



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 601 28 922 T2** 2008.05.15

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 305 260 B1**

(51) Int Cl.⁸: **C01B 25/12** (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: **601 28 922.6**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/FR01/02527**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **01 963 051.6**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2002/012119**

(86) PCT-Anmeldetag: **02.08.2001**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **14.02.2002**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **02.05.2003**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **13.06.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **15.05.2008**

(30) Unionspriorität:
0010348 04.08.2000 FR

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE, TR**

(73) Patentinhaber:
Thermphos France SARL, Epierre, FR

(72) Erfinder:
MAGNE, Vincent, F-76290 Montvilliers, FR

(74) Vertreter:
**Patentanwälte Isenbruck Bösl Hörschler
Wichmann Huhn, 68165 Mannheim**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON PHOSPHORPENTOXIDPULVER MIT VERBESSERTER
FLIESSFÄHIGKEIT**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Phosphorpentoxidpulver (hexagonale Modifikation), im Folgenden P_2O_5 , mit verbesserter Fließfähigkeit.

[0002] P_2O_5 wird industriell durch Verbrennung von weißem Phosphor in einem Strom trockener Luft in großem Überschuss hergestellt. Die Reaktion ist exotherm und bewirkt ein Ansteigen der Temperatur auf ungefähr 1300°C . Die dabei entstehenden Verbrennungsgase, welche aus einer Mischung aus an Sauerstoff verarmter Luft und gasförmigem P_2O_5 bestehen, werden in einen Kondensator (Desublimator) geleitet, wo P_2O_5 in Pulverform kristallisiert. Anschließend wird das erhaltene P_2O_5 Pulver im Allgemeinen gesiebt und dann in Fässer oder Behälter verpackt.

[0003] P_2O_5 ist ein wichtiges industrielles Erzeugnis. Es wird insbesondere als Zwischenprodukt bei der Herstellung zahlreicher Phosphorsäureester genutzt, die insbesondere auf dem agrochemischen oder pharmazeutischen Gebiet verwendet werden. Diese Phosphorsäureester werden im Allgemeinen durch Umsetzung von festem P_2O_5 mit einem Alkohol (im Allgemeinen in flüssiger Form oder in Lösung) erhalten. Diese Reaktionen verlaufen in zwei verschiedenen Stufen und erfordern, dass eine wirksame Mischmethode und geeignete Maßnahmen zur Zugabe des P_2O_5 Pulvers vorhanden sind, um die Stöchiometrie und die Kinetiken der Reaktionen einzuhalten und um plötzliche exzessive Hitzeentwicklung zu vermeiden, wenn das P_2O_5 Pulver zugegeben wird.

[0004] Es ist daher notwendig, ein P_2O_5 Pulver zu haben, das gute Verarbeitungseigenschaften, gute Transporteigenschaften und gute Dispergierbarkeit im Reaktionsmedium aufweist, insbesondere eine gute Fließfähigkeit (oder Fluss).

[0005] Der Ausdruck „Fließfähigkeit“ bezeichnet hier die Eigenschaft, welche ein Pulver besitzt, in stabiler, einheitlicher und gleichförmiger Weise in Form einzelner Teilchen durch eine enge oder weitere Öffnung zu fließen.

[0006] Verschiedene Tests machen es möglich, die Fließfähigkeit von Pulvern zu bestimmen.

[0007] Der „Stampf“-Test wird im Allgemeinen als der geeignetste zur Beurteilung der Fließfähigkeit von P_2O_5 Pulvern angesehen.

[0008] Dieser Test besteht in der Messung der Fähigkeit eines Pulvers, unter dem Einfluss von schwachen Stößen, verursacht durch einen standardisierten Stab, verdichtet zu werden. Die Messung besteht darin, den Unterschied zwischen dem anfänglichen Volumen und dem Volumen, das nach 500 Stößen eingenommen wird, zu bestimmen. Je mehr ein Pulver verdichtet werden kann, desto geringer ist seine Fließfähigkeit.

