



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201827446 A

(43)公開日：中華民國 107 (2018) 年 08 月 01 日

(21)申請案號：106132772

(22)申請日：中華民國 106 (2017) 年 09 月 25 日

(51)Int. Cl. : C07F9/06 (2006.01)

C07F7/08 (2006.01)

C09K11/70 (2006.01)

(30)優先權：2016/09/29 日本

2016-191858

(71)申請人：日商日本化學工業股份有限公司 (日本) NIPPON CHEMICAL INDUSTRIAL CO., LTD. (JP)

日本

(72)發明人：田久保洋介 TAKUBO, YOSUKE (JP)；田村健 TAMURA, KEN (JP)

(74)代理人：洪澄文

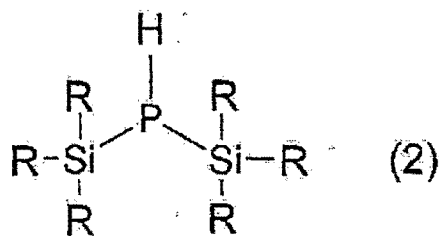
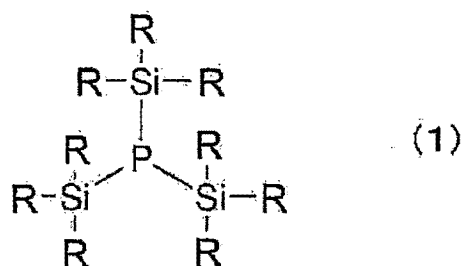
申請實體審查：無 申請專利範圍項數：18 項 圖式數：2 共 38 頁

(54)名稱

甲矽烷基磷化合物的製造方法及甲矽烷基磷化合物

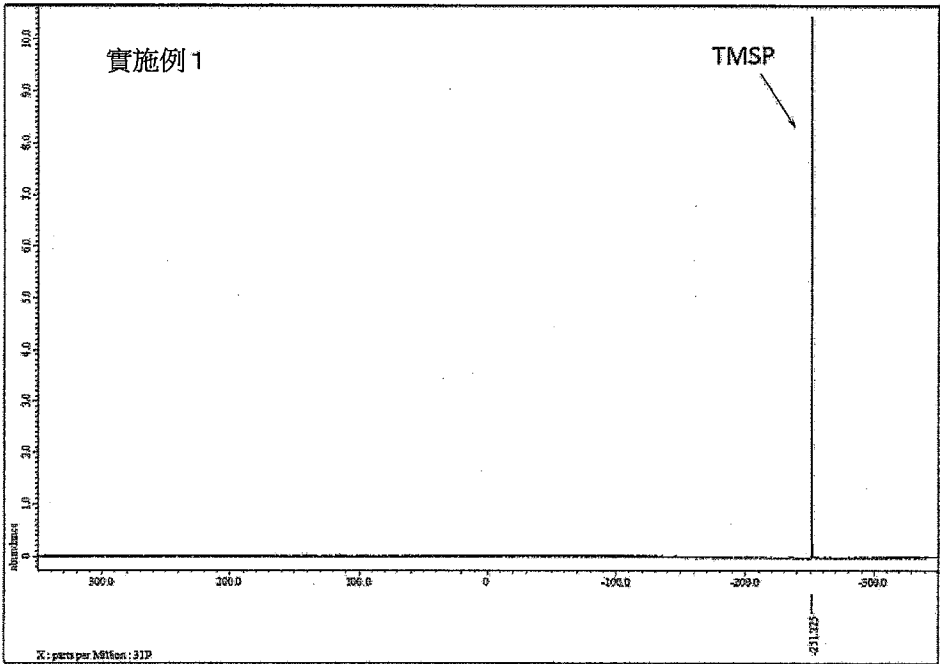
(57)摘要

本發明的甲矽烷基磷化合物的製造方法具有：第一步驟，將相對介電常數為 4 以下的溶媒、鹼性化合物、甲矽烷基化劑與磷混合以得到含甲矽烷基磷化合物的溶液；第二步驟，由含甲矽烷基磷化合物的溶液去除溶媒以得到甲矽烷基磷化合物的濃縮液；第三步驟，藉由蒸餾甲矽烷基磷化合物的濃縮液以得到甲矽烷基磷化合物。而且，本發明的甲矽烷基磷化合物為下述一般式(1)所表示的甲矽烷基磷化合物，下述一般式(2)所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳%以下。



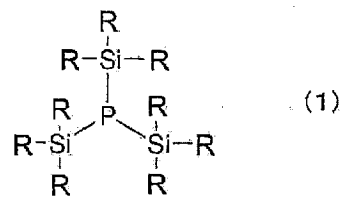
(式的註釋參照說明書)

指定代表圖：



第1圖

特徵化學式：



(R 個別獨立為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或碳數 6 以上且 10 以下的芳基。)

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】 (中文/英文)

甲矽烷基膦化合物的製造方法及甲矽烷基膦化合物

【技術領域】

【0001】 本發明是有關於作為磷化銦量子點的磷成分原料而有用的甲矽烷基膦化合物的製造方法。

【先前技術】

【0002】 近年來，作為發光材料的量子點的開發正在進行。作為代表的量子點，由於優良的光學特性等，CdSe、CdTe、CdS 等的鎘系量子點的開發正在進行。但是，由於鎘的毒性以及環境負荷高，期待無鎘的量子點的開發。

【0003】 作為無鎘的量子點的其中之一可舉出磷化銦 (InP)。於磷化銦的製造中，其磷成分多使用參 (三甲基甲矽烷基) 膦 (tris(trimethylsilyl)phosphine) 等的甲矽烷基膦化合物作為原料。而且，參 (三甲基甲矽烷基) 膦等的甲矽烷基膦化合物能夠以固體狀或溶解於溶媒的液相狀而使用，可作為在無法使用氣體狀的磷源 (膦等) 的情形下之有機合成的磷源而使用。作為參 (三甲基甲矽烷基) 膦等的甲矽烷基膦化合物的製造方法，提案有數個方法 (例如是專利文獻 1 以及非專利文獻 1~3)。

【0004】 甲矽烷基膦化合物的製造方法中，專利文獻 1 以及非專利文獻 1 所記載的使用膦、三甲基甲矽烷基三氟甲磺酸酯等的甲矽烷基化劑以及鹼性化合物之製法，由反應率、生成

物的純度等的觀點，被認為對於進行工業的生產特別是有用的。於此些的專利文獻 1 以及非專利文獻 1 中，作為反應所使用的溶媒，係使用醚類。

【先前技術文獻】

【專利文獻】

【0005】

【專利文獻 1】德國專利公開公報第 274626 號

【非專利文獻】

【0006】

【非專利文獻 1】Z. anorg. Allg. Chem. 576 (1989) 281-283

【非專利文獻 2】Acta Crystallographica Section C, (1995), C51, 1152~1155

【非專利文獻 3】J. Am. Chem. Soc., 1959, 81 (23), 6273-6275

【發明內容】

【0007】但是，專利文獻 1 以及非專利文獻 1 所記載的甲矽烷基膦化合物的製造方法，在純度以及產率的方面具有問題。而且，在溶媒存在下使膦、甲矽烷基化劑以及鹼性化合物反應以得到甲矽烷基膦化合物的方法中，在蒸餾反應混合物之際揮發的溶媒的安全性成為課題。

因此，本發明的目的是提供一種甲矽烷基膦化合物的製造方法，能夠安全性高的提高反應率，得到高純度的甲矽烷基膦化合物。

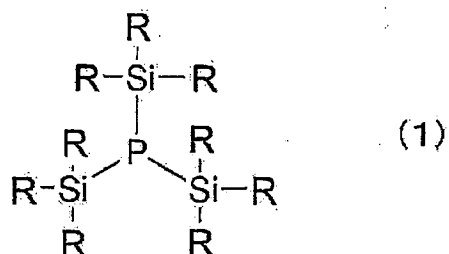
【0008】本發明者們為了解決前述課題而反覆努力研究的

結果，發現藉由使用具有特定的介電常數的反應溶媒，不僅能夠提高製造的安全性，並能夠提高反應率，得到高純度的甲矽烷基磷化合物。

【0009】亦即是本發明提供一種甲矽烷基磷化合物的製造方法，具有：第一步驟，將相對介電常數為 4 以下的溶媒、鹼性化合物、甲矽烷基化劑與磷混合以得到含甲矽烷基磷化合物的溶液；第二步驟，由含甲矽烷基磷化合物的溶液去除溶媒以得到甲矽烷基磷化合物的濃縮液；以及，第三步驟，藉由蒸餾甲矽烷基磷化合物的濃縮液以得到甲矽烷基磷化合物。

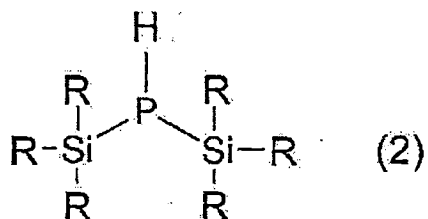
【0010】而且，本發明提供一種甲矽烷基磷化合物，其為下述一般式（1）所表示的甲矽烷基磷化合物，下述一般式（2）所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳%以下。

[化 1]



（R 個別獨立為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或碳數 6 以上且 10 以下的芳基。）

[化 2]



（R 與一般式（1）相同。）

【圖式簡單說明】

【0011】

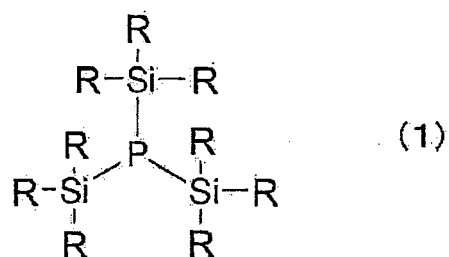
第 1 圖所示為實施例 1 所得的回收物的 ^{31}P -NMR 質譜。

第 2 圖所示為實施例 1 所得的回收物的氣相層析儀質譜。

【實施方式】

【0012】 以下對本發明的製造方法的較佳實施型態以及甲矽烷基磷化合物的較佳實施型態進行說明。本製造方法的目的物之甲矽烷基磷化合物為 3 級，亦即是於磷原子結合有 3 個甲矽烷基的化合物，較佳為下述一般式 (1) 所表示的化合物。

【0013】 [化 3]



(R 個別獨立為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或碳數 6 以上且 10 以下的芳基。)

【0014】 作為 R 所表示的碳數 1 以上且 5 以下的烷基，可舉出甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、第二丁基、第三丁基、異丁基、正戊基、異戊基、第三戊基等。

作為 R 所表示的碳數 6 以上且 10 以下的芳基，可舉出苯基、甲苯基、乙基苯基、丙基苯基、異丙基苯基、丁基苯基、第二丁基苯基、第三丁基苯基、異丁基苯基、甲基乙基苯基、三甲基苯基等。

此些的烷基以及芳基亦可以具有 1 或 2 以上的取代基，作

為烷基的取代基，可舉出羥基、鹵素原子、氰基、氨基等，作為芳基的取代基，可舉出碳數 1 以上且 5 以下的烷基、碳數 1 以上且 5 以下的烷氧基、羥基、鹵素原子、氰基、氨基等。芳基被烷基或烷氧基取代的情形，芳基的碳數中亦包含此些烷基或烷氧基的碳數。

【0015】一般式 (1) 的複數的 R 可相同亦可不同 (後述的一般式 (I) 以及一般式 (2) ~ (7) 的各式中亦相同)。而且，一般式 (1) 中存在的 3 個甲矽烷基 ($-\text{SiR}_3$) 可相同亦可不同。作為一般式 (1) 所表示的甲矽烷基磷化合物，由合成反應時作為磷源與其他分子的反應性優良的觀點，較佳 R 為碳數 1 以上且 4 以下的烷基或是無取代或經碳數 1 以上且 4 以下的烷基取代的苯基者，特佳為三甲基甲矽烷基。

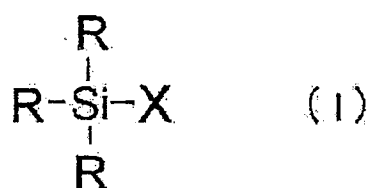
【0016】本製造方法具有第一步驟、第二步驟以及第三步驟。首先說明第一步驟。

(第一步驟)

