



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0019805

(51)⁷ **C01B 25/12**

(13) **B**

(21)	1-2011-01222	(22)	11.11.2009		
(86)	PCT/EP2009/064988	11.11.2009	(87)	WO2010/055056	20.05.2010
(30)	08168898.8	12.11.2008	EP		
(45)	25.09.2018	366	(43)	25.08.2011	281
(73)	STRAITMARK HOLDING AG (CH) Bundesplatz 1, CH-6300 Zug, Switzerland				
(72)	SCHIPPER, Willem, J. (NL)				
(74)	Văn phòng luật sư Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)				

(54) **QUY TRÌNH SẢN XUẤT P₄O₆ VỚI HIỆU SUẤT CAO**

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất sản phẩm phản ứng chủ yếu chứa P₄O₆ bao gồm bước cho oxy hoặc hỗn hợp của oxy và khí trơ phản ứng với phospho bằng phản ứng tỏa nhiệt trong thiết bị phản ứng. Nhiệt tạo thành từ phản ứng tỏa nhiệt được rút bớt bằng cách nạp P₄O₆ và/hoặc sản phẩm phụ của quy trình này vào thiết bị phản ứng. Sau đó, sản phẩm phản ứng được làm nguội xuống đến nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ mà hầu như không xảy ra phản ứng phân hủy sản phẩm, và ít nhất một phần P₄O₆ được tách ra khỏi sản phẩm phản ứng thu được sau bước làm nguội nhanh. Hiệu suất của P₄O₆ tính theo lượng phospho đã sử dụng được cải thiện và nhiệt của phản ứng tỏa nhiệt có thể được điều chỉnh một cách kinh tế.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất phospho (III) oxit có công thức thực nghiệm P_4O_6 , được tạo ra bởi phản ứng giữa phospho và oxy, trong đó sản phẩm phản ứng được tạo ra với hiệu suất cao và ở dạng gần như tinh khiết. Vì vậy, đây là “nguyên liệu cơ bản” tuyệt vời (thuật ngữ khi được sử dụng trong bản mô tả này luôn bao gồm việc sử dụng nó làm nguyên liệu ban đầu, nguyên liệu thô và nguyên liệu trung gian) để sản xuất các hợp chất phospho (III) hữu cơ, là nhóm hóa chất quan trọng trong công nghiệp. Thuật ngữ “ P_4O_6 ” khi được sử dụng trong bản mô tả này dự định bao gồm tất cả các công thức thường được sử dụng cho các phospho (III) oxit như P_2O_3 (phospho trioxit).

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trước đây, P_4O_6 không được sản xuất với quy mô công nghiệp, và mặc dù đã có đề xuất, nhưng nó chưa từng được sử dụng công nghiệp, ví dụ làm nguyên liệu cơ bản để sản xuất các hợp chất phospho (III) hữu cơ. Thay vì sử dụng P_4O_6 làm nguyên liệu thô, hóa chất này thường được điều chế từ phospho trichlorua (PCl_3). Tuy nhiên, việc sử dụng PCl_3 có một vài hạn chế. Nó đòi hỏi phải sử dụng lượng lớn clo để phản ứng với phospho trắng. PCl_3 chỉ chứa 22,7% khối lượng phospho, và hơn nữa, sản phẩm trung gian và sản phẩm cuối được điều chế từ PCl_3 , thường không chứa clorua. Do vậy, clo được giải phóng ở dạng sản phẩm phụ không mong muốn với lượng đáng kể, bao gồm thường là axit clohydric, được tách ra bằng các bước phức tạp và tốn kém. Trong một số trường hợp nó có thể được bán ở dạng sản phẩm phụ có giá trị thấp, nhưng việc phân hủy là cần thiết trong nhiều trường hợp.

Theo cách khác, ngoài PCl_3 , axit phosphorơ, H_3PO_3 có thể được sử dụng làm nguyên liệu cơ bản trong nhiều quy trình sản xuất, vì vậy tránh được phần nào ảnh hưởng nhược điểm liên quan đến PCl_3 . Tuy nhiên, H_3PO_3 cũng được điều chế theo cách công nghiệp từ PCl_3 , bằng cách thủy phân, vì vậy các nhược điểm liên quan đến việc có mặt của clo vẫn còn tồn tại, chỉ là ở giai đoạn khác trong dây chuyền sản xuất.

Tuy nhiên, H_3PO_3 lại có hạn chế là nó có khả năng phản ứng khác biệt đáng kể so với PCl_3 .

Việc sử dụng anhydrit tương ứng của nó, P_4O_6 , sẽ không gặp phải các nhược điểm nêu trên, cho phép sử dụng P_4O_6 làm nguyên liệu cơ bản trong phạm vi hóa học rộng hơn. Hơn nữa, hàm lượng phospho của P_4O_6 cao hơn đáng kể so với trong PCl_3 hoặc H_3PO_3 , khiến cho nó là nguồn tập trung phospho hóa trị ba nhiều nhất, và do đó P_4O_6 có thể là nguyên liệu cơ bản có giá trị và phù hợp hơn trong tổng hợp hóa học.

Các quy trình sản xuất P_4O_6 đã được mô tả thường được tiến hành bằng cách cho phospho trắng phản ứng trực tiếp với oxy với lượng theo hệ số tỷ lệ. Hỗn hợp phản ứng được tạo thành trong ngọn lửa, mà khi không làm nguội có thể có nhiệt độ lên tới 6000K ($\sim 5727^\circ\text{C}$). Đã biết rằng P_4O_6 không bền và phân hủy ở nhiệt độ trên 700K ($\sim 427^\circ\text{C}$), tạo ra các oxit phospho không mong muốn (cụ thể là hỗn hợp các oxit P(III/V) và oxit phospho có hóa trị thấp) và phospho nguyên tố. Vì vậy, đã có một vài đề xuất về cách thức làm nguội nhanh và làm nguội hỗn hợp phản ứng thu được một cách nhanh chóng và hiệu quả, nhằm tránh việc phân hủy và thu được sản phẩm có hiệu suất lớn và độ tinh khiết cao, thích hợp để làm nguyên liệu cơ bản trong sản xuất các hợp chất phospho (III) quan trọng trên quy mô công nghiệp.

