

修正 85.10.12 (3)  
 補充 85年10月12日

申請日期	83. 03. 23.
案 號	83102549
類 別	C07F 9/38

中文說明書修正本 (85年10月)

A4  
C4

314522

(以上各欄由本局填註) Int. Cl. 6

## 發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	製造胺基甲磷酸之方法及其用途
	英 文	"PROCESS FOR THE MANUFACTURE OF AMINOMETHANEPHOSPHONIC ACID AND ITS USE"
二、發明 創作人	姓 名	1 肯尼思·理查·倫得思 2 保羅·喬治·雷拉思
	國 籍	均英國
	住、居所	1 英國約克夏郡胡得思菲市李茲路A38 郵政信箱胡得思菲工作站 2 英國約克夏郡胡得思菲市李茲路A38 郵政信箱胡得思菲工作站
三、申請人	姓 名 (名稱)	英商捷利康公司
	國 籍	英國
	住、居所 (事務所)	英國倫敦市史丹霍普路15號
	代 表 人 姓 名	蘇珊·珍·詹德

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

裝 訂 線

## 五、發明說明 ( )

本發明關於胺基甲膦酸的製法。

胺基甲膦酸為已知的化合物，為製備農業化學品有用的中間體。特定地說，已有人敘述過各種將胺基甲膦酸轉化成除草劑 N-亞磷羧甲基甘胺酸及其鹽的方法。例如，可從美國專利 4094928 號上找到典型的製法，該專利敘述用胺基甲膦酸或其烷基酯與乙二醛或乙醛酸酯反應生成羰基醛亞胺基甲膦酸酯，再藉還原與水解轉化成 N-亞磷羧甲基甘胺酸。其他還有已公佈的許多用胺基甲膦酸作起始物質製備 N-亞磷羧甲基甘胺酸的方法。

然而此類製法的在商業上的開發仍受缺乏製造起始物質胺基甲膦酸的經濟途徑的限制。本發明提供使用低成本並易於取得的起始物質製造胺基甲膦酸的方法。此外，本製法除了所需的胺基甲膦酸外，主產物是二氧化碳，所以本製法是於環境保護有益的。

根據本發明，提供一種製造胺基甲膦酸的方法，其包含：

- a) 於實質上不含水及非氧化性之條件下、於酮，氯化烴，芳香族溶劑，腈或無水羧酸或其酯之溶劑存在下，使具實質上化學計量比例之式

$R-CH_2-NH-CO-NH-CH_2-R'$  化合物與磷酸化劑反應，其中 R 及 R' 係相同且代表羥基或 C<sub>1-4</sub> 烷氧基，而該磷酸化劑係：

- (i) 三氯化磷，  
(ii) 磷酸，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

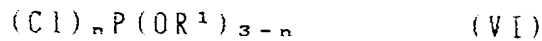
訂

線

## 五、發明說明 ( )

(iii) 亞磷酸二烷基酯，

(iv) 式 (VI) 化合物



或此等化合物之混合物，其中 n 是 1，R<sup>1</sup> 是 C<sub>1-7</sub> 烷基，  
或

(v) 三氯化磷與式 R<sup>1</sup>OH 醇的混合物，其中 R<sup>1</sup> 之定義  
同上，且每莫耳三氯化磷使用 1.8 至 2.2 莫耳的 R<sup>1</sup>OH 醇

然後

b) 將步驟 (a) 產物水解，生成胺基甲磷酸。

其中反應 (a) 係於 0℃ 至 50℃ 之溫度下進行，且其中水解  
反應 (b) 係於 100℃ 至 200℃ 之溫度下進行，壓力隨其調整  
。

雖則本發明不受任何特定理論的限制，仍相信化合物  
R-CH<sub>2</sub>-NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-R' [ 式 (I) ] 與磷酸化劑的反應是由  
R 及 R' 的反應產生磷酸化的或部分磷酸化的脲中間體，此  
中間體又於步驟 (b) 水解成胺基甲磷酸。下面方案 1 說明  
二羥甲基脲與三氯化磷的反應，方案 2 說明二羥甲基脲與  
氯氧次膦二甲酯之反應，下面會有詳細的敘述。