[0009] Auf Basis dieses Tests können drei Indizes bestimmt werden:

- die Schüttdichte d_a ,
- die Stampfdichte d_t , und
- der Hausner-Faktor H_r , der gleich dem Verhältnis d_t/d_a ist.

[0010] Wenn H_r abnimmt, verbessert sich die Fließfähigkeit des Pulvers, da sich die Dichte d_a der Dichte d_t annähert.

[0011] Anders gesagt, wird es schwieriger, die Räume zwischen Teilchen mit kleineren Teilchen zu füllen. Die Anhäufung dieser Kleinteilchen zwischen den Teilchen verschiedener Größe führt zu einem Anwachsen der Interteilchenkräfte und behindert so den Gesamtfluss des Pulvers. Der H_r -Faktor ist somit ein Hinweis auf die Anordnung von Teilchen zueinander. So bereitet ein P_2O_5 Pulver, das einen H_r in einem Bereich von 1 bis 1,25 aufweist, geringe Schwierigkeiten bei der Verarbeitung. Die Dichte d_a ist nahe der Dichte d_t .

[0012] Die Stampfdichte d_t allein ist sicherlich keine Kennzahl für die Fließfähigkeit; jedoch ergänzt ihre Bestimmung die Kenntnis von H_r insoweit, dass, für ein Pulver mit gegebener Teilchengröße, wenn die Dichte d_t hoch ist, die Gravitationskräfte stärker als die Interteilchenkräfte werden, was dazu führt, dass der natürliche Fluss gefördert wird. Bei gleichem H_r wird der Fluss gefördert, wenn d_t abnimmt. H_r ist ein dimensionsloser Parameter; d_t macht es möglich, Pulver miteinander zu vergleichen.

[0013] Die Schutt-(oder wahre) Dichte d_a kann ebenso wenig als Kennziffer für die Fließfähigkeit verwendet

werden, wird aber bei Techniken für den Transport und zum Verpacken von P_2O_5 Pulvern verwendet.

[0014] Die Anmelderin hat gefunden, dass sie, bei der oben beschriebenen industriellen Herstellung von P_2O_5 in völlig zufälliger Weise Chargen von P_2O_5 Pulver mit schlechter Fließfähigkeit (hoher Hr) erhielt, die eine anschließende Nutzung ausschlossen, insbesondere eine Nutzung als Zwischenverbindung zur Synthese von Phosphorsäureestern.

[0015] Das Patent EP 189 766 B1 offenbart ein Verfahren, das es ermöglicht, insbesondere die Fließfähigkeit von P_2O_5 Pulvern zu verbessern. Dieses Verfahren besteht in einem Erhitzen von P_2O_5 (hexagonale Modifikation) Pulvern in einem geschlossenen, gegebenenfalls gerührten Reaktor für 0,5 bis 8 Stunden bei Temperaturen im Bereich von 200°C bis 390°C.

[0016] Dieses Verfahren macht es möglich, eine substantielle Verbesserung der Fließfähigkeit von P_2O_5 Pulvern zu erzielen, eine Verbesserung, die jedoch durch Anwendung hoher Temperaturen und langwieriger „Temper“-Zeiten erreicht wird, Bedingungen welche eine beträchtliche Belastung für die Produktionskapazität eines industriellen Verfahrens darstellen. Zusätzlich benötigt dieses Verfahren teure Investitionen in die Ausrüstung.

[0017] Weiterhin setzt dieses Hitze- oder Temperbehandlung die „Reaktivität“ des P_2O_5 (hexagonale Modifikation) Pulvers herab. Diese Reaktivität wird durch einen einfachen Test bewertet, der darin besteht, eine Lösung von P_2O_5 in einem aromatischen Lösungsmittel, wie ortho-Dichlorbenzol, mit einem Phenol umzusetzen.

[0018] Eine Messung der Hitzeentwicklung, die durch die Reaktion entsteht, über eine vorbestimmte Zeitspanne wird dann durchgeführt.