Quy trình sản xuất P_4O_6 như được mô tả trong tài liệu DD 216516 A1 (Công bố ngày 12/12/1984) bao gồm các bước kết hợp các chất phản ứng, phospho đã hóa hơi và hỗn hợp oxy-khí trơ, trong vôi trộn. Phản ứng này diễn ra trong bình phản ứng tạo ra hỗn hợp các oxit phospho ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 2000K ($\sim 1727^\circ\text{C}$) đến 6000K (5727°C) phụ thuộc vào lượng khí trơ được sử dụng. Hỗn hợp phản ứng được cho đi qua bình phản ứng sau thời gian lưu rất ngắn không quá 0,005 giây. Do P_4O_6 không bền ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1500K (1227°C) đến 700K (427°C), nên hỗn hợp phản ứng này được giữ trong bình phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1600K (1327°C) đến 1200K (927°C) chỉ trong thời gian rất ngắn sau đó nhanh chóng được làm nguội xuống tới nhiệt độ thấp hơn 700K (427°C), và cuối cùng là 300K (27°C), tức là làm nguội trong ba bước để tránh việc phân hủy hỗn hợp phản ứng. Trong bước làm nguội thứ nhất, sản phẩm phản ứng nhanh chóng được làm nguội trong bình phản ứng và được lấy ra khỏi bình phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng

từ 1600K (1327°C) đến 1200K (927°C) bằng cách bổ sung một lượng khí trơ thích hợp vào bình phản ứng và tiếp tục làm nguội thành của bình phản ứng, ví dụ bằng nước. Bước làm nguội thứ nhất được thực hiện trong bình phản ứng với tốc độ từ $0,1 \cdot 10^6 \text{ Ks}^{-1}$ ($99727^\circ \text{Cs}^{-1}$) đến $10 \cdot 10^6 \text{ Ks}^{-1}$ ($999727^\circ \text{Cs}^{-1}$). Sau khi được lấy ra khỏi bình phản ứng, hỗn hợp phản ứng được làm nguội nhanh trong bước làm nguội thứ hai ngay sau bước làm nguội thứ nhất. Nhờ đó, tốc độ làm nguội nhanh tương tự khi được sử dụng trong bước làm nguội thứ nhất được áp dụng. Tốt hơn là, bằng cách bổ sung một lượng lớn khí trơ vào hỗn hợp phản ứng, để làm nguội xuống nhiệt độ bằng khoảng 700K (427°C). Cuối cùng, trong bước làm nguội thứ ba, hỗn hợp phản ứng được làm nguội gián tiếp và được ngưng tụ xuống nhiệt độ thấp hơn 300K (27°C). Trong bước làm nguội cuối cùng tùy ý bổ sung P_4O_6 lỏng hoặc hỗn hợp phản ứng dạng lỏng để tạo ra màng lỏng trên thành trong của thiết bị làm nguội để tránh làm ngưng tụ các sản phẩm phụ, gây đóng cặn và tắc nghẽn trên bề mặt bên trong của thiết bị làm nguội. Sau đó, hỗn hợp phản ứng này được tinh chế, ví dụ bằng cách chưng cất. Như được nêu trong các ví dụ 2 và 3 của đơn sáng chế này, theo đó P_4O_6 dạng lỏng hoặc hỗn hợp phản ứng dạng lỏng được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng trong bước làm nguội thứ ba, hiệu suất của P_4O_6 chỉ đạt 80,8% và 75,9% tương ứng, tính trên khối lượng của phospho đã sử dụng. Vì vậy, quy trình này thường không thích hợp để sản xuất P_4O_6 với hiệu suất mong muốn về mặt công nghiệp.

Quy trình sản xuất P_4O_6 như được mô tả trong DD 292213 A5 (Công bố ngày 25/07/1991) áp dụng nguyên lý tương tự như quy trình được nêu trong DD 216516 A1 (Công bố ngày 12/12/1984), là cho phospho thể khí phản ứng với oxy trong bình phản ứng, nhưng sử dụng các bước làm nguội cải tiến. Trước tiên, bước làm nguội gián tiếp hạ nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng thể khí xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1000K (727°C) đến 750K (477°C). Trong bước làm nguội tiếp theo, sản phẩm phản ứng được ngưng tụ bằng cách làm nguội bên ngoài bằng nước và tiếp theo bổ sung chất lỏng làm nguội là P_4O_6 dạng lỏng hoặc hỗn hợp phản ứng dạng lỏng để tạo ra màng lỏng trên bề mặt bên trong của thiết bị làm nguội, do đó sẽ tránh được quy trình ngưng tụ sản phẩm phụ, gây đóng cặn và tắc nghẽn trên bề mặt bên trong của thiết bị làm nguội. Hiệu suất của P_4O_6 tính trên lượng phospho đã sử dụng bằng khoảng 85% có nghĩa là nó không

được cải thiện đáng kể so với quy trình được mô tả trong DD 216516 A1 (Công bố ngày 12/12/1984).

DD 292637 A5 (Công bố ngày 08/08/1991) cũng mô tả quy trình sản xuất P_4O_6 bằng cách cho phospho phản ứng với oxy trong hỗn hợp với nitơ trong buồng phản ứng hình ống với mục đích là sản phẩm phản ứng thu được bằng quy trình này sẽ có hàm lượng oxit phospho không mong muốn thấp hơn. Nhằm mục đích này, buồng phản ứng phân đoạn hình ống được thiết kế đặc thù được sử dụng để trộn luồng khí. Buồng phản ứng phân đoạn này được đặt giữa buồng phản ứng hình ống và bộ phận làm nguội nhanh. Tiết diện bên trong của buồng phản ứng phân đoạn hình ống nhỏ hơn tiết diện bên trong của buồng phản ứng hình ống. Buồng phản ứng được làm nguội bên ngoài bằng nước, và sản phẩm phản ứng được lấy ra khỏi buồng phản ứng này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 2200K (1927°C) đến 1600K (1327°C) được nạp vào buồng phản ứng phân đoạn hình ống được làm nguội bên ngoài bằng không khí. Do thiết kế đặc trưng của buồng phản ứng phân đoạn hình ống nên nhiệt độ của sản phẩm phản ứng được phân bố đều khắp tiết diện của buồng phản ứng phân đoạn hình ống này trở nên đồng nhất hơn trước khi chúng đi vào bộ phận làm nguội nhanh. Sau khi hỗn hợp phản ứng được làm nguội xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1000K (727°C) đến 750K (477°C), trong bước làm nguội tiếp theo, hỗn hợp phản ứng được làm nguội bên ngoài bằng nước, và cũng được làm nguội bên trong bằng cách bổ sung P_4O_6 lỏng và/hoặc hỗn hợp phản ứng dạng lỏng, tốt hơn là trên bề mặt bên trong của thiết bị làm nguội, nhờ đó làm nguội hỗn hợp phản ứng tốt hơn là xuống nhiệt độ thấp hơn 600K (327°C). Sau đó, việc làm nguội tiếp theo được thực hiện trong bước làm nguội nhanh sau đó. Bước làm nguội nhanh này tiếp tục sử dụng P_4O_6 lỏng hoặc hỗn hợp phản ứng dạng lỏng để giảm việc đóng cặn do hình thành sản phẩm phụ trên thành trong của thiết bị làm nguội nhanh và làm nguội, nhưng một lần nữa rõ ràng là không làm cải thiện hiệu suất của P_4O_6 tính trên lượng phospho đã sử dụng. Hiệu suất này bằng khoảng 85%, có nghĩa là không cao hơn đáng kể so với hiệu suất của các quy trình được mô tả trong DD 216516 A1 (Công bố ngày 12/12/1984) và DD 292213 A5 (Công bố ngày 25/07/1991).