合適的 R 基團包括鹵素，羥基，C<sub>1-4</sub> 烷氧基（如甲氧基  
，乙氧基，及丁氧基）。但一般而言，從商業的觀點看，  
簡單的離去基較佳，是以 R 及 R' 都是羥基的二羥甲基脲是

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( )

特佳的起始物質。

在式(VI)之磷酸化劑中， $n$ 較佳是1。 $n$ 為1的式(VI)的化合物是已知的，可以無關重要的各種名稱說明，包括磷次氯化二烷基酯，氯亞磷酸二烷基酯及氯磷酸二烷基酯。此類化合物此處稱之為氯磷酸二烷基酯，例如氯磷酸二乙酯。

$R^1$ 基是未取代的 $C_{1-7}$ 烷基，如甲基，乙基，丙基，丁基及戊基。

式(VI)化合物可用三氯化磷與 $R^1OH$ 醇很方便地製得。例如 $n$ 為1的式(VI)化合物可用二莫耳量的醇與1莫耳量的三氯化磷反應製得。

雖則從 $R^1OH$ 醇與三氯化磷的混合物中可分離出式(VI)化合物，並於後來作磷酸化劑，三氯化磷與式 $R^1OH$ 的醇本身也可用作磷酸化劑，其較佳的使用比例如前述。磷酸化反應過程中混合物中的各物質的性質可能是複雜的，本發明範圍並不受用作磷酸化劑的三氯化磷及式 $R^1OH$ 的醇的混合物中特定物質（不論是式(VI)化合物或其他的化合物）的限制。

如有需要，可首先除去反應中所產生的鹽酸，如用噴入非氯化性氣體（如氮）除去鹽酸。

磷酸與醋酸及醋酸酐合併可用作合適的磷酸化劑。亞磷酸二烷基酯也可用作磷酸化劑，但我們發現此反應需 $100^{\circ}C$ 高溫才能有合理的產物產出率，而較佳的磷酸化劑在較和緩條件下即有極佳的產出率。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( )

三氯化磷或氯氧次磷酸二烷基酯，如氧次磷酸二乙酯或氯次磷酸二丁酯，或三氯化磷與醇（如乙醇或丁醇）的混合物是特佳的磷酸化劑。

反應步驟 (a) 在無水及非氧化性條件下進行。

如有需要，反應步驟 (a) 可在無溶劑存在下進行，前題是磷酸化劑本身能溶解或懸浮式 (I) 化合物，並能成為有效的反應介質。如有需要，可用超量的磷酸化劑以供做反應介質之用，例如減低介質的粘度並可使易於攪拌或振動。或者，無水溶劑也可與磷酸化劑合用。合適的溶劑在反應條件下是惰性的，特別是不與磷酸化劑起反應的。此類合適的溶劑包括酮，氯化烴屬，芳香族溶劑，腈，及無水羧酸與其酯。特佳的溶劑是腈，如乙腈，苯腈，丙腈，及丁腈，及羧酸如醋酸及甲酸乙酯。也可用此類溶劑的混合物，如甲酸乙酯和醋酸的混合物。使用不與水溶合的溶劑有助於以後胺基甲膦酸產物之分離，詳情見後述。

要提供可移動的介質並使易於攪拌，較佳是每 1 份（重量比）式 (I) 化合物用至少 1 份（重量比）溶劑。是以，反應溶劑的比較佳是每 1 份（重量比）式 (I) 化合物 1 份（重量比）溶劑至每 1 份（重量比）式 (I) 化合物 20 份（重量比）溶劑。使用超量的溶劑是不經濟的，較佳是每 1 份（重量比）式 (I) 化合物 1 份（重量比）溶劑至每 1 份（重量比）式 (I) 化合物 5 份（重量比）溶劑。

反應步驟 (a) 係於 0℃ 至 50℃ 間進行，不過我們發現在合適的溶劑（如乙腈）內，該反應可在 -30℃ 緩慢進行。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( )