[0019] Die Reaktivität des P_2O_5 wird daher in °C/min quantifiziert.

[0020] Diese Reaktivität, spezifisch für hexagonales P_2O_5 , ist eine Eigenschaft, die zunehmend von vielen Anwendern von P_2O_5 verlangt wird, die ein P_2O_5 Pulver mit guten Fließeigenschaften und hoher Reaktivität haben wollen.

[0021] Die Anmelderin hat gefunden, dass es möglich ist, ein P_2O_5 (hexagonale Modifikation) Pulver zu erhalten, das eine verbesserte Fließfähigkeit aufweist, das eine gute Dispergierung aufweist und das eine hohe Reaktivität behält, indem P_2O_5 Pulver einer mechanischen Behandlung unter trocknen Bedingungen bei Raumtemperatur unterworfen wird.

[0022] Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung von Phosphorpentoxidpulver (hexagonale Modifikation) mit verbesserter Fließfähigkeit, dadurch gekennzeichnet, dass man das Phosphorpentoxidpulver bei Umgebungstemperatur unter Trockengasatmosphäre über eine Dauer von 5 Minuten bis 30 Minuten und vorzugsweise zwischen 10 Minuten und 20 Minuten trocken mechanisch rührt.

[0023] Das P_2O_5 Pulver, das dieser mechanischen Behandlung unterworfen wird, kann unterschiedlichen Ursprungs sein.

[0024] Es kann aus einem Vorratsbereich für P_2O_5 Pulver stammen. Es kann auch direkt aus einem Verfahren zur Herstellung von P_2O_5 stammen, das daraus besteht, kontinuierlich flüssigen weißen Phosphor und trockene Luft im Überschuss, im Hinblick auf die Stöchiometrie der Reaktion: $P_4 + 25 [0,2O_2 + 0,8N_2] \rightarrow P_4O_{10}(2P_2O_5) + 20N_2$ in eine Verbrennungszone einzuleiten, die aus dieser Zone austretenden Verbrennungsgase in einem Kondensator (oder Desublimator) abzukühlen, das P_2O_5 Pulver, das in dem besagten Kondensator erhalten wird, abzutrennen und es mithilfe einer Förderschnecke zum Ort einer mechanischen Behandlung gemäß der Erfindung zu befördern.

[0025] In diesem Fall kann das erhaltene P_2O_5 Pulver, das aus der Förderschnecke austritt, bei einer Temperatur geringfügig über der Umgebungstemperatur aufweisen.

[0026] Gemäß der vorliegenden Erfindung bedeutet der Ausdruck „Umgebungstemperatur“ eine Temperatur im Bereich von 15°C bis 30°C und vorzugsweise von zwischen 20 und 25°C. Diese Temperatur ist die Temperatur der mechanischen Behandlung und bedeutet, dass die besagte Behandlung in einer Vorrichtung durchgeführt wird, die weder erhitzt noch gekühlt wird.

[0027] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird die mechanische Behandlung des P_2O_5 Pulvers in trockener Weise durchgeführt. Das bedeutet, dass während der Behandlung kein Lösungsmittel verwendet wird.

[0028] Die Behandlung wird unter einer Trockengasatmosphäre, wie zum Beispiel Luft, durchgeführt. Die Verwendung eines Inertgases ist nicht notwendig.

[0029] Gemäß der vorliegenden Erfindung kann die mechanische Rühroperation in jeder Art von Vorrichtung, die eine wirksame Deagglomeration von Pulvern erlaubt, durchgeführt werden.

[0030] Vorzugsweise wird Gebrauch von „Pflugschar“-Mischern gemacht, die eine Rührgeschwindigkeit im Bereich von 100 U/min bis 350 U/min und vorzugsweise im Bereich von 150 U/min bis 300 U/min aufweisen, und die es möglich machen, eine Froud-Zahl Fr , welche das Verhältnis der Zentrifugalkräfte zu den Gravitationskräften beschreibt, zu erhalten, die bis zu 5 betragen kann.