Hiệu suất bằng 85% hoặc ít hơn có nghĩa là sản phẩm phản ứng chứa lượng lớn sản phẩm phụ không mong muốn khác gồm các oxit khác nhau của phospho và lượng

đáng kể phospho nguyên tố cần phải phân tách và loại bỏ. Có thể tách sản phẩm phụ ra khỏi luồng sản phẩm bằng các kỹ thuật đã biết thông thường, nhưng giá trị công nghiệp của các chất rắn này rất hạn chế. Ứng dụng chúng trong ngành hóa học có liên quan, như cung cấp nguyên liệu để thủy phân hoặc rượu phân, sẽ tạo ra hỗn hợp gồm các dẫn xuất trên cơ sở P(III)- và P(V)- có một vài nhược điểm về mặt công nghiệp so với các dẫn xuất tương tự được điều chế từ oxit P(III) hoặc oxit P(V) tinh khiết.

Đồng thời, phần được cấu thành từ oxit phospho có hóa trị thấp được coi là không phản ứng dưới các điều kiện phản ứng thông thường trong ngành hóa học có liên quan. Ví dụ trong thủy phân và rượu phân, chỉ có hỗn hợp các oxit P(III/V) được xem là có phản ứng. Oxit hóa trị thấp trơ dưới các điều kiện áp dụng, và còn tồn lại dưới dạng huyền phù trong sản phẩm cuối. Vì vậy, cần phải tách chúng ra và loại bỏ, làm giảm hiệu suất (tính trên lượng phospho). Việc xuất hiện sản phẩm phụ không mong muốn với lượng đáng kể được xem là gây ảnh hưởng nhược điểm về mặt kinh tế đối với các quy trình sản xuất P_4O_6 đã biết, do luồng sản phẩm bị tổn hao tới 20% phospho là sản phẩm ít hoặc không có giá trị công nghiệp.

Ngoài ra, các quy trình sản xuất P_4O_6 đã biết không tạo ra sản phẩm thích hợp để sử dụng làm nguyên liệu cơ bản trong sản xuất hợp chất phospho (III) hữu cơ trên quy mô công nghiệp, do P_4O_6 thu được với lượng không thích hợp, so với hàm lượng phospho nguyên tố (P_4) của nó được hòa tan trong P_4O_6 . P_4O_6 là thể lỏng ở nhiệt độ cao hơn một chút so với nhiệt độ trong phòng, và khi được điều chế theo các quy trình đã biết nó chứa phospho nguyên tố với hàm lượng lên tới độ hòa tan tối đa của nó trong P_4O_6 . Hàm lượng của phospho nguyên tố này có thể lên tới 10% như đã được nêu trong DD 116457 A1 (Công bố ngày 20/11/1975) và DD 216465 A1 (Công bố ngày 12/12/1984). DE 1172 241 B (Công bố ngày 18/06/1964) mô tả quy trình sản xuất P_4O_6 với hàm lượng phospho nằm trong khoảng từ 1% đến 10%, nhưng hiệu suất của P_4O_6 là rất thấp. Đặc biệt, phospho là tạp chất rất khó loại bỏ bằng cách chưng cất do nó có nhiệt độ sôi và áp suất hơi tương đối gần với nhiệt độ sôi và áp suất hơi của P_4O_6 . Trong khi các quy trình sản xuất P_4O_6 trong lĩnh vực kỹ thuật này đề xuất các phương pháp khác nhau để thu được phospho oxit có trạng thái oxy hóa mong muốn bằng +3 đồng thời hạn chế việc tạo ra các oxit có trạng thái oxy hóa khác, thì phương

pháp làm giảm hàm lượng phospho nguyên tố trong sản phẩm phản ứng vẫn chưa được biết đến.

Do đó, phospho nguyên tố tất yếu được giữ lại trong P_4O_6 khi nó được sử dụng làm nguyên liệu cơ bản trong ngành hóa học có liên quan. Điều này là một nhược điểm lớn đặc biệt là khi phản ứng diễn ra trong môi trường nước hoặc môi trường phân cực. Điều này dẫn đến việc tạo ra phospho ở dạng nhũ tương hoặc huyền phù, do P_4 có độ hòa tan thấp trong môi trường phân cực. Việc xuất hiện dạng nhũ tương hoặc huyền phù này cần phải có bước phân tách, do P_4 độc và dễ cháy và do đó, đòi hỏi chi phí lớn để đảm bảo độ an toàn, loại bỏ và phân hủy chúng. Sự có mặt của phospho nguyên tố làm suy giảm nghiêm trọng tiềm năng ứng dụng kinh tế của P_4O_6 .

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vì vậy, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất P_4O_6 khắc phục được các nhược điểm của các quy trình đã biết, có nghĩa là cho phép tổng hợp P_4O_6 với hiệu suất cao hơn, và giảm hoặc loại bỏ lượng sản phẩm phụ xuất hiện trong các quy trình đã biết này.

Một mục đích nữa của sáng chế là thu được P_4O_6 bằng phản ứng giữa phospho và oxy, có độ tinh khiết cao và hầu như không chứa sản phẩm phụ như hỗn hợp của các oxit P(III/V), oxit phospho có hóa trị thấp và phospho nguyên tố, Vì vậy, có các đặc tính vượt trội khi được sử dụng làm nguyên liệu cơ bản trong các phản ứng hóa học khác, đặc biệt là khi được sử dụng để sản xuất hợp chất phospho (III) hữu cơ. Một mục đích nữa của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất P_4O_6 với chất lượng cao.