本步驟將甲矽烷基化劑、鹼性化合物、相對介電常數為 4 以下的溶媒與磷混合，得到含甲矽烷基磷化合物的溶液。特別是，由各成分的混合容易性、作業性、安全性的觀點，較佳是具有甲矽烷基化劑、鹼性化合物、相對介電常數為 4 以下的溶媒之混合溶液與磷混合所得的含甲矽烷基磷化合物的溶液。特別是，較佳藉由在該混合溶液中導入磷，將該混合溶液與磷混合以得到含甲矽烷基磷化合物的溶液。

【0017】作為甲矽烷基化劑，例如是由與磷的反應性之觀點，較佳為下述一般式 (I) 所表示的化合物。

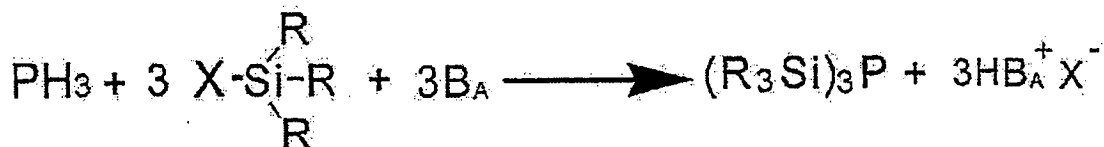
[化 4]



(R 與一般式 (1) 相同，X 為由氟磺酸基、氟烷烴磺酸基、烷烴磺酸基以及過氯酸基選擇至少一種。)

【0018】甲矽烷基化劑為一般式 (I) 所表示的化合物的情形之本實施型態的反應的一例以下述反應式表示。

【0019】[化 5]



相對介電常
數為 4 以下
的溶媒

(前述式中，R 以及 X 與一般式 (I) 相同，B_A 為 1 價的鹼。)

【0020】X 所表示的氟磺酸基亦以「-OSO₂F」表示。作為 X 所表示的氟烷烴磺酸基可舉出全氟烷烴磺酸基。例如是三氟甲烷磺酸基 (-OSO₂CF₃)、五氟乙烷磺酸基 (-OSO₂C₂F₅)、七氟丙烷磺酸基 (-OSO₂C₃F₇)、九氟丁烷磺酸基 (-OSO₂C₄F₉)、十一氟戊烷磺酸基 (-OSO₂C₅F₁₁)。作為 X 所表示的烷烴磺酸基，可舉出甲烷磺酸基 (-OSO₂CH₃)、乙烷磺酸基 (-OSO₂C₂H₅)、丙烷磺酸基 (-OSO₂C₃H₇)、丁烷磺酸基 (-OSO₂C₄H₉)、戊烷磺酸基 (-OSO₂C₅H₁₁) 等。X 所表示的過氯酸基亦以「-OCIO₃」表示。此些的式中「-」表示結合鍵。

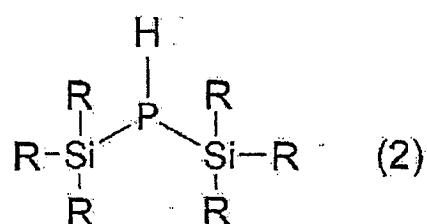
【0021】作為甲矽烷基化劑，由反應性優良的觀點，較佳

為 R 為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或是無取代或經碳數 1 以上且 5 以下的烷基取代的苯基者。而且由從甲矽烷基的脫離性優良之觀點，較佳為 X 為全氟烷烴磺酸基、特別是三氟甲烷磺酸基的甲矽烷基化劑。基於上述，作為甲矽烷基化劑，特別較佳是從三氟甲烷磺酸三甲基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三乙基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三丁基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三異丙基甲矽烷基酯以及三氟甲烷磺酸三苯基甲矽烷基酯選擇 1 種或 2 種以上。

【0022】由使用後述的特定溶媒並且有效的抑制雜質、特別是 2 級或 1 級的甲矽烷基磷的生成之觀點，混合溶液中的甲矽烷基化劑較佳為特定量。甲矽烷基化劑相對於導入混合溶液的磷的比例為反應當量以上，亦即是相對於磷較佳為 3 倍莫耳以上，更佳為超過 3 倍莫耳、進而為 3.01 倍莫耳以上，特佳為 3.05 倍莫耳以上。由降低剩餘的甲矽烷基化劑的殘留量並提高純度的觀點，或是降低製造成本的觀點，混合溶液中的甲矽烷基化劑較佳為比與磷的反應當量多但是不到過剩的程度。基於此觀點，混合溶液中的甲矽烷基化劑相對於導入混合溶液的磷的比例為反應當量的 2 倍以下，亦即是較佳為 6 倍莫耳以下，特佳為 4 倍莫耳以下、最佳為 3.5 倍莫耳以下。

【0023】作為雜質的 2 級的甲矽烷基磷，例如是以下述一般式 (2) 所表示。

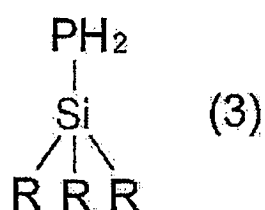
[化 6]



(R 與一般式 (1) 相同。)

【0024】作為雜質的 1 級的甲矽烷基磷，例如是以下述一般式 (3) 所表示。

[化 7]



(R 與一般式 (1) 相同。)

【0025】鹼性化合物不僅指溶於水時賦予氫氧化物離子之狹義的鹼，亦包含接受質子的物質或賦予電子對的物質等之廣義的鹼。由可抑制與磷的副反應的觀點，鹼性化合物特別是較佳為胺類。作為胺類可舉出 1 級、2 級或 3 級的烷基胺；苯胺類；甲苯胺；哌啶；吡啶類等。作為 1 級、2 級或 3 級的烷基胺，可舉出甲基胺、二甲基胺、三甲基胺、乙基胺、二乙基胺、三乙基胺、丙基胺、二異丙基胺、丁基胺、異丁基胺、二丁基胺、三丁基胺、戊基胺、二戊基胺、三戊基胺、2-乙基己基胺等。作為苯胺類，可舉出苯胺、N-甲基苯胺、N,N-二甲基苯胺、N,N-二乙基苯胺等。作為吡啶類，可舉出吡啶、2,6-二(第三丁基)吡啶等。此些可使用 1 種或組合 2 種以上使用。

此些之中，由有效率的進行反應的觀點，特別是較佳由甲基胺、二甲基胺、三甲基胺、乙基胺、二乙基胺、三乙基胺、

乙烯二胺、苯胺、甲苯胺、吡啶以及哌啶選擇 1 種或 2 種以上使用。

【0026】 由使用特定溶媒並且有效的抑制雜質、特別是 2 級或 1 級的甲矽烷基膦的生成，鹼性化合物較佳為特定量。例如是混合溶液的鹼性化合物相對於導入混合溶液的膦的比例為反應當量以上，例如是鹼性化合物為 1 價的鹼的情形，相對於膦較佳為 3 倍莫耳以上，更佳為超過 3 倍莫耳、進而為 3.3 倍莫耳以上，特佳為 3.5 倍莫耳以上。由提高目的物的純度的觀點或是降低製造成本的觀點，混合溶液中的鹼性化合物僅成為過剩，較佳為不到過剩程度的多量。基於此觀點，混合溶液中的鹼性化合物相對於導入混合溶液的膦的比例較佳為反應當量的 2 倍以下，例如是較佳為 6 倍莫耳以下的量，特佳為 5 倍莫耳以下、最佳為 4 倍莫耳以下。

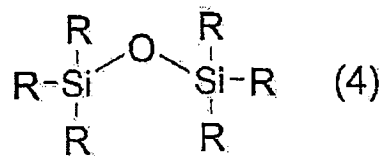
【0027】 而且混合溶液中，鹼性化合物的莫耳數較佳為甲矽烷基化劑的莫耳數以上，例如是相對於甲矽烷基化劑 1 莫耳較佳為 1.01 莫耳以上且 2 莫耳以下，更佳為 1.05 莫耳以上且 1.5 莫耳以下。

【0028】 本發明者於使甲矽烷基化劑、鹼性化合物與膦反應的甲矽烷基膦化合物的製造方法中，努力檢討甲矽烷基膦化合物的產率高且高純度獲得甲矽烷基膦化合物的方法。其結果，先前難以獲得高純度以及高產率的理由的其中之一，被認為是在先前的製造方法中生成了目的物的甲矽烷基膦化合物之水解物。經努力檢討，與甲矽烷基化劑以及鹼性化合物混合的溶媒對於純度以及產率的提升是重要的。經更進一步的檢

討，得知如使用相對介電常數為特定以下的溶媒，能夠提升作為目的的甲矽烷基磷化合物的產率，而且得到高純度。具體而言，本發明所使用的溶媒的相對介電常數為 4 以下。

【0029】本發明者認為藉由使用相對介電常數為 4 以下的溶媒能夠提高所得的甲矽烷基磷化合物的純度且產率高的理由之一在於，本發明藉由使用難溶於水的溶媒，被認為有效的防止從環境中的水的混入。依此能夠防止 3 級的甲矽烷基磷化合物的水解，被認為能夠有效的抑制水解物的生成。作為 3 級的甲矽烷基磷化合物的水解物，可舉出前述一般式 (2) 所表示的化合物、前述一般式 (3) 所表示的化合物、下述一般式 (4) 所表示的化合物。

[化 8]



(R 與一般式 (1) 相同。)

【0030】進而本發明者們認為藉由使用相對介電常數為 4 以下的溶媒而提高甲矽烷基化劑、鹼性化合物與磷的混合性，亦是提升產率以及純度的其他理由。混合性的提升亦相關於提高反應效率並提高產率，而且抑制副產物的生成並提升純度。

【0031】相對於此，非專利文獻 1 以及專利文獻 1 所記載的先前的製造方法使用醚作為溶媒，醚中的二乙基醚的相對介電常數為 4.3，環戊基甲基醚的相對介電常數為 4.8 (請參照下述表 1)，相對介電常數超過 4。使用此些相對介電常數超過 4 的溶媒的情形，如同後述比較例 1 以及 2 所示，難以高純度以

及高產率的得到 3 級的甲矽烷基膦化合物。

【0032】進而由於醚具有可燃性、而且具有生成具爆發性物質的過氧化氫的情形，藉由第三步驟的蒸餾步驟使溶媒揮發的情形，溫度管理或環境管理等困難，特別是，由於甲矽烷基膦化合物可能具有自然發火性，因而具有危險性高的問題。相對於此，相對介電常數超過 4 的溶媒此種危險性低，管理容易。

【0033】相對介電常數為此物質的介電常數之相對於真空的介電常數的比。一般而言隨著溶媒的極性變大而相對介電常數變大。作為本實施型態的溶媒的相對介電常數，可使用“化學便覽 基礎編 改訂 5 版”（財團法人日本化學會編，平成 16 年（2004 年）2 月 20 日出版，II-620～II622 頁）記載的值。

【0034】相對介電常數為 4 以下的溶媒通常為有機溶媒，較佳可舉出烴。作為相對介電常數為 4 以下的溶媒之具體例，可舉出非環式或環式的脂肪族烴化合物，以及芳香族烴化合物。作為非環式脂肪族烴化合物較佳可舉出碳數 5 以上且 10 以下者，特佳例如是可舉出戊烷（相對介電常數 1.8371）、正己烷（相對介電常數 1.8865）、正庚烷（相對介電常數 1.9209）、正辛烷（相對介電常數 1.948）、正壬烷（相對介電常數 1.9722）、正癸烷（相對介電常數 1.9853）。而且作為環式脂肪族烴化合物較佳可舉出碳數 5 以上且 8 以下者，特佳例如是可舉出環己烷（相對介電常數 2.0243）、環戊烷（相對介電常數 1.9687）。作為芳香族烴化合物較佳可舉出碳數 6 以上且 10 以下者，特佳例如是可舉出苯（相對介電常數 2.2825）、甲苯（相對介電常數 2.379 以及對二甲苯（相對介電常數 2.2735）。

【0035】由前述反應式所致的反應容易進行的觀點，相對介電常數為 4 以下的溶媒之相對介電常數，作為其下限值較佳為 0.5 以上，更佳為 1 以上。而且作為其上限值較佳為 3.5 以下，更進而佳為 3 以下。

【0036】為了在後述的第二步驟以及第三步驟中容易的由目的物中去除溶媒，相對介電常數為 4 以下的溶媒之沸點較佳為 200℃以下，更佳為 40℃以上且 120℃以下。