[0031] Die Belastung des Pulvers, das dem Rühren in dem Mischer unterworfen wird, ist definiert, als die Leistung pro Masse P_m , gemäß der Beziehung:

$$P_m = \text{kW/kg des zu behandelnden Produkts (kW.kg}^{-1}\text{)}$$

[0032] Die Rührzeit ist kurz; im Allgemeinen sind 10 bis 15 Minuten ausreichend, um ein Pulver mit guter Fließfähigkeit, das heißt, ein Pulver, welches einen $H_r \leq 1,25$ aufweist, zu erhalten.

[0033] Gemäß der vorliegenden Erfindung wird das gerührte P_2O_5 Pulver zu einem Vorratsbereich befördert, bevor es verpackt wird.

[0034] Das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung zeigt den Vorteil, dass ein P_2O_5 Pulver entsteht, welches gute Verarbeitungseigenschaften, insbesondere gute Dispergierbarkeit und gute Fließfähigkeit ($H_r \leq 1,25$) aufweist, wobei dies ohne Zugabe von Antiklumpmitteln erreicht wird, und das auch eine Reaktivität aufweist, die mindestens gleich, in der Tat sogar größer als die vor der mechanischen Behandlung gemessene ist.

[0035] Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung:

BEISPIELE:

Herstellung des P_2O_5 Pulvers:

[0036] Das P_2O_5 Pulver wurde in einer Anlage, wie sie schematisch in [Fig. 1](#) dargestellt ist, erhalten, gemäß einem Verfahren, das aus einer kontinuierlichen Zuführung von flüssigem weißen Phosphor über das Rohr (1) und trockener Luft über das Rohr (2) in eine Verbrennungszone (3), die aus einer gekühlten zylindrischen Kammer gebildet wird, besteht.

[0037] Die mit einer Temperatur zwischen 600°C und 650°C aus der Verbrennungszone austretenden Verbrennungsgase werden durch das Rohr (4) in einen zylindrisch geformten Kondensator (5) mit einem kegelförmigen Abschlussteil, gekühlt durch einen Wasserfilm mit kontrollierter Flussrate, geleitet, in dem die festen P_2O_5 Teilchen in den gekühlten Gasen gebildet werden und wachsen, bis sie in der Gasmischung ausfallen und eine fein verteilte feste Masse bilden, die auf den Boden des besagten Kondensators in den Trichter fällt und die anschließend mit Hilfe eines Förderschneckenbandes (6) und eines Rohres (7) zu einem Mischer (8) befördert wird, wo sie der mechanischen Behandlung gemäß der Erfindung unterworfen wird.

[0038] Die aus dem Kondensator (5) austretenden Gase werden durch das Rohr (9) zu einem zweiten Kondensator (10), identisch mit dem Kondensator (5), geleitet, aus dem ebenfalls P_2O_5 Pulver gewonnen wird, wobei das Pulver in dieselbe Förderschnecke (6) fällt.

[0039] Die aus dem Kondensator (10) austretenden Gase, bestehend aus abgereicherter Luft, werden über das Rohr (14) in die Atmosphäre abgelassen.

[0040] Das behandelte Pulver wird über das Rohr (11) in einen Vorratsbereich (2) befördert, von dem über (13) das Verpacken erfolgt.

[0041] P_2O_5 Pulver wird vor und nach dem Mischer (8), über eine in [Fig. 1](#) nicht dargestellte Vorrichtung, ab-

gezogen, um seine Fließfähigkeit und Reaktivitätseigenschaften zu bestimmen.

[0042] Die Betriebsbedingungen zur Herstellung der P_2O_5 Pulver sind unten in der Tabelle 1 aufgeführt.