Các mục đích này của sáng chế đạt được bằng quy trình sản xuất sản phẩm phản ứng chứa chủ yếu P_4O_6 bằng cách cho oxy, hoặc hỗn hợp gồm oxy và khí trơ, phản ứng với phospho thể khí hoặc thể lỏng bằng phản ứng tỏa nhiệt trong thiết bị phản ứng giữ được nhiệt độ trung bình trong thiết bị phản ứng này thích hợp để tạo ra sản phẩm phản ứng, bằng cách rút bớt nhiệt tạo thành bởi phản ứng tỏa nhiệt bằng cách bổ sung P_4O_6 và/hoặc sản phẩm phụ thu được từ các phản ứng trước đó hoặc từ quy trình đang vận hành trong thiết bị phản ứng, sau đó làm nguội nhanh sản phẩm phản ứng tạo thành trong một hoặc nhiều bộ phận làm nguội nhanh xuống nhiệt độ

thấp hơn không làm phân hủy sản phẩm phản ứng, và tách ra ít nhất một phần P_4O_6 ra khỏi sản phẩm phản ứng tạo thành sau khi làm nguội nhanh.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình sản xuất sản phẩm phản ứng chứa chủ yếu P_4O_6 được thực hiện như sau. Đầu tiên, cho oxy, hoặc hỗn hợp của oxy với khí trơ, như nitơ, phản ứng với phospho thể khí hoặc thể lỏng với lượng hệ số tỷ lệ để tạo thành P_4O_6 trong thiết bị phản ứng để tạo ra sản phẩm phản ứng trong thiết bị phản ứng này. Nhiệt tạo thành bởi phản ứng tỏa nhiệt giữa phospho và oxy trong thiết bị phản ứng được rút bớt để giữ cho phản ứng trong thiết bị phản ứng diễn ra ở nhiệt độ trung bình dưới 2200K (1297°C) và trên 1500K (1227°C), thường là nhiệt độ thích hợp để tạo ra sản phẩm phản ứng. Việc rút bớt nhiệt tạo thành bằng cách bổ sung P_4O_6 hoặc sản phẩm phụ thu được từ các phản ứng tạo ra sản phẩm phản ứng trước đó hoặc tái tuần hoàn từ quy trình này, và/hoặc bổ sung hỗn hợp gồm P_4O_6 và các sản phẩm phụ này, vào trong thiết bị phản ứng. Lượng thích hợp P_4O_6 và sản phẩm phụ cần được nạp vào thiết bị phản ứng để kiểm soát việc làm nguội nhanh sản phẩm phản ứng trong thiết bị phản ứng có thể xác định dễ dàng bởi chuyên gia trong lĩnh vực này và phụ thuộc, ví dụ, vào các thông số của quy trình và thiết bị phản ứng. Các sản phẩm phụ này thường chứa hỗn hợp của các oxit P^{3+} và P^{5+} , cũng như các oxit khác có trạng thái oxy hóa của phospho thấp hơn +3. Tốt hơn là, việc bổ sung các sản phẩm này được thực hiện bằng cách tái tuần hoàn các nguyên liệu thu được từ quy trình đang vận hành, và/hoặc trong quy trình được thực hiện trước đó, sau khi làm nguội nhanh, ví dụ bổ sung P_4O_6 được tách ra từ sản phẩm phụ và/hoặc phần còn lại tạo thành chứa sản phẩm phụ sau khi tách P_4O_6 .

Quy trình này được thực hiện sau khi làm nguội nhanh sản phẩm phản ứng trong một hoặc nhiều bộ phận làm nguội nhanh xuống nhiệt độ thấp hơn để hầu như không làm phân hủy sản phẩm phản ứng.

Lượng chất phản ứng phospho và oxy được điều chỉnh để gần hoặc gần như tương ứng với lượng hệ số tỷ lệ lý thuyết của P_4O_6 , có nghĩa là tỷ lệ mol của phospho (P_4) và oxy (O_2) thường nằm trong khoảng từ 1:2,7 đến 1:3,3. P_4O_6 và các sản

phẩm phụ chứa chủ yếu là hỗn hợp của oxit P(III/V) có số oxy hóa cao hơn và oxit phospho có hóa trị thấp, hoặc hỗn hợp của P_4O_6 và các sản phẩm phụ này, để bổ sung làm chất lỏng làm nguội vào thiết bị phản ứng, thường thu được từ thử nghiệm trước đó của quy trình và/hoặc từ quy trình đang vận hành, Vì vậy, sản phẩm phụ không mong muốn được tái tuần hoàn, và được coi là có tỷ lệ mol giữa P_4 và O_2 tương đương.

Tốt hơn là, thiết bị phản ứng được làm nguội để giữ cho nhiệt độ trung bình của sản phẩm phản ứng trong thiết bị phản ứng nằm trong khoảng từ 1600K (1327°C) đến 2000K (1727°C), Tốt hơn là, nằm trong khoảng từ 1650K (1377°C) đến 1850K (1577°C).

Sau đó, sản phẩm phản ứng được chuyển từ thiết bị phản ứng đến một hoặc nhiều bộ phận làm nguội nhanh nơi nó được làm lạnh nhanh, Tốt hơn là, trong một bước, xuống nhiệt độ hầu như không làm phân hủy P_4O_6 . Thông thường nhiệt độ này thấp hơn 700K (427°C). Bước làm nguội nhanh có thể được thực hiện bằng cách cho sản phẩm phản ứng đi qua thiết bị làm nguội nhanh, Vì vậy, tạo ra bước làm nguội nhanh bên trong và/hoặc bên ngoài. Tốt hơn là, bước này được thực hiện bằng cách bổ sung sản phẩm phản ứng, Tốt hơn là, ở dạng lỏng đã được làm nguội nhanh, Tốt hơn là, được điều chế bằng quy trình tương tự, và/hoặc bổ sung nhiều hoặc ít sản phẩm cuối P_4O_6 thể lỏng đã tinh chế làm chất lỏng làm nguội vào sản phẩm phản ứng. Tùy ý, trong bước làm nguội nhanh này, hoặc trong bước làm nguội riêng biệt sau khi làm nguội nhanh, sản phẩm được làm nguội nhanh xuống nhiệt độ có thể dễ dàng thực hiện và/hoặc tiến hành ngưng tụ sản phẩm phản ứng, có nghĩa là thấp hơn nhiệt độ sôi của P_4O_6 , Tốt hơn là, thấp hơn 350K (77°C).