【0037】溶媒、鹼性化合物與甲矽烷基化劑的混合溶液的製備方法沒有限制，可以在反應容器中同時置入 3 個材料，亦可以先置入其中任 1 個或 2 個，其後置入剩餘的材料。較佳是在預先置入的溶媒中使甲矽烷基化劑以及鹼性化合物混合，由於容易提高甲矽烷基化劑與鹼性化合物的混合性因而較佳。

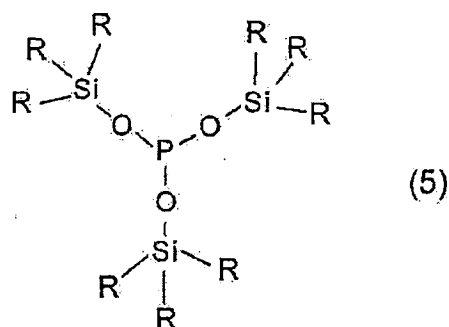
【0038】由防止與水反應所致的甲矽烷基磷化合物的分解以及因其導致的雜質的產生，溶媒較佳在使用前脫水。該溶媒中的水分量，以質量基準較佳為 20ppm，更佳為 10ppm 以下。水分量可藉由後述實施例記載的方法測定。而且溶媒在使用前較佳進行脫氣並去除氧。脫氣可藉由對反應器內以惰性環境取代等的任意方法進行。

【0039】相對介電常數為 4 以下的溶媒之量並沒有特別的限制，由有效率的進行反應的觀點，相對於甲矽烷基化劑的 100 質量份，例如是 100 質量份以上且 300 質量份以下，特佳為 120 質量份以上且 200 質量份以下。

【0040】於所得的混合溶液導入磷。磷為以分子式 PH_3 表示的氣體。使磷與甲矽烷基化劑以及鹼性化合物反應的反應系

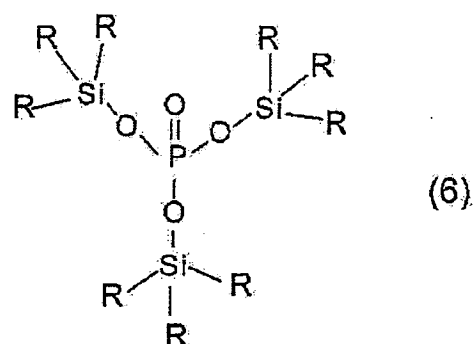
統內為惰性環境，由於防止氧的混入，以防止因氧與甲矽烷基磷化合物的反應導致產生下述一般式（5）所表示的化合物以及一般式（6）所表示的化合物，因而較佳。作為惰性氣體，例如是可舉出氮氣、氬氣、氫氣等的稀有氣體。

【0041】 [化 9]



（R 與一般式（1）相同。）

[化 10]



（R 與一般式（1）相同。）

【0042】 由提升反應率或產率的觀點，導入磷之際的混合溶液之液溫較佳為 20℃ 以上，由防止目的物分解的觀點，較佳為 85℃ 以下。基於此些觀點，混合溶液的液溫更佳為 25℃ 以上且 70℃ 以下。

【0043】 所得的溶液在提供至第二步驟的去除溶媒之前，較佳為進行老化。由提升反應率或產率的觀點，此老化較佳為在 20℃ 以上且 60℃ 以下的溫度進行，更佳為在 20℃ 以上且 50℃

以下的溫度進行。老化的時間較佳為 1 小時以上且 48 小時以下，更佳為 2 小時以上且 24 小時以下。此老化較佳在惰性環境下進行。

藉由以上的第一步驟得到含甲矽烷基膦化合物的溶液。

【0044】進而進行第二步驟，由含甲矽烷基膦化合物的溶液去除（分離）溶媒的至少一部份以得到甲矽烷基膦化合物的濃縮液。依此於蒸餾前藉由第二步驟而藉由濃縮去除溶媒，能夠降低後述第三步驟的溶媒餾除量，防止於蒸餾時伴隨著溶媒餾除而降低甲矽烷基膦化合物的產率，而且能夠防止目的物的甲矽烷基膦化合物之熱變質或分解。

【0045】在第一步驟後，較佳為在前述老化處理後且在第二步驟之前，進行去除副產物的鹽 HB_A^+X^- 的處理。

具體而言，藉由靜置第一步驟（較佳包含前述老化處理的步驟）所得的含甲矽烷基膦化合物的溶液，使含甲矽烷基膦化合物的層與含 HB_A^+X^- 的層分離，藉由萃取去除後者而能夠去除 HB_A^+X^- 。尚且，靜置時間較佳為 0.5 小時以上且 48 小時以下，更佳為 1 小時以上且 24 小時以下。萃取較佳為在惰性環境下進行。

【0046】（第二步驟）

作為第二步驟的去除溶媒的方法，可舉出將含甲矽烷基膦化合物的溶液在使作為目的之甲矽烷基膦化合物幾乎殘留的條件下，於減壓下進行加熱以使溶媒蒸發的方法。此處理例如是可藉由旋轉蒸發器等用於去除溶媒之任意的蒸發器以進行。第二步驟中將含甲矽烷基膦化合物的溶液在減壓下加熱之

際的液溫，由有效率的去除溶媒的觀點以及防止甲矽烷基膦化合物的分解或變質的觀點，最高液溫較佳為 20℃ 以上且 140℃ 以下，更佳為 25℃ 以上且 90℃ 以下。基於同樣的觀點，減壓時的壓力（最低壓力）以絕對壓基準較佳為 2kPa 以上且 20kPa 以下，更佳為 5kPa 以上且 10kPa 以下。濃縮較佳為在惰性環境下進行。

【0047】 相對於第二步驟開始時的前述溶液之甲矽烷基膦化合物的量，第二步驟後的含甲矽烷基膦化合物的溶液之甲矽烷基膦化合物的量其減少比例較佳為 5 質量%以下，更佳為 1 質量%以下。此量能夠以 ^{31}P -NMR 測定。由提昇產率的觀點，第二步驟所得的濃縮液的質量較佳為第一步驟所得的含甲矽烷基膦化合物的溶液之質量的 10%以上，由降低接續的第三步驟中殘存的溶媒量並提高純度的觀點，較佳為 50%以下。

【0048】 （第三步驟）

其次，進行對第二步驟所得的濃縮液蒸餾的第三步驟。蒸餾的條件為甲矽烷基膦化合物氣化的條件，由目的化合物的分離性優良的觀點，蒸餾溫度（塔頂溫度）較佳為 50℃ 以上。由目的化合物的分解抑制或品質維持的觀點，蒸餾溫度較佳為 150℃ 以下。基於此些觀點，蒸餾溫度較佳為 50℃ 以上且 150℃ 以下，更佳為 70℃ 以上且 120℃ 以下。

【0049】 由可效率良好的回收純度高的目的化合物的觀點，蒸餾之際的壓力以絕對壓基準較佳為 0.01kPa 以上。而且由能夠抑制甲矽烷基膦化合物的分解或變質、容易高純度以及高產率的獲得甲矽烷基膦化合物的觀點，蒸餾之際的壓力以絕

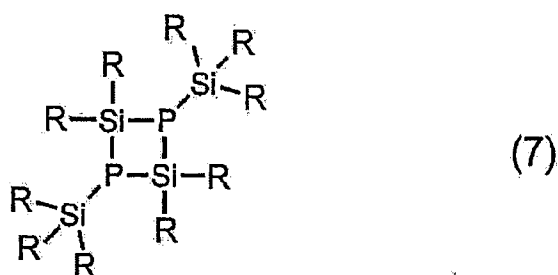
對壓基準較佳為 5kPa 以下。基於此些觀點，蒸餾之際的較佳為壓力較佳為 0.01kPa 以上且 5kPa 以下，更佳為 0.1kPa 以上且 4kPa 以下。蒸餾較佳為在惰性環境下進行。

【0050】由於初餾分包含溶媒、鹼性化合物、甲矽烷基化劑或各成分的微量分解物，藉由去除此些，能夠提昇純度。

【0051】第三步驟後，相對於第三步驟開始時的含甲矽烷基磷化合物的溶液之甲矽烷基磷化合物的量，甲矽烷基磷化合物氯化後之蒸餾殘液的甲矽烷基磷化合物的量其減少比例較佳為 90 質量%以上，更佳為 95 質量%以上。此量能夠以 ^{31}P -NMR 測定。

【0052】於本步驟中，能夠去除下述一般式 (7) 所表示的化合物。此化合物 (7) 所表示的化合物為甲矽烷基化劑與磷的反應之副產物，藉由第三步驟的蒸餾而作為高沸點成分去除。

【0053】[化 11]



(R 與一般式 (1) 相同。)

【0054】藉由以上第三步驟，得到作為目的甲矽烷基磷化合物。所得的甲矽烷基磷化合物為粉末狀等的固體狀，在極力排除與氧、水分等接觸之環境下，以液體或固體狀保管，或是以分散於適切的溶媒之分散液狀保管。分散液中亦包含溶液。

【0055】使甲矽烷基磷化合物分散的溶媒為有機溶媒，由防止水的混入且防止甲矽烷基磷化合物的分解的觀點，特別是而非極性溶媒為佳。作為非極性溶媒，例如是可舉出飽和脂肪族烴、不飽和脂肪族烴、芳香族烴化合物、三烷基磷等。作為飽和脂肪族烴，可舉出正己烷、正庚烷、正辛烷、正壬烷、正癸烷、正十二烷、正十六烷、正十八烷。作為不飽和脂肪族烴，可舉出 1-十一烯、1-十二烯、1-十六烯、1-十八烯等。作為芳香族烴，可舉出苯、甲苯、二甲苯、苯乙烯等。作為三烷基磷，可舉出三乙基磷、三丁基磷、三癸基磷、三己基磷、三辛基磷、三-十二基磷、三-十二基磷等。由能夠安定的保管以及搬運等的操作具有自然發火性的甲矽烷基磷化合物之觀點，較佳使甲矽烷基磷化合物分散的溶媒的沸點高。有機溶媒的較佳沸點為 50℃ 以上，更佳為 60℃ 以上。作為有機溶媒的沸點的上限，由對將其作為原料製造的有機合成品或量子點的物性之影響的觀點，較佳為 270℃ 以下（絕對壓 0.1kpa）。

【0056】由防止與水反應所致的甲矽烷基磷化合物的分解以及因其所致的雜質的生成之觀點，溶媒較佳是在使甲矽烷基磷化合物分散前充分的脫水。該溶媒中的水分量，以質量基準較佳為 20ppm 以下，較佳為 10ppm 以下。水分量能夠以後述實施例記載的方法測定。

為了成為此種條件，例如是將溶媒於減壓下或真空條件下加熱並脫氣以及脫水後，在氮氣環境下與甲矽烷基磷化合物混合的同時填充於氣密容器。

藉由此些的處理，能夠容易得到雜質充分降低的甲矽烷基

膦化合物的分散液。

甲矽烷基膦化合物的分散液中，甲矽烷基膦化合物的比例較佳為 3 質量%以上且 50 質量%以下，更佳為 8 質量%以上且 30 質量%以下。

【0057】 其次說明本發明的甲矽烷基膦化合物。

本發明的甲矽烷基膦化合物為習知難以去除的雜質即一般式 (2) 所表示的化合物之量極為少者。具體而言，本發明的甲矽烷基膦化合物的一般式 (2) 所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳%以下，更佳為 0.3 莫耳%以下。本發明的甲矽烷基膦化合物藉由降低習知難以去除的雜質量，能夠有效的防止將其作為原料製造的有機合成品或量子點的物性受損，或是所得的製品的物性受損此種的弊害。為了使一般式 (2) 所表示的化合物為前述上限以下，亦可以一邊依前述本發明的製造方法製造一般式 (1) 所表示的化合物，並調整甲矽烷基化劑與膦的量比。一般式 (2) 所表示的化合物的含量，為相對於一般式 (1) 所表示化合物的比例。一般式 (1) 所表示的化合物以及一般式 (2) 所表示的化合物的含量，可藉由利用 ^{31}P -NMR 分析的例如是後述實施例所記載的方法測定。

【0058】 進而，本發明的甲矽烷基膦化合物的習知難以去除的其他雜質之量極為少此點，作為量子點或化學合成的原料為佳。

【0059】 具體而言，前述一般式 (3) 所表示的化合物的含量較佳為 0.1 莫耳%以下，更佳為 0.08 莫耳%以下，特佳為 0.05 莫耳%以下。於此情形，本發明的甲矽烷基膦化合物藉由降低