TABELLE 1

Bedingungen	Flussrate	
	Flüssiger weißer Phosphor (kg/h)	Trockene Luft (Sm^3/h)
A	180	1100
B	100	700

Mechanische Behandlung von P_2O_5 Pulvern die gemäß den Bedingungen A und B erhalten wurden:

Benutzte Vorrichtung:

[0043] Pflugscharmischer des Typs MXC 0150 mit einer Kapazität von 150 Litern, vertrieben von GERICKE

Bedingungen der mechanischen Behandlung:

- Temperatur: ungefähr $25^\circ C$
- Rührgeschwindigkeit (U/min): 300
- Beladung (kg): 80
- Leistung pro Masse P_m ($W \cdot kg^{-1}$): 56
- Rührdauer (min.): 15
- eingesetztes Gas: trockene Luft.

Ergebnisse der Behandlung:

[0044] Die Eigenschaften:

- Schüttdichte d_a ,
- Stampfdichte d_t ,
- Hausner-Faktor $Hr = d_t/d_a$ und die Reaktivität von erfindungsgemäß behandelten P_2O_5 Pulvern und unbehandelten P_2O_5 Pulvern sind in der Tabelle 2 aufgeführt. Die Eigenschaften wurden durch Ausführung der unten beschriebenen Tests bestimmt.

Stampftest:

Prinzip:

[0045] Der Hr Faktor misst die Fähigkeit von Teilchen, sich unter der Einwirkung von schwachen standardisierten Stößen verdichten zu lassen. Eine vorbestimmte Menge Pulver wird in einen Messzylinder gegeben. Die Messung besteht dann aus der Bestimmung des anfänglichen Volumens der Probe und danach des vom Pulver nach einer vorgegebenen Anzahl von Stößen eingenommenen Volumens

[0046] Der Hr Faktor wird mit einem Volumeter bestimmt.

Ausrüstung:

- Glovebox unter trockener Luft,
 - Volumeter (Vorrichtung, benutzt zum Verdichten des Pulvers gemäß den Standards ISO R787 und ASTM B522 70),
 - 250 ml rundfüßige Messzylinder,
 - Waage,
 - Trichter aus rostfreiem Stahl,
 - Sieb aus rostfreiem Stahl mit einem Durchmesser von 2 mm,
 - Schöpflöffel aus rostfreiem Stahl,
 - Spatel
- die gewaschen und in einem Ofen bei $80^\circ C$ getrocknet werden.

Verfahren:

1. Das zu analysierende Pulver wird gesiebt, um die verschiedenen Formen der Verdichtung, die aus vorherigen Verarbeitungsmaßnahmen herrühren, zu entfernen.
2. 100 g, plus oder minus 2 g, werden mit Hilfe des Trichters in einen Messzylinder gegeben. Um dem Pulver das Fließen zu erlauben, wird eine Platte aus rostfreiem Stahl regelmäßig gegen den Zylinder geklopft, wobei darauf geachtet wird, nicht die Kante des Messzylinders zu berühren. Ebenso muss darauf geachtet werden, das Pulver nicht zu verdichten und nicht zuviel davon entlang des Glases des Messzylinders abzulagern. Die Masse und das Volumen werden dann aufgezeichnet.
3. Der Messzylinder wird auf dem Volumeter platziert und 500 Stößen ausgesetzt. Dieser Vorgang wird dreimal wiederholt.

Berechnung:

Schüttdichte: Masse des in den Messzylinder eingefüllten Pulvers/anfängliches Volumen (vor dem Verdichten)

Stampfdichte: Masse des in den Messzylinder eingefüllten Pulvers/Endvolumen (nach Verdichten)

Hausner-Faktor. Hr: Stampfdichte/Schüttdichte.

Auswertung der Ergebnisse:

$Hr \leq 1,25$: sehr gute Fließfähigkeit,

$1,26 \leq Hr \leq 1,30$: gute Fließfähigkeit,

$1,31 \leq Hr \leq 1,4$: Fluss schwierig,

$Hr > 1,4$: freier Fluss so gut wie unmöglich.

Reaktivitätstest:

Prinzip:

[0047] P_2O_5 wird mit einem Phenol umgesetzt. Die Änderung der Temperatur der Mischung als Funktion der Zeit wird aufgezeichnet, und die Reaktivität wird durch Messung der Steigung der Tangente am Wendepunkt der Kurve: Temperatur = f (Zeit) bestimmt.

