



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

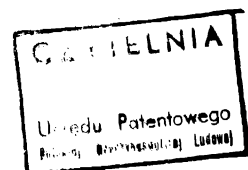
Int. Cl.³ C07F 9/38

Zgłoszono: 14.04.80 (P. 223476)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 27.03.81

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1983



Twórca wynalazku: Józef Oleksyszyn

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania N-fosfonometyloglicyny

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania N-fosfonometyloglicyny, znajdującej zastosowanie jako substancja aktywna w herbicydach skutecznych przeciw perzowi.

Znane sposoby wytwarzania N-fosfonometyloglicyny polegają na reakcji alkilowania glicyny kwasem chlorometanofosfonowym albo reakcji fosfonometylowania glicyny lub kwasu iminodwuoctowego. Reakcji alkilowania glicyny kwasem chlorometanofosfonowym towarzyszy niekorzystny proces wymiany chlorowca na grupę hydroksylową. Tworzący się kwas hydroksymetanofosfonowy jest niepożądanym produktem ubocznym, obniżającym wydajność reakcji. Ponadto wydzielenie N-fosfonometyloglicyny z mieszaniny poreakcyjnej jest trudne i wymaga dodatkowych operacji. Mieszaninę poreakcyjną zakwasza się, w wyniku czego N-fosfonometyloglicyna krystalizuje z roztworu. Na skutek obecności kwasu hydroksymetanofosfonowego produkt końcowy jest zanieczyszczony i nie wypada z roztworu ilościowo. Wydajność całego procesu wynosi do około 50%. Reakcje fosfonometylowania glicyny lub kwasu iminodwuoctowego prowadzą do wytworzenia cząstek związku, z których w celu wytworzenia N-fosfonometyloglicyny, należy usunąć grupę fosfonometylenową lub metylenokarboksylową. Usuwanie tych grup realizuje się na drodze katalizycznej hydrolizy w różnych warunkach. Proces oczyszczania N-fosfonometyloglicyny wymaga usunięcia katalizatorów ze środowiska reakcji i zateżenia mieszaniny poreakcyjnej. Po zateżeniu i zakwaszeniu roztworu do pH = 1, N-fosfonometyloglicyna krystalizuje z roztworu. Te dodatkowe operacje zmniejszają wydajność całego procesu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że do alkalicznego roztworu kwasu aminometanofosfonowego dodaje się porcjami kwas halogenooctowy, a po przereagowaniu substratów mieszaninę poreakcyjną zakwasza się i wydziela wykrystalizowaną N-fosfonometyloglicynę. Korzystne jest stosowanie nadmiaru kwasu halogenooctowego w stosunku do ilości kwasu aminometanofosfonowego.

Wydajność procesu prowadzonego sposobem według wynalazku wynosi od 70% do 80%, a wyizolowanie N-fosfonometyloglicyny jest bardzo łatwe. Polega ono jedynie na zakwaszeniu mieszaniny poreakcyjnej i oddzieleniu czystej, wykrystalizowanej N-fosfonometyloglicyny.

Przedmiot wynalazku jest objaśniony w przykładzie wytwarzania N-fosfonometyloglicyny na drodze alkilowania kwasu aminometanofosfonowego kwasem chlorooctowym.

Przykład. Mieszaninę 16 g (0,4 M) wodorotlenku sodowego, 11,1 g (0,1 M) kwasu aminometanofosfonowego i 20 ml wody ogrzewa się do temperatury 313 K, otrzymując alkaliczny roztwór kwasu aminometanofosfonowego. Do roztworu tego dodaje się porcjami, energicznie mieszając, 11,3 g (0,12 M) kwasu chlorooctowego. W celu przyspieszenia reakcji mieszaninę ogrzewa się w temperaturze $(370 \pm 3)K$ przez 4

godziny. Po ochłodzeniu, do mieszaniny dodaje się około 20 ml stężonego kwasu solnego, w celu uzyskania roztworu o $\text{pH}=1$. Mieszaninę poreakcyjną pozostawia się na kilka godzin w lodówce, po czym odsącza się wykrystalizowany osad N-fosfonometyloglicyny, przemywa trzema porcjami zimnej wody i suszy. Otrzymuje się 12,8 g N-fosfonometyloglicyny o temperaturze topnienia 479–483 K, co stanowi 75% wydajności w stosunku do ilości kwasu aminometanofosfonowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania N-fosfonometyloglicyny, **znamienny tym**, że do alkalicznego roztworu kwasu aminometanofosfonowego dodaje się porcjami kwas halogenooctowy, a po przereagowaniu substratów mieszaninę poreakcyjną zakwasza się i wydziela wykrystalizowaną N-fosfonometyloglicynę.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że kwas halogenooctowy stosuje się w nadmiarze w stosunku do ilości kwasu aminometanofosfonowego.