一般而言，反應步驟(a)的溫度高於50℃並無特別優點，此溫度會導致產出率減低。步驟(a)反應是放熱性，需加冷卻以維持所需溫度。

雖則步驟(a)中磷酸化劑或式(I)化合物都可略為超量，但反應物較佳是以化學計算比例量配合。如上所述，假設需用磷酸化劑作反應溶劑，可使用較大超量的磷酸化劑。

水解步驟(b)可於步驟(a)形成的反應介質中加水進行，視需要在移除任何與水相溶的溶劑以後進行。如有需要可加酸或鹼以加速水解步驟。酸水解較佳，例如用稀礦物酸，如鹽酸。較方便是，酸水解在礦物酸強度為0至36% (重量比)下進行。如用三氯化磷為磷酸化劑，水解步驟不需加酸，因步驟(a)中已有酸生成，此酸相信是磷酸化或部分磷酸化生產脈中間體(方案1)的結果。

在反應步驟(a)中用與水相溶的溶劑時，加水或加酸會使方案1之中間體磷酸化產物(II)及方案2之中間體磷酸化產物移至水相。可將水相與有機相分開，這樣可使水解步驟(b)在水相內進行，而有機相視需要可循環使用。

當反應(a)係於與水相溶之溶劑內進行時，可能需要於水解步驟(b)完成前分離該溶劑，且以與水不相溶之溶劑將其取代，以促進溶劑之回收及循環。因此例如可用蒸餾法除去與水相溶的溶劑，用與水不相溶的溶劑代替。如果與水不相溶的溶劑的沸點較與水相溶的溶劑的沸點高，不能產生共沸物，可在蒸餾前或蒸餾中加入與水不相溶的溶

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( )

劑，以維持有效的工作量並幫助實質上所有與水相溶的溶劑的去除。例如，如所用與水不相溶的溶劑是乙腈，可加二甲苯或苯腈，並將混合物加熱至乙腈的沸點，移除乙腈並循環使用。加水或酸萃取磷酸化中間體入水相中，以備下一步水解或完成水解。不與水相溶的溶劑相也可供以後循環使用。

方案1及方案2所示水解步驟(b)為單一步驟。事實上水解的進行是分二步驟，如方案3所示。步驟(i)相信是在和緩的條件下得易進行，例如，在周邊條件下與水接觸即可進行，或在週邊壓力下回流即可進行。步驟(ii)則需如下所述的較苛刻的條件。我們發現，在有些環境下，且在要除去與水相溶的溶劑時，在除去與水相溶的溶劑前加足量的水(即達每莫耳磷酸化中間體(II)或(II') 4莫耳水)有利於步驟(i)水解之進行，也有利於被不與水相溶的溶劑代替，這樣化合物(IV)(非化合物(II)或(II'))在蒸餾移除與水相溶的溶劑時仍存在，可在以後萃取入水相內以完成水解。

另一方法是用醇，例如C<sub>1-7</sub>烷基醇，如R<sup>1</sup>OH或高級醇如C<sub>5</sub>至C<sub>15</sub>醇，例如2-乙基己醇，代替水(方案4)，這樣在蒸餾以除去與水相溶的溶劑過程中即有化合物(V)(非化合物(II))，隨後再萃取入水相中以完成水解。

蒸餾除去與水相溶的溶劑的過程(根據方案1, 2, 3或4)中對所存在化合物的選擇，使製法有相當的彈性，可藉，例如化合物在不與水相溶的溶劑沸點時的相對熱穩定

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( )

性控制。

水解步驟 (b)，不論是如方案 1 及 2 所述的步驟 (i) 及 (ii) 的合併，或如方案 3 及 4 所述的步驟 (ii) 的分開的方法，係於 100℃ 至 200℃ 間進行，例如 150℃，壓力也隨著調整。水解中會產生二氧化碳 (方案 1)，應在水解過程中排出。

整個水解過程中較佳是每莫耳式 (I) 起始物質加 5 至 50 莫耳的水。如有需要，也可多加水，但太多的水會使後來的分離步驟增加困難。一般較佳是加最少量的水，只要夠水解用並溶解反應產物即可。

式 (I) 化合物是已知的，也可按製備已知化合物的類似方法製備。例如，用脲與甲醛反應即很容易地製成二羥甲基脲。供給反應的式 (I) 化合物可以是乾固體，也可是無水溶劑內的溶液或泥樣物，如用於反應步驟 (a) 的溶劑中的溶液或泥樣物。