Anfangstemperatur des Versuchs: 25°C

Zugabe des Phenols auf einmal.

Reagenzien:

- Xylol (2,4-Dimethylphenol)
- ortho-Dichlorbenzol

Geräte:

- 1 Gleichstromrührer mit einem Geschwindigkeitsmesser, der mit einem Ankerrührwerk ausgestattet ist,
- 1 Temperaturaufzeichnungsgerät, das mit einer Eisen/Konstantan-thermoelektrischen Sonde ausgestattet ist,
- 1 Bad, regelbar auf 25°C,
- 1 Laborwaage,
- 1 Dewar-Kolben.

Verfahren:

- Die Flaschen mit den Reagenzien werden in das auf 30°C eingestellte Wärmebad gestellt,
- der Dewar-Kolben wird mit heißem Wasser ausgewaschen und mit Aceton getrocknet,
- 20 g P_2O_5 werden exakt in den gereinigten und trockenen Dewar-Kolben eingewogen,
- der Dewar-Kolben wird auf einem Gummiring platziert und der Rührer wird so eingestellt, dass der geringstmögliche Abstand zwischen dem Rührer und der Kolbenwand besteht (ungefähr 1 mm),
- es wird sichergestellt, dass der Anker des Rührwerks sich frei ohne gegen die Wand des Kolbens zu reiben, drehen kann,
- 44 cm³ ortho-Dichlorbenzol werden mit Hilfe eines Messzylinders abgemessen,
- das ortho-Dichlorbenzol wird in den Kolben gegossen, wobei dessen Wände abgespült werden,

- die Rührgeschwindigkeit wird auf 300 U/min eingestellt,
- 56,5 g Xylol werden in ein Becherglas eingewogen,
- das Thermoelement wird justiert (die Temperatur muss 25°C betragen),
- das Xylol wird in den Kolben gegossen, und das vorher kalibrierte Aufzeichnungsgerät wird angestellt: Aufzeichnungsrate auf dem Papier 6cm/min.,
- die Aufzeichnung wird angehalten, sobald die Temperatur 80°C erreicht.

Ergebnisse:

[0048] Die Tangente am Wendepunkt der Kurve der Temperatur als Funktion der Zeit wird aufgezeichnet. Ihre Steigung bestimmt die Reaktivität des P_2O_5 Pulvers in °C/min.

TABELLE 2

Versuch	Bedingungen für die Herstellung des P_2O_5 Pulvers	Mechanische Behandlung gemäß der Erfindung	Eigenschaften des Pulvers			
			Dichte (kg/m ³)		Hr	Reaktivität
			Schüttdichte (d_a)	Stampfdichte (d_t)	(d_t/d_a)	(°C/min)
1	A	nein	866	1118	1,29	4
	A	ja	1041	1272	1,22	8,5
2	B	nein	629	851	1,35	6
	B	ja	877	1087	1,24	12,5

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Phosphorpentoxidpulver (hexagonale Modifikation) mit verbesserter Fließfähigkeit, **dadurch gekennzeichnet**, dass man das Phosphorpentoxidpulver bei Umgebungstemperatur unter Trockengasatmosphäre über eine Dauer von 5 Minuten bis 30 Minuten trocken mechanisch rührt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Dauer des mechanischen Rührens zwischen 10 und 20 Minuten liegt.

