugegeben und bei 50 °C während 30 Minuten gerührt. Dann wurde die Rührung unterbrochen und die Mischung bei 50 °C während 30 Minuten stehengelassen und dann die abgetrennte untere Phase extrahiert, wobei 343 Gew.-Teile einer wässrigen Phase erhalten wurde, die das Triethanolaminsalz des Monododecylphosphates enthielt und mit Dodecylalkohol entfernt. Das Produkt wurde analysiert, wobei 60 Gew.-Teile (17,5%) Monododecylphosphat, 2 Gew.-Teile (0,6%) Didodecylphosphat, 35 Gew.-Teile (10,2%) Triethanolamin, 0,4 Gew.-Teile (0,12%) Dodecylalkohol, 64 Gew.-Teile (18,7%) Isopropanol, 45 Gew.-Teile (13,1%) N-Hexan und 118 Gew.-Teile (34,4%) Wasser erhalten wurde (die Ausbeute des Monododecylphosphates betrug 100%, und die Entfernungsrate des Dodecylalkohols betrug 70%).

Monododecylphosphat, Didodecylphosphat und Triethanolamin wurden analysiert, indem die Probe mit Ethylether und 0,1N HCl in wässriger Lösung extrahiert wurden, um die Phosphorsäureester in die Ethyletherphase und das Triethanolamin in die 0,1N HCl in wässriger Lösung überzuführen und dann die entsprechenden Phasen mit Alkaly zu titrieren, beispielsweise mit Natriumhydroxid, indem ein automatisches, potentiometrisches Titroskop verwendet wurde, wobei der Gehalt an Monoalkylphosphat, Dialkylphosphat und Triethanolamin bestimmt wurde, d.h. der Gehalt des Monoalkylphosphates und des Dialkylphosphates in der Ethyletherphase wurde bestimmt, indem der Ethylether abgedampft wurde und dann der Rückstand in einer ethanolischen Lösung einer potentiometrischen Titration mit Kaliumhydroxid unterworfen wurde, um den ersten und den zweiten Äquivalenzpunkt zu bestimmen. Andererseits wurde die wässrige 0,1N HCl-Phase als solche der potentiometrischen Titration mit Natriumhydroxid unterworfen, wobei der Gehalt an Triethanolamin aus der Differenz zwischen dem ersten und zweiten Äquivalenzpunkt ermittelt wurde. Weiter wurde das N-Hexan und das Isopropanol durch Gas-Chromatographie analysiert, und das Wasser wurde nach der Methode von Karl Fisher bestimmt.

Für die Analyse der nichtionischen Verbindungen, wurde die Probe einer Extraktion unterworfen, wobei Petroether und Wasser als Lösungsmittel verwendet wurden, wobei die nichtionischen Verbindungen in die Petroetherphase übergangen und dann der Petroether abdestilliert wurde.

50 Gew.-Teile Wasser wurden kontinuierlich zur so erhaltenen wässrigen Phase gegeben, und das Isopropanol und das N-Hexan wurden unter Erwärmen azeotrop abdestilliert, wobei eine wässrige Lösung des Aminalsalzes von Monododecylphosphat erhalten wurde.

Die obigen Analysemethoden wurden ebenfalls in den nachfolgenden Beispielen angewandt.

#### Beispiel 2

Eine Mischung, enthaltend 120 Gew.-Teile Monodeodecylphosphat und 5 Gew.-Teile Dodecylalkohol wurde in ein Extraktionsgefäss gebracht und dann durch Zugabe von 150 Gew.-Teile Triethanolamin (2 Mol pro Mol Monodeodecylphosphat), 180 Gew.-Teile Ethanol und 255 Gew.-Teile Wasser neutralisiert. Die

Mischung wurde weiter zu 512 Gew.-Teile N-Hexan gegeben, bei 50 °C während 30 Minuten gerührt und dann bei 50 °C während 30 Minuten stengelassen.