水解步驟 (b) 的產物一般是含胺基甲膦酸的水溶液。胺基甲膦酸又可用精於此技藝者所知的方法從水溶液回收，例如用結晶法回收。但本發明所製備的胺基甲膦酸一般是進一步反應的起始物質，例如製備 N-亞磷羧基甲基甘胺酸的起始物質。胺基甲膦酸水溶液常是進一步反應的合適的原料，視需要再經中間體純化步驟。在此例中，並不需從水溶液中分離出胺基甲膦酸產物。

是以，根據本發明的又一方面，是提供一製法，其中胺基甲膦酸產物用以進一步反應以製備 N-亞磷羧基甲基甘胺

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( )

酸，不需從水溶液中分離出。

如上所述，在反應步驟(a)使用不與水相溶的溶劑時或於步驟(a)使用與水相溶的溶劑後來又用不與水相溶的溶劑代替時，不與水相溶的溶劑相又於連續或半連續基礎上再循環使用於下次反應步驟(a)。

在用式(VI)化合物或三氯化磷與醇的混合物作磷酸化劑時，水解的一種產物是 $R^1OH$ 醇(方案2)。如果 $R^1OH$ 是不與水相溶的醇，如衍生自 $C_4$ 或 $C_5$ 烷基的醇(分別是丁醇與戊醇)，又有可能分離出醇來作循環使用。如有需要，低級醇也可用另外的方法再回收供循環使用，如用水解步驟種的蒸餾法。

步驟(a)中加反應物的次序，如有必要，也可變化。例如，較方便是將式(I)化合物及磷酸化劑加入溶劑中。但同樣也可將磷酸化劑加於式(I)化合物於反應溶劑內的溶液或泥樣物中，或將式(I)化合物的溶液或泥樣物加於磷酸化劑於反應溶劑內的溶液中。在用式(VI)化合物作磷酸化劑時，且係現場用三氯化磷與 $R^1OH$ 醇反應製備式(VI)化合物時，並不須在加於反應介質前先製成式(VI)化合物。例如，可將三氯化磷加於反應溶劑中，再加醇。

本發明以下述實例說明，在各實例中，所有的份及百分比，除非另有說明，都是重量比。

### 實 例 1

將三氯化磷 25.7 克 (0.183 克莫耳) 裝填入 250 毫升圓

## 五、發明說明 ( )

底燒瓶中，並開始攪拌。用30分鐘以上的時間在攪拌下加入10克二羥甲基脛（0.083克莫耳）。再加10克（0.073克莫耳）三氯化磷使反應物質容易攪拌，並使反應在週邊溫度進行3小時。加無水醋酸20克（0.333克莫耳），將反應加熱至50℃，並維持此溫度3小時。再將溫度升至100℃，並維持4小時。然後將反應冷卻至60℃，用15分鐘以上的時間加水（50克）。再加熱反應以產生回流（104℃），並維持20小時。

分析所得水溶液顯示有胺基甲磷酸之存在，產出率超過50%。

### 實 例 2

將乙腈（100克，2.44克莫耳）載入裝有振動器、溫度計及濃縮器的500毫升圓底燒瓶中。此裝置用氫氣沖洗，將溶劑冷至10℃。用3小時以上的時間在攪拌下將二羥甲基脛（51.6克，0.409克莫耳）及三氯化磷（105.9克，0.766克莫耳）分成十等份加入。將反應物在週邊溫度攪拌16小時，此後原先成泥樣物的二羥甲基脛已完全溶解。緩慢加水（27克），同時維持溫度為30℃。將反應物在大氣壓下加熱至足以蒸餾乙腈的溫度，蒸餾中緩慢加二甲苯（100克）。加水（100克），分出底部的含雙（亞磷羧甲基）脛（方案3中化合物（IV））的水相。