Theo một phương án ưu tiên, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất sản phẩm phản ứng chứa chủ yếu P_4O_6 bằng cách cho oxy, hoặc hỗn hợp của oxy và khí trơ, phản ứng với phospho thể khí hoặc thể lỏng với tỷ lệ mol giữa phospho (P_4) và oxy (O_2) nằm trong khoảng từ 1:2,7 đến 1:3,3 bằng phản ứng tỏa nhiệt trong thiết bị phản ứng đồng thời duy trì nhiệt độ trung bình nằm trong khoảng từ 1500K (1227°C) đến 2200K (19727°C) trong thiết bị phản ứng này là thích hợp để tạo ra sản phẩm phản ứng, bằng cách rút bớt nhiệt tạo thành bởi phản ứng tỏa nhiệt bằng cách nạp P_4O_6

và/hoặc sản phẩm phụ thu được từ phản ứng trước đó hoặc từ quy trình đang vận hành vào trong thiết bị phản ứng, nơi mà thời gian lưu của sản phẩm phản ứng trong thiết bị phản ứng ít nhất bằng 0,5 giây, sau đó làm nguội nhanh sản phẩm phản ứng được tạo ra trong một hoặc nhiều bộ phận làm nguội nhanh xuống nhiệt độ thấp hơn 700K (427°C) để hầu như không làm phân hủy sản phẩm phản ứng, và tách ra ít nhất một phần P_4O_6 từ sản phẩm phản ứng thu được sau khi làm nguội nhanh.

Ngoài ra, để sử dụng tiếp sản phẩm phản ứng làm nguyên liệu cơ bản để điều chế hóa chất phospho (III) hữu cơ, và để tái sử dụng sản phẩm phụ trong thiết bị phản ứng, sẽ thích hợp nếu tinh chế sản phẩm phản ứng đã làm nguội và ngưng tụ, ví dụ bằng cách chưng cất, để tách P_4O_6 ra khỏi sản phẩm phụ dạng rắn có nhiệt độ sôi cao hơn. Tốt hơn nếu sản phẩm chưng cất đã tinh chế chứa P_4O_6 với lượng ít nhất bằng 96%, Tốt hơn là, ít nhất bằng 97%, và còn tốt hơn nữa nếu chứa 99% khối lượng hoặc hơn.

Sau khi làm nguội nhanh, ít nhất một phần P_4O_6 được tách ra khỏi sản phẩm phản ứng thu được sau khi làm nguội nhanh bằng phương pháp bất kỳ đã biết trong lĩnh vực này để tách chất lỏng ra khỏi hỗn hợp chứa sản phẩm rắn, Tốt hơn là, bằng cách chưng cất. Phần sản phẩm phụ còn lại, một phần là dạng rắn ở nhiệt độ trong phòng, vì vậy phần dư này cũng được gọi là “chất rắn”, chứa chủ yếu các oxit P(III/V) dạng rắn và các oxit hóa trị thấp của phospho thu được bằng bước phân tách này, hoặc phần cất của chúng chứa sản phẩm phụ dạng rắn cũng như ít hoặc nhiều phần cất P_4O_6 , được nạp vào thiết bị phản ứng nơi chúng được hóa hơi và phân hủy dưới tác động của nhiệt tạo ra trong thiết bị phản ứng bằng phản ứng của các chất phản ứng mới được định lượng, và tiến hành phản ứng lần nữa, Vì vậy cải thiện được hiệu suất của quy trình.

Một thuận lợi nữa là sản phẩm phụ được nạp trở lại vùng phản ứng để rút bớt ít nhất một phần nhiệt tạo thành bởi phản ứng tỏa nhiệt giữa phospho và oxy. Việc hóa hơi hoặc thăng hoa và phân hủy sản phẩm phụ bởi nhiệt tạo thành trong thiết bị phản ứng tạo được hiệu quả làm nguội đáng kể trên bề mặt của thiết bị phản ứng. Do bản chất tỏa nhiệt của quy trình dựa trên phản ứng giữa oxy và phospho mới được định lượng, nên cần làm nguội quy trình để giữ cho nó ở nhiệt độ vận hành mong muốn.

Khối lượng của luồng sản phẩm phụ có thể được điều chỉnh và thường là đủ để giảm bớt sự cần thiết phải thực hiện thêm bước làm nguội bên ngoài và/hoặc bên trong, khiến cho thiết bị đỡ phức tạp và đỡ tốn kém hơn.

Luồng chất rắn được nạp vào thiết bị phản ứng chứa toàn bộ sản phẩm phụ dạng rắn không mong muốn thu được từ các công đoạn tiếp sau của quy trình, hoặc chứa hỗn hợp, ví dụ dạng huyền phù đặc, của chất rắn không mong muốn và lượng P_4O_6 này. Do việc tạo thành huyền phù đặc này mà P_4O_6 thường không được loại bỏ hoàn toàn ra khỏi chất rắn chứa trong hỗn hợp phản ứng sau khi làm nguội nhanh, và phần còn lại được nạp trở lại bình phản ứng là hỗn hợp/huyền phù đặc của sản phẩm phụ dạng rắn được phân bố trong sản phẩm P_4O_6 dạng lỏng. Phương án ưu tiên này cũng loại trừ việc cần thiết phải tách hoàn toàn các chất rắn thành luồng sản phẩm phụ khỏi sản phẩm đã được làm nguội nhanh. Thay vào đó chỉ cần làm đặc thích hợp, có thể được thực hiện bằng các phương pháp mà chuyên gia trong lĩnh vực này đã biết.

Việc sử dụng lượng P_4O_6 cùng với sản phẩm phụ dạng rắn trong hỗn hợp còn có thuận lợi là thành phần rắn của sản phẩm phụ được xử lý để có thể dễ dàng được sử dụng lại trong phản ứng, cho phép định lượng các chất rắn trong bình phản ứng dễ dàng hơn so với việc định lượng chỉ riêng chất rắn, nhưng mục đích quan trọng hơn là tiến hành việc làm nguội trên bề mặt bên trong của thiết bị phản ứng. Tốt hơn là, với lượng đủ để giữ cho các chất này trong thiết bị phản ứng ở nhiệt độ vận hành mong muốn, Tốt hơn là, không cần thêm bất kỳ bước làm nguội nhanh bên ngoài và/hoặc bên trong. Tuy nhiên, bước làm nguội hoặc gia nhiệt bổ sung có thể được thực hiện bằng phương pháp khác nếu cần.