習知難以去除的其他雜質量，能夠更進一步的有效防止前述的弊害。為了使一般式（3）所表示的化合物為前述上限以下，亦可以一邊依前述本發明的製造方法製造一般式（1）所表示的化合物，並調整甲矽烷基化劑與磷的量比。一般式（3）所表示的化合物的含量，為相對於一般式（1）所表示化合物的比例。一般式（3）所表示的化合物的含量，可藉由利用 ^{31}P -NMR 分析的例如是後述實施例所記載的方法測定。

【0060】本發明的甲矽烷基磷化合物之前述一般式（4）所表示的甲矽烷基醚的含量較佳為 0.50 莫耳%以下，更佳為 0.30 莫耳%以下，特佳為 0.15 莫耳%以下。藉由依此降低習知難以去除的其他雜質量，能夠更進一步的有效防止前述的弊害。一般式（4）所表示的化合物的含量，為相對於一般式（1）所表示化合物的比例。為了使一般式（4）所表示的化合物為前述上限以下，亦可以依前述本發明的製造方法製造一般式（1）所表示的化合物。一般式（4）所表示的化合物的含量，可藉由利用氣相層析儀分析的例如是後述實施例所記載的方法測定。

【0061】本發明的甲矽烷基磷化合物之前述一般式（5）所表示的化合物的含量較佳為 0.30 莫耳%以下，更佳為 0.15 莫耳%以下，特佳為 0.05 莫耳%以下。一般式（5）所表示的化合物的含量，為相對於一般式（1）所表示化合物的比例。為了使一般式（5）所表示的化合物為前述上限以下，亦可以依前述本發明的製造方法於惰性環境進行一般式（1）所表示的化合物之製造的第一步驟至第三步驟。一般式（5）所表示的

化合物的含量，可藉由利用 ^{31}P -NMR 分析的例如是後述實施例所記載的方法測定。

【0062】本發明的甲矽烷基膦化合物之前述一般式（6）所表示的化合物的含量較佳為 0.30 莫耳%以下，更佳為 0.15 莫耳%以下，特佳為 0.05 莫耳%以下。為了使一般式（6）所表示的化合物為前述上限以下，亦可以依前述本發明的製造方法於惰性環境進行一般式（1）所表示的化合物之製造的第一步驟至第三步驟。一般式（6）所表示的化合物的含量，為相對於一般式（1）所表示化合物的比例。一般式（6）所表示的化合物的含量，可藉由利用 ^{31}P -NMR 分析的例如是後述實施例所記載的方法測定。

【0063】本發明的甲矽烷基膦化合物之前述一般式（7）所表示的化合物的含量較佳為 1.0 莫耳%以下，更佳為 0.5 莫耳%以下，特佳為 0.2 莫耳%以下。為了使一般式（7）所表示的化合物為前述上限以下，亦可以依前述本發明的製造方法分離高沸點成分。一般式（7）所表示的化合物的含量，為相對於一般式（1）所表示化合物的比例。一般式（7）所表示的化合物的含量，可藉由利用 ^{31}P -NMR 分析的例如是後述實施例所記載的方法測定。

【0064】本發明的甲矽烷基膦化合物的一般式（1）所表示的化合物的含量較佳為 99.0 莫耳%以上，更佳為 99.3 莫耳%以上，特佳為 99.5 莫耳%以上。一般式（1）所表示的化合物的量，可藉由利用 ^{31}P -NMR 分析的例如是後述實施例所記載的方法測定。

【0065】上述式(2)~(7)所表示的化合物的相對於式(1)的較佳比例，適用於甲矽烷基膦化合物作為粉末等固體形狀存在的情形，亦適用於分散在溶媒中存在的情形。

亦即是，於前者的情形，上述所舉的式(2)~(7)所表示的化合物的較佳莫耳比意味著由甲矽烷基膦化合物所構成的粉末等的固體中的式(2)~(7)所表示的化合物相對於式(1)的化合物之莫耳比。於後者的情形，上述較佳莫耳比意味著分散有甲矽烷基膦化合物的分散液中的式(2)~(7)所表示的化合物相對於式(1)的化合物之莫耳比。

【0066】如同上述之本發明的製造方法所得的甲矽烷基膦化合物以及本發明的甲矽烷基膦化合物，極力抑制雜質的混入，防止著色或分解。依此，該甲矽烷基膦化合物作為有機合成（例如是磷雜苯等的製造）或磷化銦的製造原料使用的情形，能夠有效的防止製造反應的阻害或產率降低、所得的有機化合物或磷化銦的物性降低等不良影響。

【實施例】

【0067】以下例舉實施例以更詳細的說明本發明，但本發明並不限定於此。

【0068】〈實施例 1〉

在反應容器內置入經脫氣及脫水的甲苯（以質量基準的水分量為 20ppm 以下）189.8kg 後，置入三乙基胺 82kg 與三氟甲烷磷酸三甲基甲矽烷基酯 149.5kg，將反應容器內置換為氮氣後，將液溫調整為 30℃。

將膦氣體經 3 小時通入反應容器內 7.4kg，將液溫調整為

35℃ 之後，進行 4 小時的老化。

將所得的反應溶液 424.9kg 分離為二層，為了利用上層而靜置 12 小時後，將下層萃取。上層為了去除低沸點成分而藉由濃縮罐於減壓下，以最終壓力以絕對壓基準成為 6.3Kpa、液溫成為 70℃ 為止進行濃縮，並得到 60.1kg 的濃縮液。相對於第二步驟開始時的前述溶液之甲矽烷基膦化合物的量，第二步驟後的含甲矽烷基膦化合物的溶液之甲矽烷基膦化合物的量其減少比例為 3.2 質量%。

所得的濃縮液於 0.5KPa 的減壓下，以塔頂溫度 85℃ 蒸餾，去除初餾份後，回收中餾份 49.3kg，得到回收物。第三步驟後，相對於第三步驟開始時的含甲矽烷基膦化合物的溶液之甲矽烷基膦化合物的量，將甲矽烷基膦化合物氯化後的蒸餾殘液之甲矽烷基膦化合物的量其減少比例為 93 質量%。

藉由下述條件的 ^{31}P -NMR 分析，確認回收物（液體）為參（三甲基甲矽烷基）膦（TMSP），並測定其純度以及產率。結果如下述第 1 表所示。而且，藉由 ^{31}P -NMR 分析所得的質譜表示於第 1 圖。於第 1 圖中，目的物的 TMSP 的波峰於 δ -251.225ppm 觀察到。而且於第 1 圖未觀察到式（2）～式（7）所表示的化合物，於前述條件的 ^{31}P -NMR 分析，通常前述式（2）所表示的化合物（R 為甲基）的波峰位置為 δ -237.4（d, $j=186\text{Hz}$ ）ppm，前述式（3）所表示的化合物（R 為甲基）的波峰位置為 δ -239 $\pm$ 2.0（q, $j=180\text{Hz}$ ）ppm，前述式（5）所表示的化合物（R 為甲基）的波峰位置為 115.1ppm，前述式（6）所表示的化合物（R 為甲基）的波峰位置：24.2ppm，前述式

(7) 所表示的化合物 (R 為甲基) 的波峰位置：-244.1ppm。

基於前述質譜，藉由 ^{31}P -NMR 分析測定參(三甲基甲矽烷基)膦中的前述式 (2)、(3)、(5)、(6) 以及 (7) 的個別所表示的化合物 (R 都為甲基) 的含量。結果表示於下述第 2 表。

而且藉由氣相層析儀分析測定參(三甲基甲矽烷基)膦中的前述式 (4) 所表示的化合物 (R 為甲基) 的含量。結果表示於下述第 2 表。而且藉由氣相層析儀分析所得的質譜表示於第 2 圖。尚且於第 2 圖中，波峰編號 1 號的波峰表示來自於式 (4) 所表示的化合物。

【0069】 ^{31}P -NMR 的測定條件：

將測定的試料以成為 20 質量%的方式溶解於氘代苯。所得的溶液以日本電子股份有限公司製 JNM-ECA500 以下述條件測定。

觀測頻率：202.4MHz、脈衝：45 度、捕捉時間：5 秒、積算次數：256 次、測定溫度 22℃、標準物質：85 質量%磷酸

【0070】 氣相層析儀的測定條件：

將測定試料於惰性環境下分裝至附隔膜蓋的容器，以注射器將測定試料 0.2 μL 注入氣相層析儀 (股份有限公司島津製作所製、「GC-2010」)，以下述條件測定。

- 管柱：Agilent J&W 公司製、「DB1」(內徑 0.25mm，長度 30m)，注射溫度：250℃，測定器溫度：300℃

- 火焰離子化檢測器 (FID)，載氣：He (100kPa 壓)

- 分流比：1：100

- 昇溫條件：50℃×維持 3 分鐘→以昇溫速度 10℃/分昇溫

至 200℃ → 以昇溫速度 50℃ / 分昇溫至 300℃ → 300℃ × 維持 10 分鐘

【0071】 〈 實施例 2 〉

在反應容器內置入經脫氣及脫水的正己烷（以質量基準的水分量為 10ppm 以下）144.1g 後，置入三乙基胺 82g 與三氟甲烷磷酸三甲基甲矽烷基酯 149.5g，將反應容器內置換為氮氣後，將液溫調整為 30℃。

將磷氣體經 3 小時通入反應容器內 7.4g，將液溫調整為 35℃ 之後，進行 4 小時的老化。

將所得的反應溶液 380g 分離為二層，為了利用上層而靜置 12 小時後，將下層萃取。上層為了去除低沸點成分而藉由濃縮罐於減壓下，以最終壓力以絕對壓基準成為 2.2Kpa、液溫成為 70℃ 為止進行濃縮，並得到 58.4g 的濃縮液。

所得的濃縮液於 0.5KPa 的減壓下，以塔頂溫度 85℃ 蒸餾，去除初餾份後，回收中餾份 49.4g。

藉由前述條件的 ^{31}P -NMR 分析，確認回收物（液體）為參（三甲基甲矽烷基）磷（TMSP），並測定其純度以及產率。結果如下述第 1 表所示。

而且以與實施例 1 相同的測定式（2）～（7）的化合物的含量。結果如第 2 表所示。

【0072】 下述的比較例 1，係為除了溶媒使用與非專利文獻 1 相同的二乙基醚以外，進行與實施例 2 相同的操作之比較例。

【0073】 〈 比較例 1 〉

在反應容器內置入經脫氣及脫水的二乙基醚（以質量基準

的水分量為 10ppm 以下) 156.9g 後，置入三乙基胺 82g 與三氟甲烷磷酸三甲基甲矽烷基酯 149.5g，將反應容器內置換為氮氣後，將液溫調整為 30℃。

將磷氣體經 3 小時通入反應容器內 7.4g，將液溫調整為 35℃ 之後，進行 4 小時的老化。

將所得的反應溶液 424.9g 分離為二層，為了利用上層而靜置 12 小時後，將下層萃取。上層為了去除低沸點成分而藉由濃縮罐於減壓下，以最終壓力以絕對壓基準成為 2.2Kpa、液溫成為 70℃ 為止進行濃縮，並得到 59.1g 的濃縮液。

所得的濃縮液於 0.5KPa 的減壓下，以塔頂溫度 85℃ 蒸餾，去除初餾份後，回收中餾份 49.9g。

藉由前述條件的 ^{31}P -NMR 分析，測定回收物的參(三甲基甲矽烷基)磷其純度以及產率。結果如下述第 1 表所示。而且以與實施例 1 相同的測定式(2)～(7)的化合物的含量。結果如第 2 表所示。

【0074】下述的比較例 2，係為除了溶媒使用環戊基甲基醚以外，進行與實施例 2 相同的操作之比較例。

〈比較例 2〉

在反應容器內置入經脫氣及脫水的環戊基甲基醚(以質量基準的水分量為 10ppm 以下) 2150g 後，置入三乙基胺 121.4g 與三氟甲烷磷酸三甲基甲矽烷基酯 280g，將反應容器內置換為氮氣後，將液溫調整為 30℃。

將磷氣體經 15 分鐘通入反應容器內 14.4g，將液溫調整為 35℃ 之後，進行 4 小時的老化。

將所得的反應溶液 2480.66g 分離為二層，為了利用上層而靜置 12 小時後，將下層萃取。上層為了去除低沸點成分而藉由濃縮罐於減壓下，以最終壓力以絕對壓基準成為 2.2Kpa、液溫成為 70℃ 為止進行濃縮，並得到 110g 的濃縮液。