Nach der Feststellung, dass die obere und die untere Phase gebildet waren, wurde die obere Phase aus dem Extraktionsgefäß entfernt. Die untere Phase wurde zu 350 Gew.-Teilen N-Hexan gegeben, bei 50 °C während 30 Minuten gerührt und dann während 30 Minuten stengelassen, wobei als untere Phase 727 Gew.-Teile einer wässrigen Lösung erhalten wurde, die das von Dodecylalkohol befreite Triethanolaminsalz von Monododecylphosphat enthielt. Das Produkt wurde analysiert, wobei gefunden wurde, dass es 120 Gew.-Teile (16,5%) Monododecylphosphat, 150 Gew.-Teile (20,6) Triethanolamin, 1,0 Gew.-Teile (0,14%) Dodecylalkohol und 250 Gew.-Teile (34,4%) Wasser enthielt (die Ausbeute für Monododecylphosphat betrug 100%, und der Entfernungsgrad für Dodecylalkohol betrug 81%).

120 Gew.-Teile Wasser wurden kontinuierlich zur so erhaltenen wässrigen Phase appliziert, Ethanol, N-Hexan und Wasser wurden unter Erwärmen azeotrop abdestilliert, wobei eine wässrige Lösung des Triethanolaminsalzes von Monododecylphosphat erhalten wurde.

#### Beispiel 3

Eine Mischung, enthaltend 60 Gew.-Teile Monohehexadecylphosphat und 1,2 Gew.-Teile Hexadecylalkohol, wurde in ein Extraktionsgefäß gebracht und nach der Neutralisation mit 42 Gew.-Teilen Triethanolamin (1,5 Mol pro Mol Hexadecylphosphat) wurden 445 Gew.-Teile N-Hexan, 90 Gew.-Teile Isopropanol und 124 Gew.-Teile Wasser zugegeben und bei 50 °C während 30 Minuten gerührt. Nach anschließendem Stehen bei 50 °C während 30 Minuten wurde die abgeschiedene untere Phase herausgenommen, wobei 354 Gew.-Teile einer wässrigen Lösung des Triethanolaminsalzes von Monohehexadecylphosphat erhalten wurde, die vom Hexadecylalkohol befreit war. Die Lösung wurde analysiert, wobei gefunden wurde, dass sie 60 Gew.-Teile (16,9%) Monohehexadecylphosphat, 42 Gew.-Teile (11,9%) Triethanolamin, 0,35 Gew.-Teile (0,1%) Hexadecylalkohol und 120 Gew.-Teile (34,0%) Wasser enthielt (die Ausbeute an Monohehexadecylphosphat betrug 100%, und der Entfernungsgrad für Hexadecyl betrug 71%).

Durch Abdestillation von Isopropanol und N-Hexan zusammen mit Wasser aus der so erhaltenen wässrigen Phase in einem Rotationsverdampfer, wurde eine wässrige Lösung von Monohehexadecylphosphat-Triethanolaminsalz erhalten.

#### Beispiel 4

Eine Mischung, die durch Umsetzen von Phosphorpentoxid, Wasser und Dodecylalkohol erhalten wurde und 70 Gew.-Teile Monododecylphosphat, 25 Gew.-Teile Didodecylphosphat und 2,5 Gew.-Teile Dodecylalkohol enthielt, wurde in ein Extraktionsgefäß gegeben und mit 72 Gew.-Teile Triethanolamin neutralisiert. Zur Mischung wurden 342 Gew.-Teile N-Hexan, 110 Gew.-Teile Isopropanol und 185 Gew.-Teile Wasser gegeben und bei 50 °C während 30 Minuten gerührt. Die gebildete untere Phase wurde entfernt, wobei 528 Gew.-Teile einer wässrigen Lösung erhalten wurde, die das Triethanolaminsalz von Monododecylphosphat und das Triethanolaminsalz von Didodecylphosphat enthielt. Die wässrige Lösung wurde analysiert, wobei gefunden wurde, dass sie 70 Gew.-Teile (13,3%) Monododecylphosphat, 24 Gew.-Teile (4,5%) Didodecylphosphat, 72 Gew.-Teile (13,6%) Triethanolamin, 1,0 Gew.-Teile (0,19%) Dodecylalkohol und 180 Gew.-Teile (34,1%) Wasser enthielt (die Ausbeute für Monododecylphosphat und Didodecylphosphat betrug 99%, und der Entfernungsgrad für Dodecylalkohol betrug 60%).