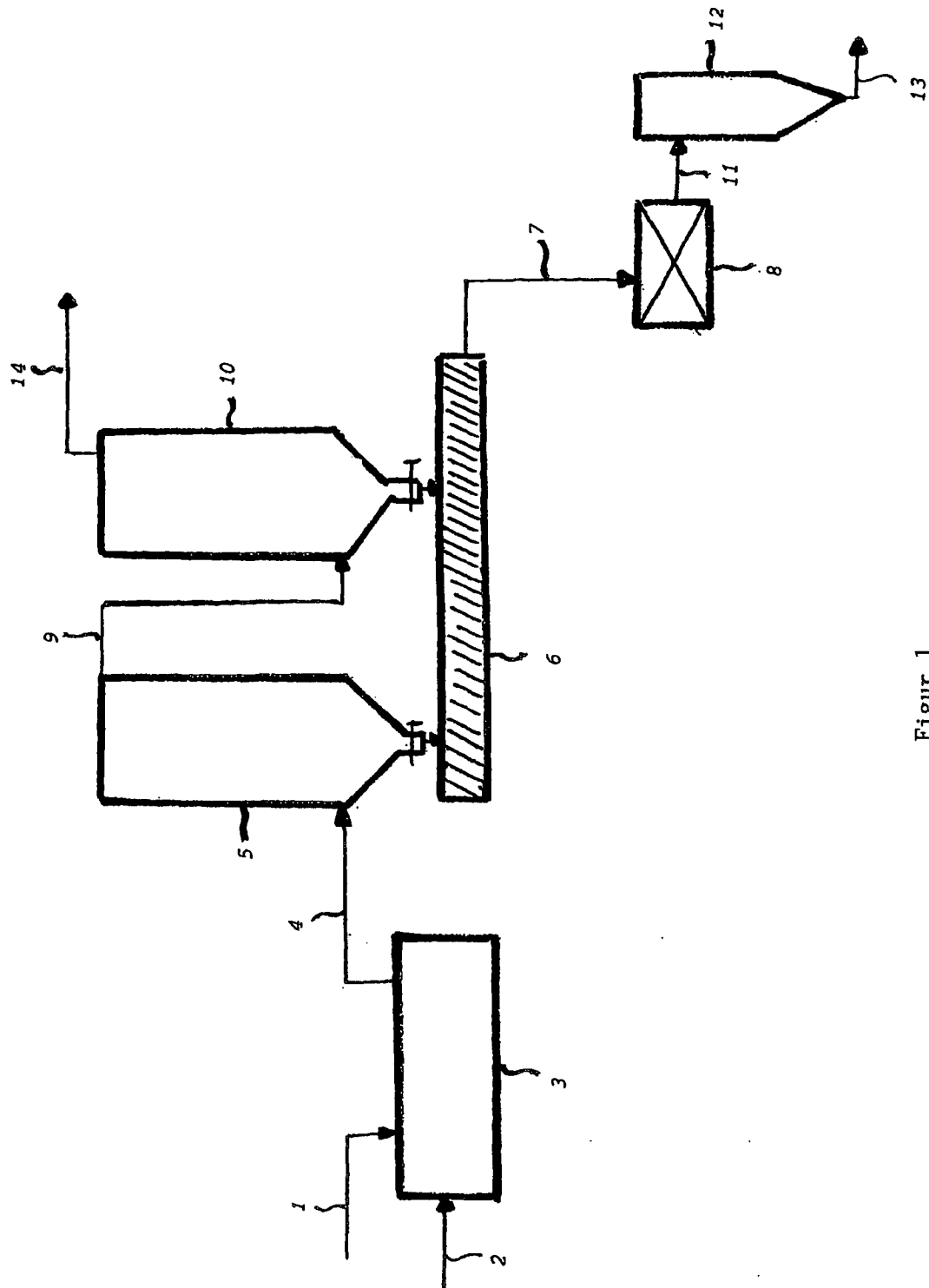
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Rührgeschwindigkeit der zur Durchführung des Verfahrens verwendeten Vorrichtung im Bereich von 100 U/min bis 350 U/min liegt.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Rührgeschwindigkeit zwischen 150 U/min und 300 U/min liegt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man bei einer Temperatur von 15 bis 30°C arbeitet.

6. Nach einem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5 erhaltenes Phosphorpentoxidpulver (hexagonale Modifikation) mit einem Hausner-Faktor (Hr), der als Verhältnis zwischen Stampfdichte d_t und Schüttdichte d_a definiert ist, kleiner gleich 1,25.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen



Figur 1