所得的濃縮液於 0.5KPa 的減壓下，以塔頂溫度 85℃ 蒸餾，去除初餾份後，回收中餾份 97.3g。

藉由前述條件的 ³¹P-NMR 分析，測定回收物的參（三甲基甲矽烷基）膦其純度以及產率。結果如下述第 1 表所示。而且以與實施例 1 相同的測定式（2）～（7）的化合物的含量。結果如第 2 表所示。

【0075】 [第 1 表]

	溶媒		純度 (莫耳%)	產率 (質量%)
	種類	相對介電常數		
實施例 1	甲苯	2.4	99.6	90
實施例 2	正己烷	1.9	99.3	90
比較例 1	二乙基醚	4.3	98.3	90
比較例 2	環戊基甲基醚	4.8	98.1	90

【0076】 [第 2 表]

	一般式(2) 所表示的 化合物 (莫耳%)	一般式(3) 所表示的 化合物 (莫耳%)	一般式(4) 所表示的 化合物 (莫耳%)	一般式(5) 所表示的 化合物 (莫耳%)	一般式(6) 所表示的 化合物 (莫耳%)	一般式(7) 所表示的 化合物 (莫耳%)
實施例 1	0.15	N.D.	0.08	N.D.	N.D.	0.10
實施例 2	0.20	N.D.	0.10	0.05	0.05	0.21
比較例 1	0.35	N.D.	0.18	0.10	0.1	0.26
比較例 2	0.55	N.D.	0.28	0.10	0.2	0.40

N.D. … 檢測界限以下（檢測界限：小於 0.05 莫耳%）

【0077】 如第 1 表以及第 2 表所示，實施例 1 以及 2 以 99% 以上的高純度且 90% 以上的高收率得到甲矽烷基膦化合物。相

對於此，比較例 1 以及 2 雖然可以得到與實施例 1 以及 2 同程度的產率，但所得者的純度差。

進而於實施例 1 以及 2，作為雜質的一般式 (2) ~ (7) 所表示的化合物之量極為微量，顯示出遠低於比較例 1 以及 2 的量。

【0078】 〈實施例 3〉

作為有機溶媒，使用於真空條件下加熱並脫氣以及脫水的 1-辛烯（以質量基準的水分量 5.4ppm）。此有機溶媒 89.2 質量份與實施例 1 所得的甲矽烷基膦化合物 10.8 質量份於氮氣環境下於密閉空間中混合，得到甲矽烷基膦化合物溶液。將其就此填充至密閉容器，經過 12 小時後，所得的溶液之式 (2) ~ (7) 的化合物的量以下述方法測定。結果表示於第 3 表。尚且，水分量使用卡爾費雪水分計（京都電子製 MKC610）測定。

水分量測定方法：

使用試藥：將 Aquamicon AS（產生液），相對電極液 Aquamicon CXU（相對電極液）置入測定室（cell），使其充分穩定化。穩定化之後，於經氮取代的 5ml 以上之氣密注射器採取 5g 的液體，導入產生液並進行測定。

【0079】（溶液中的式 (2) ~ (7) 的化合物的量之測定方法）

藉由 ^{31}P -NMR 分析測定溶液中的前述式 (1)、(2)、(3)、(5)、(6) 以及 (7) 的個別所表示的化合物的含量。 ^{31}P -NMR 的測定條件，如同下述製備試料。除此之外與上述液體的藉由 ^{31}P -NMR 的分析條件相同。相對於式 (1) 所表示化合物之式

(2)、(3)、(5)、(6) 以及 (7) 的化合物 (R 都為甲基) 的比例如下述第 3 表所示。

(^{31}P -NMR 的測定試料的製備方法)

於惰性環境下製作溶液 0.4ml 與氙化苯 0.2ml 混合的試樣管。

【0080】而且藉由氣相層析儀分析溶液中的式 (1) 以及式 (4) 所表示的化合物 (R 為甲基) 的含量。氣相層析儀的測定條件，除了將試樣變更為下述製備方法與注入量以外，與上述 TMSP 液體的藉由氣相層析儀的分析條件相同。相對於式 (1) 所表示化合物之式 (4) 的化合物的比例如下述第 3 表所示。

(氣相層析儀的測定試料的製備方法)

於惰性環境中在 10mL 的脫水級己烷中混合 1ml 的 TMSP 稀釋溶液以調整溶液。以注射器將測定試料 $1.0\ \mu\text{L}$ 注入氣相層析儀並測定。

【0081】〈實施例 4〉

作為有機溶媒，使用藉由蒸餾而經脫氣以及脫水處理之三辛基磷 (以質量基準的水分量為 5ppm 以下)。而且使用實施例 2 所得的甲矽烷基磷化合物取代實施例 1 所得的甲矽烷基磷化合物。除了此點之外，以與實施例 3 相同的得到甲矽烷基磷化合物溶液。所得的溶液中的相對於式 (1) 的化合物之式 (2) ~ (7) 的化合物之比例，以與實施例 3 相同的進行測定，表示於第 3 表。

【0082】〈參考例 1〉

使用未經脫氣以及脫水處理的 1-辛烯 (以質量基準的水分

量為 40ppm 作為有機溶媒。除了此點之外，以與實施例 3 相同的得到甲矽烷基磷化合物。所得的溶液中的相對於式（1）的化合物之式（2）～（7）的化合物之比例，與實施例 3 相同的進行測定，表示於第 3 表。

【0083】 [第 3 表]

	一般式(2) 所表示的 化合物	一般式(3) 所表示的 化合物	一般式(4) 所表示的 化合物	一般式(5) 所表示的 化合物	一般式(6) 所表示的 化合物	一般式(7) 所表示的 化合物
	(莫耳%)	(莫耳%)	(莫耳%)	(莫耳%)	(莫耳%)	(莫耳%)
實施例 3	0.15	N.D.	0.08	N.D.	N.D.	0.10
實施例 4	0.20	N.D.	0.10	0.05	0.05	0.21
參考例 1	0.45	N.D.	0.32	0.21	0.25	0.10

【0084】 如第 3 表所示，可判斷藉由在水分量降低的有機溶媒中混合甲矽烷基磷化合物，能夠將溶液中的式（2）～（7）所表示的化合物的量維持在低等級。

【產業上的可利用性】

【0085】 本發明的甲矽烷基磷化合物的製造方法，不僅安全性高，且能夠提升反應率並有效的抑制雜質的生成。因此本製造方法能夠以工業上有利的方法製造作為磷化銦量子點或化學合成的原料有用之甲矽烷基磷化合物。而且，本發明的甲矽烷基磷化合物，作為磷化銦量子點或化學合成的原料而有用。

【符號說明】

無。

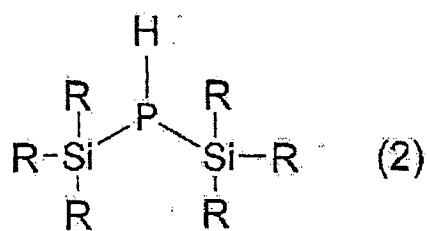
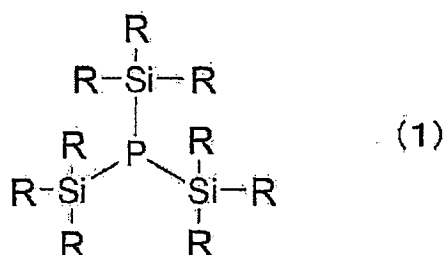
發明摘要

【發明名稱】（中文/英文）

甲矽烷基膦化合物的製造方法及甲矽烷基膦化合物

【中文】

本發明的甲矽烷基膦化合物的製造方法具有：第一步驟，將相對介電常數為 4 以下的溶媒、鹼性化合物、甲矽烷基化劑與膦混合以得到含甲矽烷基膦化合物的溶液；第二步驟，由含甲矽烷基膦化合物的溶液去除溶媒以得到甲矽烷基膦化合物的濃縮液；第三步驟，藉由蒸餾甲矽烷基膦化合物的濃縮液以得到甲矽烷基膦化合物。而且，本發明的甲矽烷基膦化合物為下述一般式（1）所表示的甲矽烷基膦化合物，下述一般式（2）所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳%以下。



（式的註釋參照說明書）

【英文】

無。

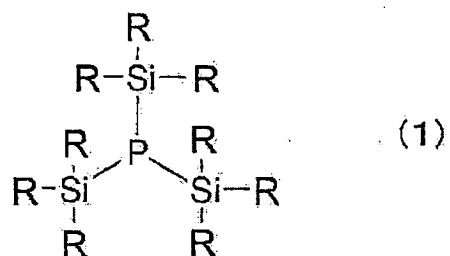
【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（1）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無。

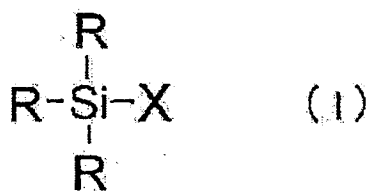
【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：



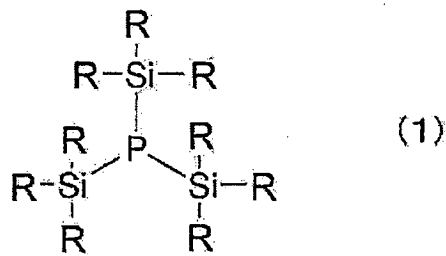
（R 個別獨立為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或碳數 6 以上且 10 以下的芳基。）

申請專利範圍

1. 一種甲矽烷基膦化合物的製造方法，具有：
- 第一步驟，將相對介電常數為 4 以下的溶媒、鹼性化合物、甲矽烷基化劑與膦混合以得到含甲矽烷基膦化合物的溶液；
- 第二步驟，由含甲矽烷基膦化合物的溶液去除溶媒以得到甲矽烷基膦化合物的濃縮液；以及
- 第三步驟，藉由蒸餾甲矽烷基膦化合物的濃縮液以得到甲矽烷基膦化合物。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中甲矽烷基化劑為下述一般式 (I) 所表示的化合物，甲矽烷基膦化合物為下述一般式 (1) 所表示的化合物：



R 個別獨立為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或碳數 6 以上且 10 以下的芳基，X 為由氟磺酸基、氟烷烴磺酸基、烷烴磺酸基以及過氯酸基選擇至少一種的基；



R 與一般式 (I) 相同。

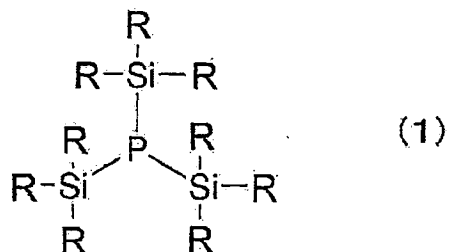
3. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述溶媒選自戊烷、正己烷、正庚烷、正辛烷、

環己烷、苯、甲苯以及對二甲苯的 1 種或 2 種以上。

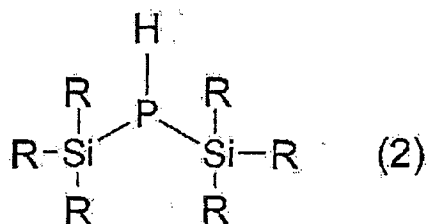
4. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述鹼性化合物選自甲基胺、二甲基胺、三甲基胺、乙基胺、二乙基胺、三乙基胺、乙烯二胺、苯胺、甲苯胺、吡啶以及哌啶的 1 種或 2 種以上。
5. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述甲矽烷基化劑選自三氟甲烷磺酸三甲基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三乙基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三丁基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三異丙基甲矽烷基酯以及三氟甲烷磺酸三苯基甲矽烷基酯的 1 種或 2 種以上。
6. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中於前述第一步驟中，以相對於膦為 3 倍莫耳以上且 6 倍莫耳以下的量的鹼性化合物與膦混合。
7. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中於前述第一步驟中，以相對於膦為 3 倍莫耳以上且 6 倍莫耳以下的量的甲矽烷基化劑與膦混合。
8. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述甲矽烷基膦化合物為參（三甲基甲矽烷基）膦。
9. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述第 1 步驟於惰性環境下進行。
10. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中將第三步驟所得的甲矽烷基膦化合物與脫水後的有機溶媒混合，得到分散於有機溶媒狀態的甲矽烷基膦化

合物。

- 11.一種甲矽烷基磷化合物，為下述一般式（1）所表示的甲矽烷基磷化合物，下述一般式（2）所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳 % 以下：

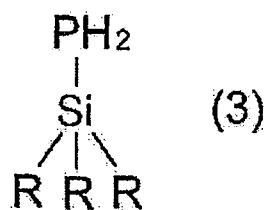


R 個別獨立為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或碳數 6 以上且 10 以下的芳基；



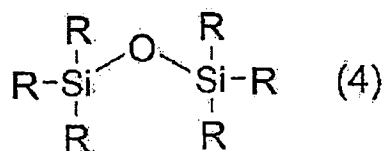
R 與一般式（1）相同。

- 12.如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式（3）所表示的化合物的含量為 0.1 莫耳 % 以下：



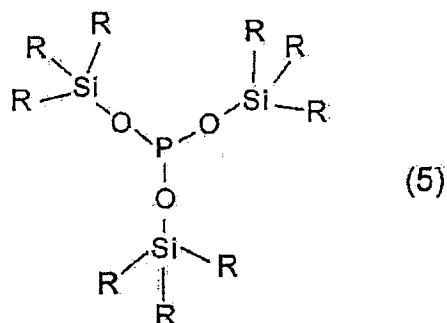
R 與一般式（1）相同。

- 13.如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式（4）所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳 % 以下：



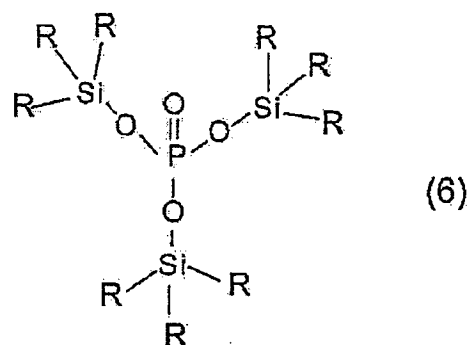
R 與一般式 (1) 相同。

14. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式 (5) 所表示的化合物的含量為 0.05 莫耳%以下：



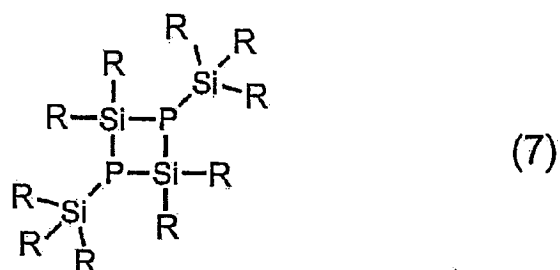
R 與一般式 (1) 相同。

15. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式 (6) 所表示的化合物的含量為 0.05 莫耳%以下：



R 與一般式 (1) 相同。

16. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式 (7) 所表示的化合物的含量為 0.2 莫耳%以下：



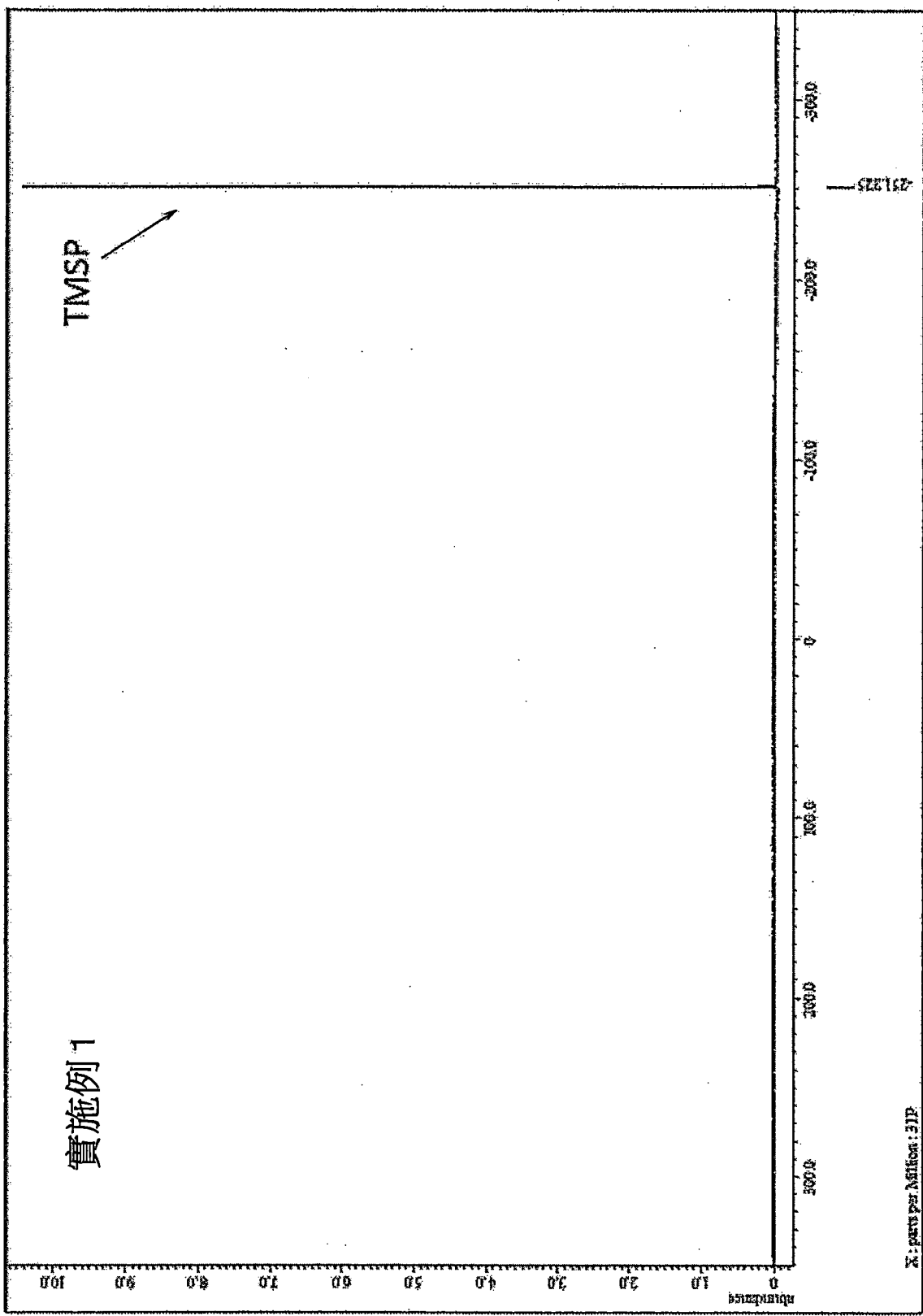
R 與一般式 (1) 相同。

17. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其以分

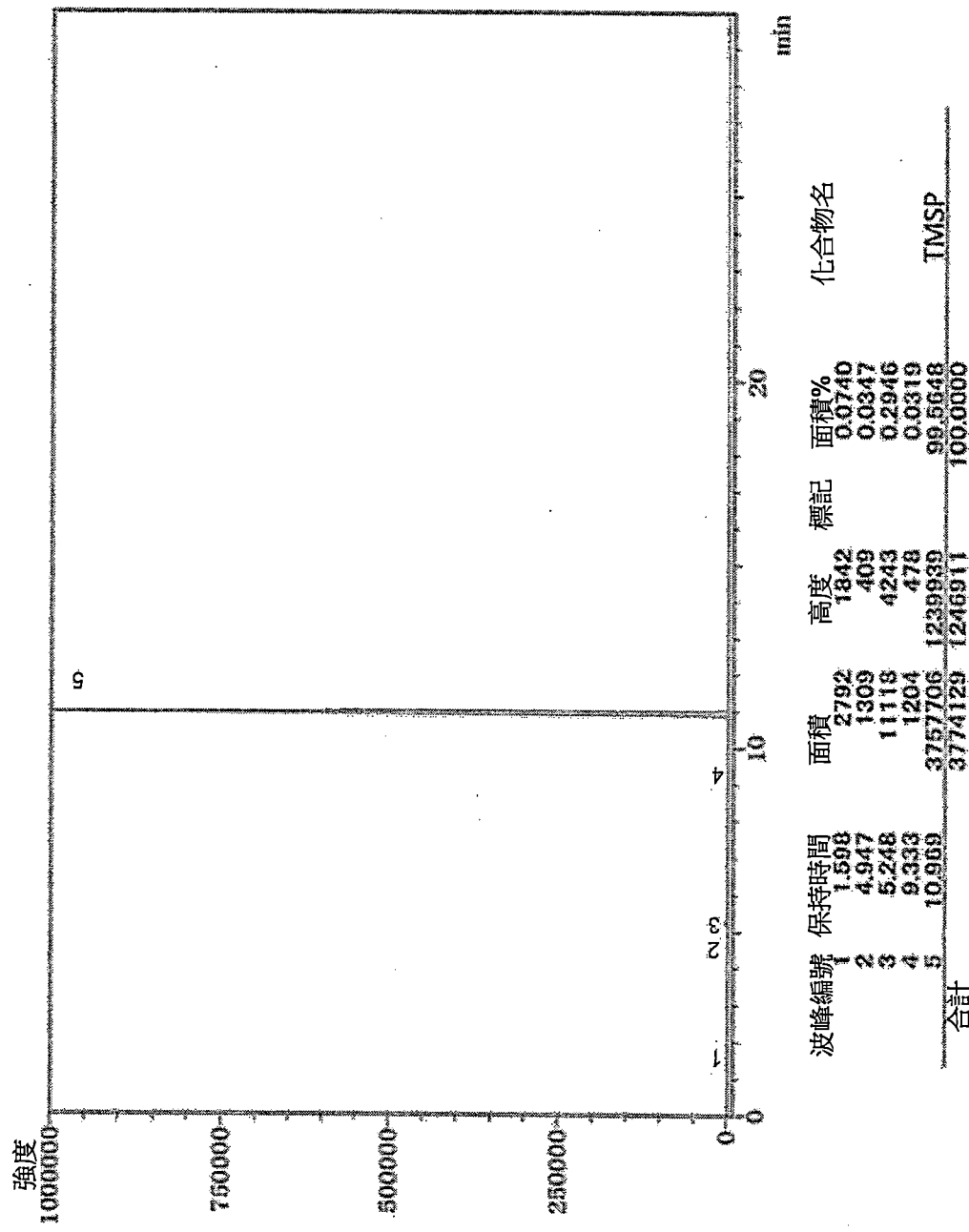
散在有機溶媒中的狀態存在。

18.如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基膦化合物，其用於
磷化銦的原料。

圖式



第1圖



第2圖

為烷基的取代基，可舉出羥基、鹵素原子、氰基、氨基等，作為芳基的取代基，可舉出碳數 1 以上且 5 以下的烷基、碳數 1 以上且 5 以下的烷氧基、羥基、鹵素原子、氰基、氨基等。芳基被烷基或烷氧基取代的情形，芳基的碳數中亦包含此些烷基或烷氧基的碳數。

【0015】一般式 (1) 的複數的 R 可相同亦可不同 (後述的一般式 (I) 以及一般式 (2) ~ (7) 的各式中亦相同)。而且，一般式 (1) 中存在的 3 個甲矽烷基 ($-\text{SiR}_3$) 可相同亦可不同。作為一般式 (1) 所表示的甲矽烷基膦化合物，由合成反應時作為磷源與其他分子的反應性優良的觀點，較佳 R 為碳數 1 以上且 4 以下的烷基或是無取代或經碳數 1 以上且 4 以下的烷基取代的苯基者，特佳為三甲基甲矽烷基。

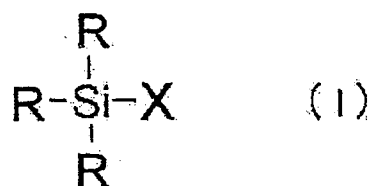
【0016】本製造方法具有第一步驟、第二步驟以及第三步驟。首先說明第一步驟。

(第一步驟)

本步驟將甲矽烷基化劑、鹼性化合物、相對介電常數為 4 以下的溶媒與膦混合，得到含甲矽烷基膦化合物的溶液。特別是，由各成分的混合容易性、作業性、安全性的觀點，較佳是具有甲矽烷基化劑、鹼性化合物、相對介電常數為 4 以下的溶媒之混合溶液與膦混合所得的含甲矽烷基膦化合物的溶液。特別是，較佳藉由在該混合溶液中導入膦，將該混合溶液與膦混合以得到含甲矽烷基膦化合物的溶液。