70 Gew.-Teile Wasser wurden kontinuierlich zur so erhaltenen wässrigen Phase zugegeben, und dann wurden Isopropanol, N-Hexan und Wasser unter Erwärmen azeotrop abdestilliert, wobei eine wässrige Lösung von Monododecylphosphat-Triethanolaminsalz und Didodecylphosphat-Triethanolaminsalz erhalten wurden.

70 Gew.-Teile Wasser wurden kontinuierlich zur so erhaltenen wässrigen Phase zugegeben, und dann wurden Isopropanol, N-Hexan und Wasser unter Erwärmen azeotrop abdestilliert, wobei eine wässrige Lösung von Monododecylphosphat-Triethanolaminsalz und Didodecylphosphat-Triethanolaminsalz erhalten wurden.

#### Beispiel 5

Eine Mischung, die 120 Gew.-Teile gefärbter Phosphorsäuremonoester enthielt, welcher unter Verwendung eines C12 bis C13 Oxoalkohols (Dobanol 23: hergestellt durch Mitsubishi Yuka) (Farbe = 260, der Wert steht für (-log T) mal 1000, wobei T die Lichtabsorption bei einer Wellenlänge von 420 nm in 10% ethanolischer Lösung darstellt) erhalten wurde, und 4 Gew.-Teile des Oxoalkohols wurden in ein Extraktionsgefäß gegeben und dann mit 104 Gew.-Teilen Triethanolamin (1,5 Mol pro Mol Phosphorsäuremonoester) neutralisiert. Der Mischung wurden 512 Gew.-Teile N-Hexan, 168 Gew.-Teile Isopropanol und 238 Gew.-Teile Wasser zugegeben, bei 50 °C während 30 Minuten gerührt und dann während 30 Minuten bei 50 °C stengelassen.

Nach der Feststellung, dass die obere und untere Phase gebildet waren, wurde die obere Phase aus dem Extraktionsgefäß entfernt. Die untere Phase wurde mit 350 Gew.-Teile N-Hexan versetzt, bei 50 °C während 30 Minuten gerührt und dann während 60 Minuten stengelassen. Die so gebildete untere Phase wurde entfernt, wobei 682 Gew.-Teile einer wässrigen Lösung, die frei von Oxoalkohol war, erhalten wurde. Die wässrige Phase wurde analysiert, wobei gefunden wurde, dass sie 120 Gew.-Teile (17,6%) Phosphorsäuremonoester, 104 Gew.-Teile (15,2%) Triethanolamin, 1,0 Gew.-Teile (0,15%) Oxoalkohol und 232 Gew.-Teile (34,0%) Wasser enthielt (die Ausbeute von Phosphorsäuremonoester betrug 100%, und der Entfernungsgrad für Oxoalkohol betrug 75%). Die Farbe des Phosphorsäuremonoesters war 17.

#### Beispiel 6

35 Gew.-Teile des gefärbten Monoocetylphosphates (Farbe = 239) wurde in ein Extraktionsgefäß transferiert, mit 56 Gew.-Teilen 25%iger wässriger Kaliumhydroxidlösung (1,5 Mol pro Mol Monoocetylphosphat) versetzt, 210 Gew.-Teile N-Hexan, 4 Gew.-Teile Isopropanol und 72 Gew.-Teile Wasser zugesetzt und bei 50 °C während 30 Minuten gerührt. Dann wurde die Mischung während 30 Minuten bei 50 °C stengelassen, wobei eine obere wässrige Phase von 225 Gew.-Teilen, die Kaliummonoocetylphosphat enthielt, erhalten wurden. Die wässrige Phase wurde analysiert, wobei gefunden wurde, dass sie 35 Gew.-Teile (15,5%) Monoocetylphosphat und 106 Gew.-Teile (47,1%) Wasser enthielt. Die Farbe des Monoocetylphosphates war 15.