

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 101780

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

Zgłoszono: 30.04.76 (P. 189204)

Pierwszeństwo: 30.04.75
Stany Zjednoczone Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 31.01.77

Opis patentowy opublikowano: 15.05.1979

Int. Cl.².

C07F 9/08

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Nathan Dean Lee

Uprawniony z patentu: FMC Corporation,
Filadelfia (Stany Zjednoczone Ameryki)

Sposób oczyszczania fosforanu trójoktylu i jego roztworu stosowanego w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania fosforanu trójoktylu, stosowanego w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru oraz sposób oczyszczania jego roztworu stosowanego w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru.

Znany jest fakt, że związki antrachinonowe, np. etyloantrachinon i ich czterowodoropochodne, można stosować w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru. W procesie tym, znanym powszechnie jako metoda antrachinonowa, związek antrachinonowy rozpuszcza się w odpowiednim rozpuszczalniku lub mieszaninie rozpuszczalników, otrzymując roztwór antrachinonowy. Roztwór ten uwodornia się w obecności katalizatora, przekształcając antrachinon w odpowiedni antrahydrochinon, który z kolei utlenia się za pomocą gazu zawierającego tlen, w wyniku czego następuje regeneracja antrachinonu i wytwarzanie nadtlenu wodoru. Nadtlenek wodoru ekstrahuje się z roztworem po reakcji wodnym roztworem rozpuszczalnika, korzystnie wodą. Ekstrakcję prowadzi się na ogół w pionowej kolumnie, na którą od dołu podaje się wodny roztwór rozpuszczalnika, a od góry, w przeciwnym kierunku, fazę organiczną (roztwór roboczy), zawierającą nadtlenek wodoru. Proces prowadzi się cyklicznie, zwracając roztwór po wyekstrahowaniu nadtlenu wodoru do etapu uwodornienia i rozpoczynając w ten sposób opisany uprzednio cykl pracy.

W celu uzyskiwania możliwie największej wydajności nadtlenu wodoru, w metodzie antrachinonowej ważne jest, by stosowany roztwór posiadał odpowiednią lepkość i gęstość. Niska lepkość jest niezbędna ze względów mechanicznych, to znaczy dla umożliwienia łatwego obiegu przez urządzenia produkcyjne. Ponadto, gęstość wyżej wymienionego roztworu musi się znacznie różnić od gęstości wodnego roztworu rozpuszczalnika, co jest warunkiem dobrego ekstrahowania nadtlenu wodoru.

Stosuje się rozmaite roztwory, zawierające specjalne rozpuszczalniki lub mieszaniny rozpuszczalników, wykazujące zdolność selektywnego rozpuszczania antrachinonowej i/lub antrahydrochinonowej postaci związku. Dla antrachinonu stosuje się na ogół ketony o 8–17 atomach węgla, ksyleny, alkohole o 5–12 atomach węgla, benzen, alkilobenzen oraz wieloalkilobenzeny o 9–11 atomach węgla.

Jako rozpuszczalniki dla antrahydrochinonowej postaci związku stosuje się trójestry organiczne kwasu fosforowego, zawierające w ugrupowaniu estrowym grupy alkilowe lub aryłowe. Do typowych fosforanów należą takie, jak fosforan trójoktylu, fosforan trójbutylu, fosforan dwufenylooktylu, fosforan dwufenylokretylu oraz fosforan trójkretylu. Powyższe fosforany i ich zastosowanie zostały opisane w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2537655 oraz w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3328128.

Z opisu patentowego Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2537655 znane jest zastosowanie w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru roztworu zawierającego fosforan trójbutylu. Roztwór zawierający fosforan trójbutylu oczyszcza się przez przemywanie roztworem wodorotlenku sodu, suszenie bezwodnym węglanem potasu i przepuszczanie otrzymanego roztworu przez warstwę aktywowanego tlenku glinu.