【0017】作為甲矽烷基化劑，例如是由與膦的反應性之觀點，較佳為下述一般式 (I) 所表示的化合物。

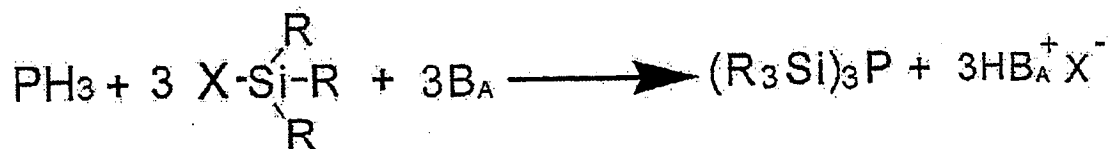
[化 4]



(R 與一般式 (1) 相同, X 為由氟磺酸基、氟烷烴磺酸基、烷烴磺酸基以及過氯酸基選擇至少一種。)

【0018】甲矽烷基化劑為一般式 (I) 所表示的化合物的情形之本實施型態的反應的一例以下述反應式表示。

【0019】 [化 5]



相對介電常
數為 4 以下
的溶媒

(前述式中, R 以及 X 與一般式 (I) 相同, B_A 為 1 價的鹼。)

【0020】 X 所表示的氟磺酸基亦以「-OSO₂F」表示。作為 X 所表示的氟烷烴磺酸基可舉出全氟烷烴磺酸基。例如是三氟甲烷磺酸基 (-OSO₂CF₃)、五氟乙烷磺酸基 (-OSO₂C₂F₅)、七氟丙烷磺酸基 (-OSO₂C₃F₇)、九氟丁烷磺酸基 (-OSO₂C₄F₉)、十一氟戊烷磺酸基 (-OSO₂C₅F₁₁)。作為 X 所表示的烷烴磺酸基, 可舉出甲烷磺酸基 (-OSO₂CH₃)、乙烷磺酸基 (-OSO₂C₂H₅)、丙烷磺酸基 (-OSO₂C₃H₇)、丁烷磺酸基 (-OSO₂C₄H₉)、戊烷磺酸基 (-OSO₂C₅H₁₁) 等。X 所表示的過氯酸基亦以「-OCIO₃」表示。此些的式中「-」表示結合鍵。

【0021】作為甲矽烷基化劑, 由反應性優良的觀點, 較佳

際的液溫，由有效率的去除溶媒的觀點以及防止甲矽烷基膦化合物的分解或變質的觀點，最高液溫較佳為 20℃ 以上且 140℃ 以下，更佳為 25℃ 以上且 90℃ 以下。基於同樣的觀點，減壓時的壓力（最低壓力）以絕對壓基準較佳為 2kPa 以上且 20kPa 以下，更佳為 5kPa 以上且 10kPa 以下。濃縮較佳為在惰性環境下進行。

【0047】相對於第二步驟開始時的前述溶液之甲矽烷基膦化合物的量，第二步驟後的含甲矽烷基膦化合物的溶液之甲矽烷基膦化合物的量其減少比例較佳為 5 質量%以下，更佳為 1 質量%以下。此量能夠以 ^{31}P -NMR 測定。由提昇產率的觀點，第二步驟所得的濃縮液的質量較佳為第一步驟所得的含甲矽烷基膦化合物的溶液之質量的 10%以上，由降低接續的第三步驟中殘存的溶媒量並提高純度的觀點，較佳為 50%以下。

【0048】（第三步驟）

其次，進行對第二步驟所得的濃縮液蒸餾的第三步驟。蒸餾的條件為甲矽烷基膦化合物氣化的條件，由目的化合物的分離性優良的觀點，蒸餾溫度（塔頂溫度）較佳為 50℃ 以上。由目的化合物的分解抑制或品質維持的觀點，蒸餾溫度較佳為 150℃ 以下。基於此些觀點，蒸餾溫度較佳為 50℃ 以上且 150℃ 以下，更佳為 70℃ 以上且 120℃ 以下。

【0049】由可效率良好的回收純度高的目的化合物的觀點，蒸餾之際的壓力以絕對壓基準較佳為 0.01kPa 以上。而且由能夠抑制甲矽烷基膦化合物的分解或變質、容易高純度以及高產率的獲得甲矽烷基膦化合物的觀點，蒸餾之際的壓力以絕

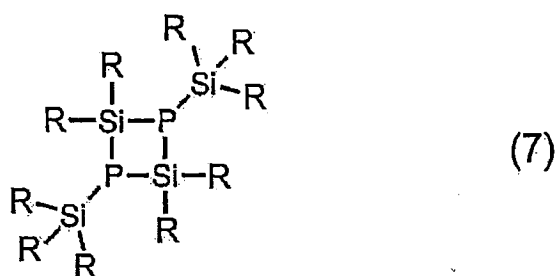
對壓基準較佳為 5kPa 以下。基於此些觀點，蒸餾之際的較佳為壓力較佳為 0.01kPa 以上且 5kPa 以下，更佳為 0.1kPa 以上且 4kPa 以下。蒸餾較佳為在惰性環境下進行。

【0050】由於初餾分包含溶媒、鹼性化合物、甲矽烷基化劑或各成分的微量分解物，藉由去除此些，能夠提昇純度。

【0051】第三步驟後，相對於第三步驟開始時的含甲矽烷基磷化合物的溶液之甲矽烷基磷化合物的量，甲矽烷基磷化合物氯化後之蒸餾殘液的甲矽烷基磷化合物的量其減少比例較佳為 90 質量%以上，更佳為 95 質量%以上。此量能夠以 ^{31}P -NMR 測定。

【0052】於本步驟中，能夠去除下述一般式 (7) 所表示的化合物。此一般式 (7) 所表示的化合物為甲矽烷基化劑與磷的反應之副產物，藉由第三步驟的蒸餾而作為高沸點成分去除。

【0053】[化 11]



(R 與一般式 (1) 相同。)

【0054】藉由以上第三步驟，得到作為目的甲矽烷基磷化合物。所得的甲矽烷基磷化合物為粉末狀等的固體狀，在極力排除與氧、水分等接觸之環境下，以液體或固體狀保管，或是以分散於適切的溶媒之分散液狀保管。分散液中亦包含溶液。

【0055】 使甲矽烷基磷化合物分散的溶媒為有機溶媒，由防止水的混入且防止甲矽烷基磷化合物的分解的觀點，特別是非極性溶媒為佳。作為非極性溶媒，例如是可舉出飽和脂肪族烴、不飽和脂肪族烴、芳香族烴化合物、三烷基磷等。作為飽和脂肪族烴，可舉出正己烷、正庚烷、正辛烷、正壬烷、正癸烷、正十二烷、正十六烷、正十八烷。作為不飽和脂肪族烴，可舉出 1-十一烯、1-十二烯、1-十六烯、1-十八烯等。作為芳香族烴，可舉出苯、甲苯、二甲苯、苯乙烯等。作為三烷基磷，可舉出三乙基磷、三丁基磷、三癸基磷、三己基磷、三辛基磷、三-十二基磷、等。由能夠安定的保管以及搬運等的操作具有自然發火性的甲矽烷基磷化合物之觀點，較佳使甲矽烷基磷化合物分散的溶媒的沸點高。有機溶媒的較佳沸點為 50℃ 以上，更佳為 60℃ 以上。作為有機溶媒的沸點的上限，由對將其作為原料製造的有機合成品或量子點的物性之影響的觀點，較佳為 270℃ 以下（絕對壓 0.1kpa）。

【0056】 由防止與水反應所致的甲矽烷基磷化合物的分解以及因其所致的雜質的生成之觀點，溶媒較佳是在使甲矽烷基磷化合物分散前充分的脫水。該溶媒中的水分量，以質量基準較佳為 20ppm 以下，更佳為 10ppm 以下。水分量能夠以後述實施例記載的方法測定。

為了成為此種條件，例如是將溶媒於減壓下或真空條件下加熱並脫氣以及脫水後，在氮氣環境下與甲矽烷基磷化合物混合的同時填充於氣密容器。

藉由此些的處理，能夠容易得到雜質充分降低的甲矽烷基

磷化合物的分散液。

甲矽烷基磷化合物的分散液中，甲矽烷基磷化合物的比例較佳為 3 質量%以上且 50 質量%以下，更佳為 8 質量%以上且 30 質量%以下。

【0057】 其次說明本發明的甲矽烷基磷化合物。

本發明的甲矽烷基磷化合物為習知難以去除的雜質即一般式（2）所表示的化合物之量極為少者。具體而言，本發明的甲矽烷基磷化合物的一般式（2）所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳%以下，更佳為 0.3 莫耳%以下。本發明的甲矽烷基磷化合物藉由降低習知難以去除的雜質量，能夠有效的防止將其作為原料製造的有機合成品或量子點的物性受損，或是所得的製品的物性受損此種的弊害。為了使一般式（2）所表示的化合物為前述上限以下，亦可以一邊依前述本發明的製造方法製造一般式（1）所表示的化合物，並調整甲矽烷基化劑與磷的量比。一般式（2）所表示的化合物的含量，為相對於一般式（1）所表示化合物的比例。一般式（1）所表示的化合物以及一般式（2）所表示的化合物的含量，可藉由利用 ^{31}P -NMR 分析的例如是後述實施例所記載的方法測定。

【0058】 進而，本發明的甲矽烷基磷化合物的習知難以去除的其他雜質之量極為少此點，作為量子點或化學合成的原料為佳。

【0059】 具體而言，前述一般式（3）所表示的化合物的含量較佳為 0.1 莫耳%以下，更佳為 0.08 莫耳%以下，特佳為 0.05 莫耳%以下。於此情形，本發明的甲矽烷基磷化合物藉由降低

【0065】 上述式 (2) ~ (7) 所表示的化合物的相對於式 (1) 的較佳比例，適用於甲矽烷基膦化合物作為粉末等固體形狀存在的情形，亦適用於分散在溶媒中存在的情形。

亦即是，於前者的情形，上述所舉的式 (2) ~ (7) 所表示的化合物的較佳莫耳比意味著由甲矽烷基膦化合物所構成的粉末等的固體中的式 (2) ~ (7) 所表示的化合物相對於式 (1) 的化合物之莫耳比。於後者的情形，上述較佳莫耳比意味著分散有甲矽烷基膦化合物的分散液中的式 (2) ~ (7) 所表示的化合物相對於式 (1) 的化合物之莫耳比。

【0066】 如同上述之本發明的製造方法所得的甲矽烷基膦化合物以及本發明的甲矽烷基膦化合物，極力抑制雜質的混入，防止著色或分解。依此，該甲矽烷基膦化合物作為有機合成（例如是磷雜苯等的製造）或磷化銦的製造原料使用的情形，能夠有效的防止製造反應的阻害或產率降低、所得的有機化合物或磷化銦的物性降低等不良影響。

【實施例】

【0067】 以下例舉實施例以更詳細的說明本發明，但本發明並不限定於此。

【0068】 〈實施例 1〉

在反應容器內置入經脫氣及脫水的甲苯（以質量基準的水分含量為 20ppm 以下）189.8kg 後，置入三乙基胺 82kg 與三氟甲烷磷酸三甲基甲矽烷基酯 149.5kg，將反應容器內置換為氮氣後，將液溫調整為 30℃。

將膦氣體經 3 小時通入反應容器內 7.4kg，將液溫調整為

35℃ 之後，進行 4 小時的老化。

將所得的反應溶液 424.9kg 分離為二層，為了利用上層而靜置 12 小時後，將下層萃取。上層為了去除低沸點成分而藉由濃縮罐於減壓下，以最終壓力以絕對壓基準成為 6.3Kpa、液溫成為 70℃ 為止進行濃縮，並得到 60.1kg 的濃縮液。相對於第二步驟開始時的前述溶液之甲矽烷基膦化合物的量，第二步驟後的含甲矽烷基膦化合物的溶液之甲矽烷基膦化合物的量其減少比例為 3.2 質量%。

所得的濃縮液於 0.5KPa 的減壓下，以塔頂溫度 85℃ 蒸餾，去除初餾份後，回收中餾份 49.3kg，得到回收物。第三步驟後，相對於第三步驟開始時的含甲矽烷基膦化合物的溶液之甲矽烷基膦化合物的量，將甲矽烷基膦化合物氯化後的蒸餾殘液之甲矽烷基膦化合物的量其減少比例為 93 質量%。