Để đáp ứng yêu cầu làm nguội của thiết bị phản ứng, dù ít hay nhiều và để đạt tới nhiệt độ vận hành và giữ được nhiệt độ này trong thiết bị phản ứng, Tốt hơn là, không cần phải có bước làm nguội bên ngoài và/hoặc bên trong. Theo một phương án ưu tiên khác của quy trình, khối lượng của luồng chứa phần dư của sản phẩm phụ đã tái tuần hoàn trong thiết bị phản ứng, ví dụ ở dạng huyền phù đặc này, còn được điều chỉnh, Tốt hơn là, bằng cách bổ sung một lượng có kiểm soát P_4O_6 tinh khiết hoặc không tinh khiết (chứa, ví dụ, tạp chất có nhiệt độ sôi cao hơn của quy trình) vào hỗn hợp này. Theo một cách khác, hoặc ngoài ra, một luồng chất riêng biệt, ví dụ P_4O_6 tinh

khuyết hoặc không tinh khiết bổ sung, có thể được nạp vào thiết bị phản ứng để tạo được hiệu quả làm nguội bổ sung.

Theo một phương án ưu tiên khác của quy trình theo sáng chế, sản phẩm phụ dạng rắn, hoặc hỗn hợp chứa sản phẩm phụ dạng rắn và P_4O_6 tạo thành dạng huyền phù đặc, được nạp trở lại vào thiết bị phản ứng bằng luồng sản phẩm P_4O_6 dạng lỏng, nơi mà luồng sản phẩm cung cấp đầy đủ nhu cầu làm nguội của thiết bị phản ứng bằng cách kiểm soát lượng, nhiệt độ và thành phần của luồng sản phẩm này, Vì vậy hoàn toàn không cần phải làm nguội bên trong và/hoặc bên ngoài bằng cách khác. Khối lượng của luồng sản phẩm, nhiệt độ nạp của nó và hàm lượng P_4O_6 trong luồng sản phẩm có thể được điều chỉnh để đáp ứng được các điều kiện làm nguội chính xác của thiết bị phản ứng. Tốt hơn nếu điều chỉnh tác dụng làm nguội bằng cách định lượng lượng P_4O_6 được bổ sung vào luồng này được thực hiện bằng cách định lượng trực tiếp trong thiết bị phản ứng, và/hoặc bằng cách bổ sung nó vào huyền phù đặc của sản phẩm phụ dạng rắn.

Ngược lại, tốt hơn nếu dư lượng sản phẩm phụ (cụ thể là ở dạng huyền phù đặc) và tùy ý cùng với một lượng bổ sung P_4O_6 tinh khiết hoặc không tinh khiết được bổ sung vào thiết bị phản ứng cùng với luồng chất phản ứng phospho và oxy mới được định lượng, tùy ý với khí trơ, dư lượng này cũng được nạp vào thiết bị phản ứng qua đầu vào riêng biệt. Oxy, hoặc hỗn hợp của oxy và khí trơ, như nitơ, phospho thể khí hoặc thể lỏng, và luồng chứa dư lượng sản phẩm phụ này của quy trình và tùy ý P_4O_6 bổ sung, được cho đi qua thiết bị phản ứng nơi chúng được kết hợp, phospho và oxy phản ứng ngay lập tức với nhau bằng phản ứng tỏa nhiệt mạnh tạo ra sản phẩm phản ứng.

P_4O_6 tạo thành được tách ra khỏi sản phẩm phản ứng sau khi được làm nguội nhanh với hiệu suất cao tính trên lượng phospho đã sử dụng, và có độ tinh khiết rất cao khiến cho nó có giá trị khi sử dụng làm nguyên liệu cơ bản để tạo ra hợp chất phospho (III) hữu cơ.

Bất ngờ là, mặc dù dư lượng sản phẩm phụ được tách ra khỏi thành phần lỏng của sản phẩm phản ứng sau khi làm nguội nhanh chứa hỗn hợp gồm nhiều hợp chất

khác nhau, nhưng tổng hệ số tỷ lượng của hỗn hợp này bằng, hoặc gần với, tỷ lệ O:P cần để sản xuất P_4O_6 . Vì vậy các tác giả sáng chế đã bất ngờ phát hiện ra rằng các hợp chất cấu thành, chủ yếu là oxit phospho có hóa trị thấp và hỗn hợp các oxit P(III/V), khi được bổ sung vào thiết bị phản ứng sẽ phân hủy thành hỗn hợp hầu như giống với hỗn hợp phản ứng thu được chỉ bằng cách sử dụng phospho và oxy (hoặc tùy ý hỗn hợp của oxy và nitơ), với tỷ lệ hệ số tỷ lượng yêu cầu để tạo ra P_4O_6 .

Một mục đích khác của sáng chế là đề xuất P_4O_6 thu được bằng phản ứng giữa phospho và oxy có độ tinh khiết cao hầu như không chứa phospho nguyên tố và các phospho oxit không mong muốn. Vì vậy nó có đặc tính tuyệt vời khi được sử dụng làm nguyên liệu cơ bản trong các phản ứng hóa học khác, đặc biệt là khi được sử dụng để sản xuất hợp chất phospho (III) hữu cơ.