Z opisu patentowego Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3328128 znane jest stosowanie w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru roztworu zawierającego fosforan trójoktylu jako rozpuszczalnik, przy czym w opisie tym brak jakiegokolwiek wzmianki o oczyszczaniu takiego roztworu natomiast podano, że estry tego typu są korzystniejsze od związku naftalenu pochodzących z destylacji smoły, które są trucizną dla katalizatora.

Z brytyjskiego opisu patentowego nr 459310 znany jest sposób oczyszczania fosforanów trójkretylu stosowanych do ekstrakcji fenolu, które zawierają jako zanieczyszczenie substancje organiczne o dużym ciężarze cząsteczkowym. Zanieczyszczone fosforany regeneruje się stężonym kwasem siarkowym lub kwasem siarkowym zawierającym trójtlenek siarki, które powodują wytrącenie zanieczyszczeń. W celu oddzielenia fosforanów trójkretylu do mieszaniny dodaje się rozpuszczalniki lub ziemię okrzemkową.

Znany sposób oczyszczania fosforanów polega na usuwaniu innych zanieczyszczeń niż występujące w roztworze stosowanym w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru, a po dodaniu kwasu mineralnego nie jest konieczne uzyskanie układu dwufazowego wodnego i organicznego, w którym faza wodna miałaby określoną wartość pH. W procesie tym nie stosuje się również przepuszczania roztworu organicznego przez warstwę absorbenta, takiego jak tlenek glinu lub aktywowany tlenek magnezu. Wymienione cechy różnią znany sposób oczyszczania od sposobu według wynalazku.

Stwierdzono, że zastosowanie do oczyszczania fosforanu trójoktylu kwasu mineralnego w ilości wystarczającej do uzyskania odpowiedniej niskiej wartości pH fazy wodnej i poddanie oddzielonej fazy organicznej działaniu absorbenta, daje wyniki bardzo dobre i nieoczekiwane w świetle znanych procesów.

Chociaż organiczne trójestry kwasu fosforowego są używane jako rozpuszczalniki dla formy antrahydrochinonowej związku antrachinonowego, a wśród nich korzystny jest fosforan trójoktylu, to jednak zastosowanie handlowej lub technicznej postaci tego rozpuszczalnika nie jest możliwe. Handlowy lub techniczny fosforan trójoktylu zawiera małe ilości zanieczyszczeń w postaci emulgatora, które to zanieczyszczenia uniemożliwiają ekstrahowanie nadtlenu wodoru na drodze rozdziału fazowego pomiędzy wodny rozpuszczalnik i roztwór poreakcji. Usunięcie emulgatora zanieczyszczającego rozpuszczalnik jest więc konieczne. Jednak jak wspomniano znane metody oczyszczania są wyjątkowo pracochłonne, mało wydajne i mało skuteczne, a ponadto prowadzą do straty około 30% fosforanu trójoktylu, co podnosi koszty oczyszczonego rozpuszczalnika. Ponadto, oczyszczony produkt bywa czasami lepki i stwarza problemy związane z powstawaniem emulsji, w wyniku niecałkowitego usunięcia emulgatora. Przykładowo, napięcie międzyfazowe w handlowym fosforanie trójoktylu, która to wielkość charakteryzuje dobrze obecność emulgatora, wynosi zazwyczaj 5–7 dyn/cm. Fosforan trójoktylu o tak niskim napięciu międzyfazowym nie nadaje się zupełnie jako rozpuszczalnik dla antrahydrochinonu, gdyż minimalne napięcie powinno wynosić około 18 dyn/cm. Handlowe rozpuszczalniki można więc oczyszczać znanymi metodami w celu otrzymania produktu o napięciu międzyfazowym wynoszącym około 10–21 dyn/cm, ale za cenę znacznej straty fosforanu trójoktylu. W tej sytuacji jest niezbędne otrzymanie w sposób wydajny, skuteczny i niedrogi oczyszczonego fosforanu trójoktylu, który spełniałby wszystkie wymagania metody antrachinonowej wytwarzania nadtlenu wodoru. Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania fosforanu trójoktylu, zawierającego jako zanieczyszczenia emulgatory, którymi są sole metali alkalicznych kwasu dwuoktylo- i jednooktylofosforowego, a stosowanego w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru oraz sposób oczyszczania jego roztworu stosowanego w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru.