藉由下述條件的 ^{31}P -NMR 分析，確認回收物（液體）為參（三甲基甲矽烷基）膦（TMSP），並測定其純度以及產率。結果如下述第 1 表所示。而且，藉由 ^{31}P -NMR 分析所得的質譜表示於第 1 圖。於第 1 圖中，目的物的 TMSP 的波峰於 δ -251.225ppm 觀察到。而且於第 1 圖未觀察到式（2）～式（7）所表示的化合物，於前述條件的 ^{31}P -NMR 分析，通常前述式（2）所表示的化合物（R 為甲基）的波峰位置為 δ -237.4（d, $j=186\text{Hz}$ ）ppm，前述式（3）所表示的化合物（R 為甲基）的波峰位置為 δ -239 $\pm$ 2.0（q, $j=180\text{Hz}$ ）ppm，前述式（5）所表示的化合物（R 為甲基）的波峰位置為 115.1ppm，前述式（6）所表示的化合物（R 為甲基）的波峰位置：24.2ppm，前述式

對於此，比較例 1 以及 2 雖然可以得到與實施例 1 以及 2 同程度的產率，但所得者的純度差。

進而於實施例 1 以及 2，作為雜質的一般式 (2) ~ (7) 所表示的化合物之量極為微量，顯示出遠低於比較例 1 以及 2 的量。

【0078】 〈實施例 3〉

作為有機溶媒，使用於真空條件下加熱並脫氣以及脫水的 1-辛烯（以質量基準的水分量 5.4ppm）。此有機溶媒 89.2 質量份與實施例 1 所得的甲矽烷基磷化合物 10.8 質量份於氮氣環境下於密閉空間中混合，得到甲矽烷基磷化合物溶液。將其就此填充至密閉容器，經過 12 小時後，所得的溶液之式 (2) ~ (7) 的化合物的量以下述方法測定。結果表示於第 3 表。尚且，水分量使用卡爾費雪水分計（京都電子製 MKC610）測定。

水分量測定方法：

使用試藥：將 Aquamicon AS（產生液），Aquamicon CXU（相對電極液）置入測定室（cell），使其充分穩定化。穩定化之後，於經氮取代的 5ml 以上之氣密注射器採取 5g 的液體，導入產生液並進行測定。

【0079】（溶液中的式 (2) ~ (7) 的化合物的量之測定方法）

藉由 ^{31}P -NMR 分析測定溶液中的前述式 (1)、(2)、(3)、(5)、(6) 以及 (7) 的個別所表示的化合物的含量。 ^{31}P -NMR 的測定條件，如同下述製備試料。除此之外與上述液體的藉由 ^{31}P -NMR 的分析條件相同。相對於式 (1) 所表示化合物之式

(2)、(3)、(5)、(6) 以及 (7) 的化合物 (R 都為甲基) 的比例如下述第 3 表所示。

(^{31}P -NMR 的測定試料的製備方法)

於惰性環境下製作溶液 0.4ml 與氬化苯 0.2ml 混合的試樣管。

【0080】而且藉由氣相層析儀分析溶液中的式 (1) 以及式 (4) 所表示的化合物 (R 為甲基) 的含量。氣相層析儀的測定條件，除了將試樣變更為下述製備方法與注入量以外，與上述 TMSP 液體的藉由氣相層析儀的分析條件相同。相對於式 (1) 所表示化合物之式 (4) 的化合物的比例如下述第 3 表所示。

(氣相層析儀的測定試料的製備方法)

於惰性環境中在 10mL 的脫水級己烷中混合 1ml 的 TMSP 稀釋溶液以製備溶液。以注射器將測定試料 1.0 μL 注入氣相層析儀並測定。

【0081】〈實施例 4〉

作為有機溶媒，使用藉由蒸餾而經脫氣以及脫水處理之三辛基磷 (以質量基準的水分量為 5ppm 以下)。而且使用實施例 2 所得的甲矽烷基磷化合物取代實施例 1 所得的甲矽烷基磷化合物。除了此點之外，以與實施例 3 相同的得到甲矽烷基磷化合物溶液。所得的溶液中的相對於式 (1) 的化合物之式 (2) ~ (7) 的化合物之比例，以與實施例 3 相同的進行測定，表示於第 3 表。

【0082】〈參考例 1〉

使用未經脫氣以及脫水處理的 1-辛烯 (以質量基準的水分

量為 40ppm) 作為有機溶媒。除了此點之外，以與實施例 3 相同的得到甲矽烷基磷化合物。所得的溶液中的相對於式 (1) 的化合物之式 (2) ~ (7) 的化合物之比例，與實施例 3 相同的進行測定，表示於第 3 表。

【0083】 [第 3 表]

	一般式(2) 所表示的 化合物	一般式(3) 所表示的 化合物	一般式(4) 所表示的 化合物	一般式(5) 所表示的 化合物	一般式(6) 所表示的 化合物	一般式(7) 所表示的 化合物
	(莫耳%)	(莫耳%)	(莫耳%)	(莫耳%)	(莫耳%)	(莫耳%)
實施例 3	0.15	N.D.	0.08	N.D.	N.D.	0.10
實施例 4	0.20	N.D.	0.10	0.05	0.05	0.21
參考例 1	0.45	N.D.	0.32	0.21	0.25	0.10

【0084】 如第 3 表所示，可判斷藉由在水分量降低的有機溶媒中混合甲矽烷基磷化合物，能夠將溶液中的式 (2) ~ (7) 所表示的化合物的量維持在低等級。

【產業上的可利用性】

【0085】 本發明的甲矽烷基磷化合物的製造方法，不僅安全性高，且能夠提升反應率並有效的抑制雜質的生成。因此本製造方法能夠以工業上有利的方法製造作為磷化銦量子點或化學合成的原料有用之甲矽烷基磷化合物。而且，本發明的甲矽烷基磷化合物，作為磷化銦量子點或化學合成的原料而有用。

【符號說明】

無。

申請專利範圍

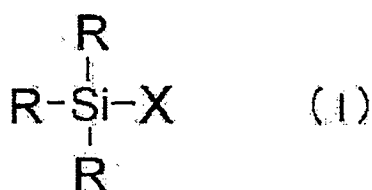
1. 一種甲矽烷基磷化合物的製造方法，具有：

第一步驟，將相對介電常數為 4 以下的溶媒、鹼性化合物、甲矽烷基化劑與磷混合以得到含甲矽烷基磷化合物的溶液；

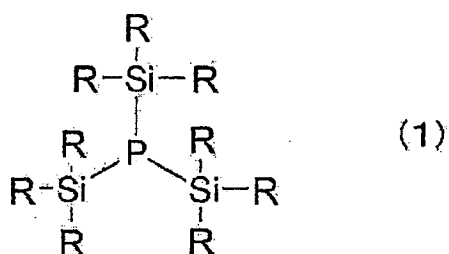
第二步驟，由含甲矽烷基磷化合物的溶液去除溶媒以得到甲矽烷基磷化合物的濃縮液；以及

第三步驟，藉由蒸餾甲矽烷基磷化合物的濃縮液以得到甲矽烷基磷化合物。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基磷化合物的製造方法，其中甲矽烷基化劑為下述一般式 (I) 所表示的化合物，甲矽烷基磷化合物為下述一般式 (1) 所表示的化合物：



R 個別獨立為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或碳數 6 以上且 10 以下的芳基，X 為由氟磺酸基、氟烷烴磺酸基、烷烴磺酸基以及過氯酸基選擇至少一種的基；



R 與一般式 (I) 相同。

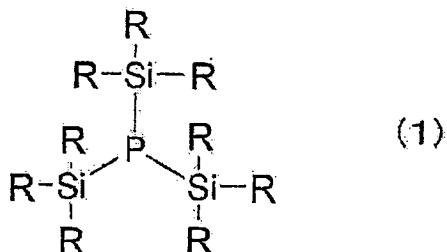
3. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基磷化合物的製造方法，其中前述溶媒選自戊烷、正己烷、正庚烷、正辛烷、

環己烷、苯、甲苯以及對二甲苯的 1 種或 2 種以上。

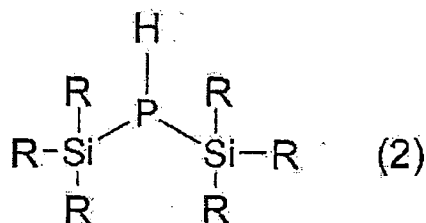
4. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述鹼性化合物選自甲基胺、二甲基胺、三甲基胺、乙基胺、二乙基胺、三乙基胺、乙烯二胺、苯胺、甲苯胺、吡啶以及哌啶的 1 種或 2 種以上。
5. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述甲矽烷基化劑選自三氟甲烷磺酸三甲基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三乙基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三丁基甲矽烷基酯、三氟甲烷磺酸三異丙基甲矽烷基酯以及三氟甲烷磺酸三苯基甲矽烷基酯的 1 種或 2 種以上。
6. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中於前述第一步驟中，以相對於膦為 3 倍莫耳以上且 6 倍莫耳以下的量的鹼性化合物與膦混合。
7. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中於前述第一步驟中，以相對於膦為 3 倍莫耳以上且 6 倍莫耳以下的量的甲矽烷基化劑與膦混合。
8. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述甲矽烷基膦化合物為參（三甲基甲矽烷基）膦。
9. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中前述第一步驟於惰性環境下進行。
10. 如申請專利範圍第 1 項所述的甲矽烷基膦化合物的製造方法，其中將第三步驟所得的甲矽烷基膦化合物與脫水後的有機溶媒混合，得到分散於有機溶媒狀態的甲矽烷基膦化

合物。

11. 一種甲矽烷基磷化合物，為下述一般式（1）所表示的甲矽烷基磷化合物，下述一般式（2）所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳 % 以下：

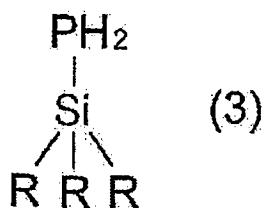


R 個別獨立為碳數 1 以上且 5 以下的烷基或碳數 6 以上且 10 以下的芳基；



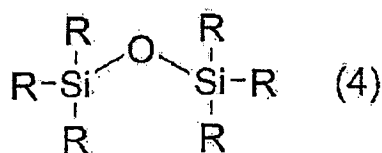
R 與一般式（1）相同。

12. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式（3）所表示的化合物的含量為 0.1 莫耳 % 以下：



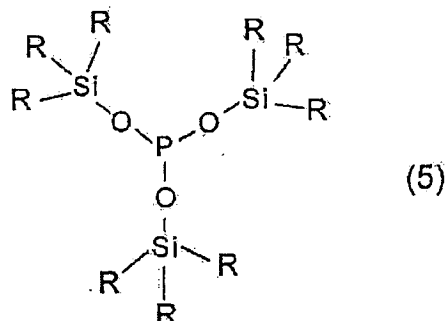
R 與一般式（1）相同。

13. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式（4）所表示的化合物的含量為 0.5 莫耳 % 以下：



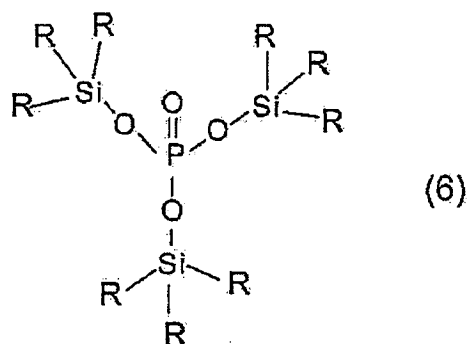
R 與一般式 (1) 相同。

14. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式 (5) 所表示的化合物的含量為 0.05 莫耳 % 以下：



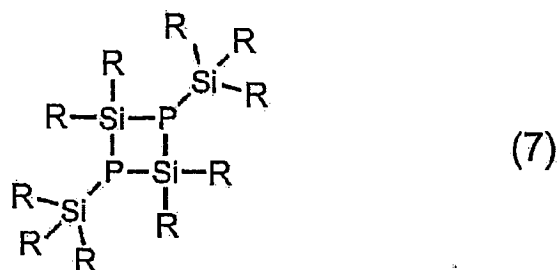
R 與一般式 (1) 相同。

15. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式 (6) 所表示的化合物的含量為 0.05 莫耳 % 以下：



R 與一般式 (1) 相同。

16. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其中下述一般式 (7) 所表示的化合物的含量為 0.2 莫耳 % 以下：



R 與一般式 (1) 相同。

17. 如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其以分

散在有機溶媒中的狀態存在。

18.如申請專利範圍第 11 項所述的甲矽烷基磷化合物，其用於
磷化銦的原料。