Mục đích này còn bất ngờ đạt được bằng một phương án ưu tiên của quy trình theo sáng chế, trong đó hỗn hợp phản ứng được giữ với thời gian lưu ít nhất bằng 0,5 giây trong thiết bị phản ứng, và tốt hơn là, khi nhiệt độ của thiết bị phản ứng được giữ trong khoảng từ 1600K (1327°C) đến 2000K (1727°C). Để đạt hiệu quả hơn, các điều kiện ưu tiên này đảm bảo cho việc hóa hơi, thăng hoa và phân hủy hoàn toàn hỗn hợp chứa P_4O_6 dạng rắn để được đưa trở lại thiết bị phản ứng. Thời gian lưu bằng khoảng 1 giây là hữu hiệu để giảm hàm lượng của phospho nguyên tố trong sản phẩm cuối ít hơn 1% khối lượng. Khi thời gian lưu bằng 1 giây hoặc hơn, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 8 giây, được áp dụng, thì hàm lượng phospho nguyên tố trong hỗn hợp phản ứng sẽ rất thấp và hiệu suất của P_4O_6 đạt được giá trị tối ưu. Phospho nguyên tố còn lại trong sản phẩm cuối này với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 0,5% khối lượng hoặc ít hơn. Ngoài ra, thời gian lưu này còn có thuận lợi nữa là toàn bộ nguyên liệu đã tái tuần hoàn được định lượng được nạp vào thiết bị phản ứng được chuyển thành dạng khí hoặc hơi và được phân hủy hoàn toàn. Khi chọn thời gian lưu nhiều hơn 8 giây, tốt hơn là lên tới 30 giây thì hàm lượng phospho nguyên tố trong sản phẩm cuối chỉ bằng 0,5% hoặc ít hơn, tốt hơn là ít hơn 0,25% khối lượng, và hiệu suất của P_4O_6 là rất cao. Khi thời gian lưu lớn hơn 40, đặc biệt, khi lớn hơn 60 giây, không thấy có cải thiện đáng kể thành phần trong bình phản ứng, lại có ảnh hưởng đến hiệu suất và hàm lượng phospho nguyên tố trong sản phẩm cuối. Trong quy trình này, thời gian lưu được nêu

trong bản mô tả này kết hợp với nhiệt độ trung bình đặc trưng nằm trong khoảng từ 1600K (1327°C) đến 2000K (1727°C) được sử dụng đồng thời.

Thời gian lưu cho biết tốc độ di chuyển của sản phẩm phản ứng qua thể tích của thiết bị phản ứng và cho biết thời gian trung bình mà sản phẩm phản ứng nằm trong thiết bị phản ứng. Thông thường, thời gian lưu được xác định bằng thương số của thể tích bình phản ứng chia cho lưu lượng thể tích. Điều này có nghĩa là thời gian lưu có thể được điều chỉnh bằng cách điều chỉnh lưu lượng thể tích của sản phẩm phản ứng liên quan đến thể tích sử dụng của thiết bị phản ứng. Lưu lượng thể tích được xác định là thể tích sản phẩm phản ứng đi qua một thiết bị thể tích bình phản ứng trong một thiết bị thời gian.

Khi sử dụng nhiệt độ trung bình nằm trong khoảng từ 1650K (1377°C) đến 1850K (1577°C) kết hợp với thời gian lưu nêu trên và tiến hành việc phân tách và tái tuần hoàn sản phẩm phụ chứa phospho không mong muốn để quay trở lại bình phản ứng, thu được sản phẩm phản ứng với hiệu suất và độ tinh khiết rất cao.

Sau bước tinh chế, tốt hơn nếu sản phẩm phản ứng chứa hơn 97%, tốt hơn nữa là nhiều hơn 99%, tốt nhất là chứa ít nhất 99,5% khối lượng P_4O_6 tính trên tổng khối lượng, và thường có hàm lượng phospho nguyên tố tối đa ít hơn 3,0%, tốt hơn là ít hơn 1,0%, tốt nhất là bằng 0,5% khối lượng hoặc ít hơn. Dưới các điều kiện tối ưu của quy trình như được mô tả trong bản mô tả này, hàm lượng phospho nguyên tố bằng khoảng 0,25% khối lượng hoặc ít hơn. Hàm lượng phospho nguyên tố được xác định bằng ^{31}P NMR. Sản phẩm cuối có độ tinh khiết rất cao khiến cho nó có giá trị khi làm nguyên liệu cơ bản để tổng hợp hợp chất phospho (III) hữu cơ.

Tổ hợp thiết bị phản ứng thích hợp để thực hiện quy trình theo sáng chế để sản xuất P_4O_6 bằng phản ứng giữa phospho và oxy bao gồm thiết bị phản ứng nơi mà chất phản ứng và luồng hoặc các luồng sản phẩm tái tuần hoàn được kết hợp và phản ứng với nhau trong vùng phản ứng. Nó còn bao gồm bộ phận làm nguội nhanh nối với một hoặc nhiều đầu ra của thiết bị phản ứng này, để tách ít nhất một phần P_4O_6 ở dạng tinh khiết ra khỏi phần còn lại của sản phẩm phụ dạng rắn, và để nạp phần còn lại và/hoặc P_4O_6 vào thiết bị phản ứng. Phía sau gồm một hoặc nhiều bộ phận làm nguội có thể

được sắp xếp để làm nguội hoàn toàn sản phẩm phản ứng. Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, thể tích của thiết bị phản ứng được thiết kế để đảm bảo thời gian lưu tương ứng với lưu lượng thể tích dự kiến của sản phẩm phản ứng. Mặc dù thường là không cần thiết, nhưng thiết bị phản ứng này còn có thể bao gồm thiết bị để làm nguội thiết bị phản ứng từ bên ngoài và/hoặc từ bên trong để rút bớt năng lượng được tạo ra bởi quy trình phản ứng và duy trì nhiệt độ yêu cầu. Thiết bị phản ứng có hình dạng thích hợp bất kỳ như bình hoặc buồng hình trụ hoặc các dạng thích hợp khác. Thiết bị phản ứng còn bao gồm thiết bị để đưa chất phản ứng tham gia vào quy trình và đưa luồng sản phẩm phụ tái tuần hoàn riêng biệt hoặc cùng nhau trong vùng phản ứng của thiết bị phản ứng, các thiết bị này có thể có hình ống hoặc ống tuýp cho phép định lượng trực tiếp hoặc gián tiếp chất phản ứng và/hoặc luồng sản phẩm phụ qua các đầu ra được sắp xếp tương ứng. Khi chất phản ứng phospho và oxy được kết hợp hoặc được cho tiếp xúc với nhau trong vùng phản ứng, thì chúng tự động phản ứng với nhau. Phản ứng này có thể được thực hiện, ví dụ, bằng cách kết hợp các đường dẫn của các chất phản ứng trong lỗ của vòi. Việc định lượng luồng tái tuần hoàn, và luồng kiểm soát nhiệt độ của P_4O_6 đã tinh chế hoặc chưa tinh chế có thể được thực hiện cùng nhau cùng với chất phản ứng mới, hoặc riêng biệt. Thiết bị phản ứng còn bao gồm ít nhất một đầu ra qua đó sản phẩm phản ứng dạng hơi được chuyển vào bộ phận làm nguội nhanh. Tất cả các chi tiết và thiết bị đều được chế tạo từ vật liệu thích hợp để thực hiện quy trình.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phần ví dụ dưới đây minh họa phương án ưu tiên của quy trình theo sáng chế, chứ không nhằm mục đích giới hạn phạm vi của sáng chế.