Sposób oczyszczania według wynalazku polega na tym, że na fosforan trójoktylu działa się wodnym roztworem kwasu mineralnego, w ilości wystarczającej do zubożenia emulgatorów i wytworzenia dwufazowego układu, składającego się z fazy organicznej i fazy wodnej o wartości pH 0,5–3,0. Fazy rozdziela się, po czym z fazy organicznej usuwa się rozpuszczoną i porwaną wodę. Faza organiczna zawiera fosforan trójoktylu oraz zubożone emulgatory, to znaczy kwas dwuoktylo- i jednooktylofosforowy. Następnie fazę tę poddaje się działaniu absorbentów, takich jak aktywowany tlenek glinu, żel krzemionkowy, kwas krzemowy o wysoko rozwiniętej powierzchni, zeolity, lub aktywowany tlenek magnezu, na których to absorbentach zostają zatrzymane zubożone emulgatory. Otrzymuje się całkowicie czysty fosforan trójoktylu o napięciu międzyfazowym wynoszącym około 18–24 dyn/cm.

Sposób według wynalazku pozwala na oczyszczanie fosforanu trójoktylu bardzo skutecznie i wydajnie, co znacznie zmniejsza dodatkowe koszty oczyszczonego produktu. Ze względu na wysoką czystość, którą potwierdzają wyjątkowo wysokie wartości napięcia międzyfazowego, fosforan trójoktylu otrzymany sposobem według wynalazku, wykazuje wyjątkową przydatność w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru metodą antrachinonową, co wyraża się doskonałą ekstrakcją nadtlenu wodoru z roztworu po reakcji.

Napięcie międzyfazowe oznaczano metodą badawczą opracowaną przez American Society for Testing Materials (ASTM) nr D-97. Metoda ta jest przeznaczona do pomiarów w warunkach niezrównoważenia napięcia międzyfazowego olejów mineralnych wobec wody, w temperaturze $25 \pm 1^\circ\text{C}$.

Zgodnie ze sposobem według wynalazku, fosforan trójoktylu zawierający jako zanieczyszczenia sole metali alkalicznych (zwykle sodowe lub potasowe) kwasu dwuoktylo- i jednooktylofosforowego, poddaje się działaniu wodnego roztworu kwasu mineralnego, w ilości wystarczającej do zobojętnienia emulgatorów. Korzystnymi kwasami mineralnymi są: kwas siarkowy, kwas fosforowy i kwas azotowy. Zobojętnienie prowadzi się do uzyskania wartości pH 0,5–3,0, korzystnie 2,2–2,7, w celu zapewnienia całkowitości reakcji. Utrzymując wartość pH warstwy wodnej poniżej 3, uzyskuje się dobry układ fazowy i wyraźną interfazę pomiędzy fazami organiczną i wodną. Jeśli pH warstwy wodnej jest większe od trzech, nie uzyskuje się rozdzielenia fazy wodnej i organicznej. Moc kwasu nie ma decydującego znaczenia ale bardziej korzystne są rozcieńczone niż stężone roztwory kwasów. Korzystnie stosuje się 0,01–0,001 mola kwasu na 1 litr wody.

Reakcję kwasu z fosforanem trójoktylu prowadzi się w sposób pozwalający na dobre wymieszanie obu faz tak, aby zapewnić zobojętnienie i ekstrakcję soli metali alkalicznych z fazy organicznej do nieorganicznej fazy wodnej. Stosuje się zwykłe sposoby postępowania, takie jak mieszanie lub ekstrakcję przeciwprądową. Temperatura procesu nie jest parametrem krytycznym, a korzystny jest zakres temperatury $20\text{--}40^\circ\text{C}$.

Po zobojętnieniu emulgatorów, fazę organiczną oddziela się od wodnej. Klarowną fazę wodną odrzuca się, a mętną fazę organiczną, zawierającą fosforan dwuoktylu oraz otrzymane po zobojętnieniu kwasy jedno- i dwuoktylofosforowy, odwadnia się stosując znane sposoby, w celu usunięcia porwanej jak i rozpuszczonej wody. Mętna faza organiczna zawiera 0,25–1,0% objętościowego wody porwanej oraz do 2% wody rozpuszczonej. Fazę organiczną odwadnia się korzystnie przez odparowywanie pod zmniejszonym ciśnieniem lub przy użyciu środka suszącego, takiego jak chlorek wapnia, chlorek cynku lub bezwodny siarczan sodowy, albo przepuszczając fazę organiczną przez filtr koalescencyjny. Odwodnienie jest niezbędne dla usunięcia zarówno porwanej jak i rozpuszczonej wody, w celu zapewnienia racjonalnego wykorzystywania absorbenta w procesie absorbowania zobojętnionych zanieczyszczeń, gdyż absorbent może także pełnić funkcję środka odwadniającego lub suszącego.

Po usunięciu wody z fazy organicznej, fazę tę traktuje się absorbentem, który selektywnie absorbuje zobojętnione zanieczyszczenia i otrzymuje się całkowicie czysty fosforan trójoktylu. Korzystnymi absorbentami są: aktywowany tlenek glinu w postaci granulek lub kuleczek, żel krzemionkowy lub dwutlenek krzemu o dobrze rozwiniętej powierzchni, zeolity naturalne lub syntetyczne i aktywowany tlenek magnezu.

Jeśli nie przeprowadza się powyższej operacji, podczas zetknięcia się fosforanu trójoktylu z umiarkowanie alkalicznym środowiskiem mogą tworzyć się sole metali alkalicznych kwasu dwu- i jednooktylofosforowego. Obniża to znacznie napięcie międzyfazowe fosforanu trójoktylu.

Proces absorpcji prowadzi się w konwencjonalny sposób, taki np. jak dodawanie absorbenta do fazy organicznej i następnie odsączenie go. Alternatywnie, fazę organiczną przepuszcza się przez złożę lub kolumnę zawierającą absorbent. W tym przypadku wymiary cząsteczek powinny korzystnie wynosić 8–50 mesh (według standardów sit Stanów Zjednoczonych Ameryki).

Fosforan trójoktylu oczyszczony sposobem według wynalazku jest szczególnie przydatny w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru polegającego na kolejnej redukcji i utlenianiu roztworu zawierającego podstawiony antrachinon, rozpuszczony w mieszaninie rozpuszczalników, zawierającej rozpuszczalnik antrachinonu i oczyszczony fosforan trójoktylu, jako rozpuszczalnik antrahydrochinonu. Jeśli jako główny składnik takiego roztworu stosuje się fosforan trójoktylu oczyszczony sposobem według wynalazku, którego napięcie międzyfazowe wynosi od około 18 do około 24 dyn/cm, to otrzymany roztwór ma napięcie międzyfazowe większe niż 20 dyn/cm. Roztwór taki jest bardzo dobrym rozpuszczalnikiem, zarówno dla antrachinonowej jak i antrahydrochinonowej postaci związku, ma niską lepkość i tym samym łatwość przepływu przez wszystkie stadia procesu, oraz wysokie napięcie międzyfazowe, a tym samym umożliwia wydajne ekstrahowanie nadtlenu wodoru z roztworu.

Zastosowanie w roztworze antrachinonowym jako rozpuszczalnika dla antrahydrochinonu fosforanu trójoktylu, oczyszczonego sposobem według wynalazku, pozwala także na stosowanie podczas ekstrakcji wodnego rozpuszczalnika o szerokim zakresie pH, korzystnie 0,1–5,0, w którym to zakresie najlepiej ekstrahuje się i jest stabilny nadtlenek wodoru oraz nie występują problemy związane z powstawaniem emulsji.