Một luồng phospho trắng (P_4) được bổ sung liên tục với lượng 3,99 mol mỗi giờ vào máy bay hơi và được hóa hơi ở nhiệt độ 770K (497°C) ở áp suất khí quyển. Luồng khí tiếp theo được nạp vào buồng của bình phản ứng dung tích 7800ml. Một luồng liên tục khí oxy, với lượng 12,0 mol mỗi giờ (tính theo O_2) được đưa vào bình phản ứng trên. Qua cửa riêng biệt trên đỉnh của bình phản ứng, một dòng huyền phù đặc với lưu lượng 1105g/h, thu được từ thử nghiệm trước, được định lượng trong bình phản ứng. Huyền phù đặc này chứa 24% khối lượng oxit P có số oxy hóa cao hơn dạng rắn và

oxit hóa trị thấp, 1% P_4 và 75% P_4O_6 . Huyền phù đặc này được duy trì ở nhiệt độ 303 K (30°C) trước khi định lượng. Các thông số phản ứng này tương ứng với thời gian lưu là 11 giây trong bình phản ứng. Buồng phản ứng đạt tới nhiệt độ bằng 1780K (1507°C) mà không cần làm nguội bên ngoài. Sản phẩm phản ứng được lấy ra khỏi buồng phản ứng ở đầu ra của nó sau đó được cho tiếp xúc với luồng sản phẩm phản ứng dạng lỏng, đã ngưng tụ thu được trước đó có lưu lượng 50 l/h, thu được từ thử nghiệm trước dưới các thông số tương tự, tuần hoàn ở nhiệt độ 317K (44°C). Sản phẩm phản ứng được ngưng tụ và được làm nguội xuống nhiệt độ của chất lỏng tái tuần hoàn được giữ ở nhiệt độ hầu như không đổi bằng cách làm nguội bên ngoài. Thử nghiệm được tạm dừng sau 60 phút.

Sản phẩm phản ứng được tiến hành chưng cất đơn giản để tách nó ra khỏi tạp chất có nhiệt độ sôi cao. Sau khi ngưng tụ, 875g sản phẩm phản ứng mới được tạo ra, có nghĩa là lượng này không bao gồm nguyên liệu được bổ sung làm chất lỏng làm nguội trong bình phản ứng hoặc để làm nguội nhanh. ^{31}P NMR đã chứng tỏ rằng nguyên liệu chứa 99,6% khối lượng là P_4O_6 , 0,1% khối lượng P_4 và 0,3% khối lượng của hỗn hợp gồm các oxit P_4O_7 , P_4O_8 , P_4O_9 , có số oxy hóa cao hơn cũng như P_4O_{10} . Hiệu suất của P_4O_6 bằng 99,2% tính trên lượng P_4 đã sử dụng là giá trị vượt trội, và hàm lượng của phospho nguyên tố là cực thấp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất sản phẩm phản ứng chủ yếu chứa P_4O_6 , bao gồm bước cho oxy, hoặc hỗn hợp của oxy và khí trơ, phản ứng với phospho thể khí hoặc thể lỏng bằng phản ứng tỏa nhiệt trong thiết bị phản ứng, trong khi vẫn duy trì nhiệt độ trung bình nằm trong khoảng từ 1500K (1227°C) đến 2200K (1927°C) trong thiết bị phản ứng này để tạo ra sản phẩm phản ứng, bước rút bớt nhiệt tạo thành từ phản ứng tỏa nhiệt nêu trên bằng cách bổ sung P_4O_6 và/hoặc sản phẩm phụ thu được từ các phản ứng trước đó hoặc từ quy trình đang vận hành trong thiết bị phản ứng; bước làm nguội nhanh sản phẩm phản ứng tạo thành trong một hoặc nhiều bộ phận làm nguội nhanh xuống đến nhiệt độ thấp hơn 700K (427°C), là nhiệt độ hầu như không xảy ra phản ứng phân hủy sản phẩm, và bước tách ít nhất một phần P_4O_6 ra khỏi sản phẩm phản ứng thu được sau khi làm nguội nhanh.
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó dòng sản phẩm phụ chỉ chứa phần dư còn lại thu được bằng cách tách ít nhất một phần P_4O_6 ra khỏi sản phẩm phản ứng sau khi làm nguội nhanh, hoặc phần cất của chúng, được nạp vào thiết bị phản ứng, nhờ đó rút bớt nhiệt tạo thành từ phản ứng tỏa nhiệt.
3. Quy trình theo điểm 2, trong đó bước làm nguội nhanh sản phẩm phản ứng trong thiết bị phản ứng được thực hiện bằng cách điều chỉnh bước nạp dòng P_4O_6 vào dòng sản phẩm phụ và nạp dòng sản phẩm tạo thành vào thiết bị phản ứng.
4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó bước làm nguội nhanh sản phẩm phản ứng trong thiết bị phản ứng được thực hiện là bước duy nhất hoặc là bước bổ sung được thực hiện bằng cách điều chỉnh bước nạp dòng P_4O_6 vào thiết bị phản ứng.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó sản phẩm phản ứng trong thiết bị phản ứng được duy trì ở nhiệt độ trung bình nằm trong khoảng từ 1600K (1327°C) đến 2000K (1727°C).
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó sản phẩm phản ứng được duy trì trong thiết bị phản ứng với thời gian lưu ít nhất là 0,5 giây.

7. Quy trình theo điểm 6, trong đó thời gian lưu nằm trong khoảng từ 1 đến 60 giây.
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó tỷ lệ mol của phospho (P_4) với oxy (O_2) nằm trong khoảng từ 1:2,7 đến 1:3,3.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó sản phẩm phản ứng được làm nguội nhanh, hoặc được làm nguội sau khi được làm nguội nhanh, xuống đến nhiệt độ có thể dễ dàng thao tác và/hoặc xử lý sản phẩm phản ứng, là nhiệt độ thấp hơn điểm sôi của P_4O_6 .
10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó chất lỏng làm nguội là sản phẩm phản ứng dạng lỏng và/hoặc P_4O_6 dạng lỏng được bổ sung vào sản phẩm phản ứng để làm nguội nhanh.