Roztwór roboczy może zawierać związki antrachinonowe, takie jak alkiloantrachinony, estry kwasów antrachinonokarboksylowych i antrachinonosulfonowych, chlorowcoantrachinony i inne znane i stosowane dotychczas antrachinony. Szczególnie przydatnymi antrachinonami są 2-etyloantrachinon, czterowodoroantrachinon, III-rz.butyloantrachinon oraz amyloantrachinon. Te związki robocze rozpuszcza się w jednym lub więcej rozpuszczalnikach antrachinonu, takich jak keton o 8–17 atomach węgla, ksylen, alkohol o 5–12 atomach węgla, benzen, alkilobenzen i podobne. Szczególnie korzystnymi rozpuszczalnikami są wieloalkilobenzeny o 9–11 atomach węgla, takie jak trójmetrylobenzen, metyloetylobenzen, metylobutylobenzen, czterometrylobenzen i podobne.

Stosunek rozpuszczalnika antrachinonów do oczyszczonego fosforanu trójktylu może się zmieniać w rozsądnie szerokich granicach, a ponadto do mieszaniny mogą być dodawane inne rozpuszczalniki i/lub obojętne substancje. Szczególnie korzystne są takie mieszaniny rozpuszczalników, w których stosunek objętościowy rozpuszczalnika antrachinonowego do antrahydrochinonowego, to jest rozpuszczalnika antrachinonowego do fosforanu trójktylu, wynosi 60–85 : 40–15. Rozpuszczalniki stosuje się w roztworze roboczym w ilości wynoszącej co najmniej 37,5% jego objętości, to znaczy w ilości zapewniającej co najmniej około 15% objętościowych fosforanu trójktylu. Użycie mniejszej ilości rozpuszczalnika powoduje powstanie roztworu o właściwościach utrudniających przebieg procesu. Maksymalne ilości stosowanych rozpuszczalników określają warunki ekonomiczne procesu.

Alternatywnie do sposobu, w którym do sporządzania roztworu antrachinonowego stosuje się oczyszczony fosforan trójktylu, roztwór można przygotowywać rozpuszczając stosowany antrachinon w rozpuszczalniku zawierającym rozpuszczalnik antrachinonu i nieoczyszczony fosforan trójktylu, zawierający emulgatory, to znaczy sole metali alkalicznych kwasu dwu- i jednooktylofosforowego. Roztwór taki oczyszcza się sposobem według wynalazku działając wodnym roztworem kwasu siarkowego lub fosforowego w ilości wystarczającej do zubożnienia zanieczyszczeń i wytworzenia układu dwufazowego, składającego się z fazy organicznej zawierającej roztwór i fazy wodnej. Zubożnianie prowadzi się do uzyskania wartości pH fazy wodnej wynoszącej 0,5–3,0, korzystnie 2,2–2,7, co zapewnia doprowadzenie reakcji zubożniania do końca.

Do zubożniania emulgatorów w roztworze nie można stosować kwasu solnego i azotowego, gdyż obecność azotanu lub chlorku podczas reakcji prowadzi do otrzymywania niepożądanych produktów ubocznych, zawierających te aniony. Po zubożnieniu emulgatorów, mętną fazę organiczną oddziela się od fazy wodnej. Fazę wodną odrzuca się, a fazę organiczną uwalnia się od porwanej wody przy zastosowaniu znanych sposobów. Następnie fazę organiczną poddaje się działaniu opisanych uprzednio absorbentów, bez konieczności usuwania rozpuszczonej wody, ponieważ rozpuszczalność wody w fazie organicznej to znaczy w roztworze wynosi zaledwie około 2,5 g/litr, wobec rozpuszczalności wody w samym oddzielnie oczyszczonym, fosforanie trójktylu wynoszącej około 15 g/litr.

Zubożnione zanieczyszczenia są absorbowane przez absorbent i otrzymuje się całkowicie czysty roztwór o napięciu międzyfazowym większym niż 20 dyn/cm. Następnie, z zastosowaniem oczyszczonego roztworu wytwarza się nadtlenek wodoru na przemian przez redukcję i utlenianie podstawionego związku antrachinonowego. Wytworzony nadtlenek wodoru ekstrahuje się z roztworu po reakcji wodnym rozpuszczalnikiem o wartości pH 0,1–5,0, w którym to zakresie nadtlenek wodoru najlepiej się ekstrahuje i jest najbardziej stabilny.

Sposób według wynalazku jest bliżej wyjaśniony w poniższych przykładach wykonania, w których jeśli nie podano inaczej, procenty są procentami wagowymi.

Przykład I. Oczyszczanie handlowego fosforanu trójktylu sposobem według wynalazku. Dwa litry handlowego fosforanu trójktylu, o napięciu międzyfazowym wynoszącym 5,5 dyn/cm, dodaje się do 500 ml destylowanej wody, po czym pH wody doprowadza do wartości 2,5 85% roztworem kwasu fosforowego. Całość miesza się mieszadłem magnetycznym w ciągu 30 minut. Po zakończeniu mieszania, pH warstwy wodnej ma wartość 7,0 i nie uzyskuje się wyraźnego rozdziału faz. Dodaje się 85% roztwór kwasu fosforowego podczas mieszania. Gdy pH osiągnie wartość 2,5, fazy natychmiast się rozdzielają. Mętną fazę organiczną oddziela się od klarownej fazy wodnej i przepuszcza przez filtr koalescencyjny, a następnie dodaje się środek suszący w celu usunięcia porwanej i rozpuszczonej wody. Fosforan trójktylu po obróbce kwasem ma napięcie powierzchniowe 22,5 dyn/cm, co dowodzi, że zanieczyszczenia zostały zubożnione, chociaż pozostały nadal w roztworze. Następnie fosforan trójktylu przepuszcza się trzykrotnie przez kolumnę o średnicy 25 cm, wypełnioną 155 cm³ aktywowanego tlenku glinu o wymiarach ziaren 14 × 28 mesh (według standardów sit Stanów Zjednoczonych Ameryki), w celu usunięcia kwasu dwu- i jednooktylofosforowego. Drobne cząstki tlenku glinu usuwa się sącąc oczyszczony fosforan trójktylu przez filtr o wymiarach porów wynoszących 0,45 mikrona. Cały proces prowadzi się w temperaturze pokojowej (25°C). Otrzymany, oczyszczony fosforan trójktylu ma napięcie międzyfazowe wynoszące 21 dyn/cm, nie zawiera jonów sodu oraz dających się wykryć śladów kwasu dwu- lub jednooktylofosforowego.

Dla porównania, dwa litry handlowego fosforanu trójoktylu, stosowanego w tym przykładzie, przepuszcza się trzykrotnie przez kolumnę o średnicy 25 mm, wypełnioną 155 cm³ aktywowanego tlenku glinu o wymiarach ziaren 14 X 28 mesh, bez uprzedniego zobojętniania i odwadniania. Drobne cząstki tlenku glinu usuwa się tak samo jak opisano poprzednio w tym przykładzie. Otrzymany fosforan trójoktylu ma napięcie międzyfazowe wynoszące 11,8–12 dyn/cm i zawiera ponad 100 części na milion soli metali alkalicznych kwasu dwu- i jednooktylofosforowego.

Przykład II. Oczyszczanie sposobem według wynalazku roztworu zawierającego handlowy fosforan trójoktylu. Przygotowuje się roztwór antrachinonowy, mieszając 7,4 l handlowej mieszaniny rozpuszczalników, zawierającej około 99,6% związków aromatycznych, o temperaturze wrzenia 182–204°C, otrzymanej z firmy Shell Chemical Company i znanej pod nazwą Shell Sol Ab, w której skład wchodzi 82,3% alkilobenzenów o 8–12 atomach węgla, w tym 80% alkilobenzenów o 10–11 atomach węgla oraz 13,3% cyklobenzenu i 3,5% związku dwuaromatycznego o 10 atomach węgla (naftalenu), z dwoma litrami handlowego fosforanu trójoktylu, wykazującego napięcie międzyfazowe 5,5 dyn/cm. W powyższej mieszaninie rozpuszcza się 1300 gramów 2-etyloantrachinonu, w temperaturze 40–45°C. Roztwór sączy się przez filtr o wymiarach porów wynoszącym 2,0 mikrony, w celu usunięcia części nierozpuszczonych. Do przesączu dodaje się 2,5 litra wody destylowanej i doprowadza pH fazy wodnej do wartości 2,2–2,5 za pomocą 85% roztworu kwasu fosforowego. Całość miesza się w ciągu 30 minut, utrzymując pH mieszaniny poniżej wartości 2,7 dodatkiem 85% roztworu kwasu fosforowego.

Po zakończeniu mieszania roztwór natychmiast rozdziela się na dwie fazy, fazę organiczną i fazę wodną. Mętną fazę organiczną oddziela się od klarownej fazy wodnej i przepuszcza przez filtr koalescencyjny w celu usunięcia porwanej wody. Następnie fazę organiczną przepuszcza się trzykrotnie przez kolumnę o średnicy 25 mm, wypełnioną 200 cm³ aktywowanego tlenku glinu o wymiarach ziaren wynoszących 14 X 28 mesh, w celu usunięcia zobojętnionych emulgatorów stanowiących zanieczyszczenia, to znaczy kwasu dwu- i jednooktylofosforowego. Otrzymuje się oczyszczony roztwór o napięciu międzyfazowym wynoszącym więcej niż 21 dyn/cm.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania fosforanu trójoktylu stosowanego w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru, zawierającego jako zanieczyszczenia emulgatory, będące solami metali alkalicznych kwasu dwuoktylofosforowego i kwasu jednooktylofosforowego przez działanie kwasem mineralnym i absorbentem, z n a m i e n n y t y m, że na fosforan trójoktylu działa się wodnym roztworem kwasu mineralnego w ilości wystarczającej do zobojętnienia zanieczyszczeń i wytworzenia układu dwufazowego, składającego się z fazy organicznej i fazy wodnej, o wartości pH 0,5–3,0 a następnie oddziela się fazę wodną od organicznej i usuwa porwaną i rozpuszczoną wodę z fazy organicznej zawierającej fosforan trójoktylu oraz zobojętnione zanieczyszczenia, które stanowi kwas dwuoktylofosforowy i kwas jednooktylofosforowy, po czym na fazę organiczną działa się absorbentem, takim jak aktywowany tlenek glinu, żel krzemionkowy, dwutlenek krzemu o dobrze rozwiniętej powierzchni, zeolity lub aktywowany tlenek magnezu.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że utrzymuje się wartość pH fazy wodnej przed rozdzieleniem faz wynoszącą 2,2–2,7.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako kwas mineralny stosuje się kwas siarkowy, kwas fosforowy lub kwas azotowy.

4. Sposób oczyszczania roztworu fosforanu trójoktylu stosowanego w procesie wytwarzania nadtlenu wodoru, zawierającego fosforan trójoktylu zanieczyszczony emulgatorami będącymi solami metali alkalicznych kwasu dwuoktylofosforowego i kwasu jednooktylofosforowego oraz podstawiony związek antrachinonowy i rozpuszczalnik antrachinonu, z n a m i e n n y t y m, że na roztwór działa się wodnym roztworem kwasu siarkowego lub kwasu fosforowego, w ilości wystarczającej do zobojętnienia zanieczyszczeń i wytworzenia dwufazowego układu składającego się z fazy organicznej zawierającej roztwór oraz fazy wodnej, o wartości pH 0,5–3,0, a następnie oddziela się fazę wodną od fazy organicznej, zawierającej wymieniony roztwór i zobojętnione zanieczyszczenia i z tej ostatniej usuwa się porwaną wodę, po czym na fazę organiczną działa się absorbentem, takim jak aktywowany tlenek glinu, żel krzemionkowy, dwutlenek kwasu o dobrze rozwiniętej powierzchni, zeolity i aktywowany tlenek magnezu.

5. Sposób według zastrz. 4, z n a m i e n n y t y m, że przed oddzieleniem fazy organicznej utrzymuje się wartość pH fazy wodnej w zakresie 2,2–2,7.

6. Sposób według zastrz. 4, z n a m i e n n y t y m, że jako rozpuszczalnik antrachinonu stosuje się wieloalkilobenzen o 9–11 atomach węgla.