於水相中加稀鹽酸（200毫升，3.65%重量/重量強度），在足夠壓力下加熱至150℃ 10小時，並定時排放壓力槽以

## 五、發明說明 ( )

排出所生成的二氧化碳。

胺基甲膦酸的產率以 NMR 分析測定為 85% ，以 HPLC 測定為 83.2% 。

實 例 3

將丁晴 (20克) 載入 100 毫升的裝有振動器、溫度計及濃縮器圓底燒瓶中。此裝置用氫氣沖洗，將溶劑冷至 10℃。將二羥甲基脛 (10.3克，95% 濃度) 及三氯化磷 (21.3克) 各分五等份用約 1 小時時間加入，每次加入時先加三氯化磷，十分鐘以後再加二羥甲基脛。將反應物於室溫攪拌過夜，然後加熱至 55℃，並維持此溫度 1 小時。加水 (20克)，迅即生成的沈澱物溶於超量的水內。分開無色的丁晴層及澄清的雙 (亞膦酸甲基) 脛溶液層。以 NMR 測定出雙 (亞膦酸甲基) 脛的產出率為 80%。以實例 1 方法水解水層，得胺基甲膦酸定量產物。

實 例 4

重覆實例 2 過程，分別使用醋酸及甲酸乙酯作為與水相容之溶劑。以 NMR 測定，使用醋酸作為溶劑時雙 (亞膦酸甲基) 脛之產率為 70%。如實例 1 所示，進行該水層之水解，定量轉化為胺基甲膦酸。以 NMR 測定，使用甲酸乙酯作為溶劑時雙 (亞膦酸甲基) 脛之產率為 50%。如實例 1 所示，進行該水層之水解，定量轉化為胺基甲膦酸。

## 五、發明說明( )

## 實 例 5

重覆實例3過程，分別使用甲苯、苄腈、丙腈及2-甲基戊二腈作為與水不相溶之溶劑。以NMR測定，使用甲苯作為溶劑時雙(亞磷酸甲基)脛之產率為20%。以NMR測定，使用苄腈作為溶劑時雙(亞磷酸甲基)脛之產率為50%。以NMR測定，使用丙腈作為溶劑時雙(亞磷酸甲基)脛之產率為80%。以NMR測定，使用2-甲基戊二腈作為溶劑時雙(亞磷酸甲基)脛之產率為40%。於各情況下，如實例1所示，進行該水層之水解，定量轉化為胺基甲磷酸。

## 實 例 6

將三氯化磷(23.4克)及乙腈(100克)載入250毫升的燒瓶內。分批加二羥甲基脛的二甲基醚(式(I)化合物，其中R及R'都是 $-\text{CH}_2-\text{OCH}_3$ ) (12.3克)。此混合物於週邊溫度攪拌18小時，然後熱至 $50^\circ\text{C}$ 並維持此溫度2小時。生成白色沈澱，並有氫氣排出。將混合物熱至回流，並維持於此溫度2小時。蒸餾反應混合物除去乙腈，蒸餾近結束時加30毫升二甲苯。用60克水淹蓋混合物，然後分成二層。真空蒸餾水層除去水(40克)，得固體產物。

將此產物溶於40克水及11.9克36%的鹽酸內，於週邊壓力下加熱至回流。(於商業性實踐中不需由水層除去水製得固體，然後再加水。此例之所以如此做是要在蒸餾中除去鹽酸，再用確知濃度的鹽酸水解)。用8天以上的時間完成水解，HPLC測定胺基甲磷酸之產出率為48.3%。

## 五、發明說明( )

實 例 7

使用式(I)化合物(其中R及R'相同,是 $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_4\text{H}_9$ )作起始物質,重複實例6過程。HPLC測定胺基甲膦酸之產出率為35.5%。

實 例 8

將32.8克磷酸於60毫升醋酸內所成之溶液在冷卻下用1小時以上的時間滴加於112.2克醋酸酐內。用50分鐘以上的時間分批加二羥甲基脛(24克),同時溫度維持於10至15℃。此溶液於10℃再攪拌20分鐘。然後將反應混合物加熱至回流,並維持於此溫度2.5小時。冷至室溫後滴加12.2克水,同時冷卻,並將溫度維持於25-30℃間。然後將溶液熱至回流並維持於此溫度2小時。冷後,真空蒸餾除去醋酸,得灰白色固體。

將此固體溶於水(40克)及鹽酸(11.9克36%的溶液)內,於週邊壓力下加熱至回流。7天後完成水解,HPLC測定胺基甲膦酸之產出率為17.8%。

實 例 9

重複實例8過程,只是水解是於鹼性條件下進行。將雙(亞磷酸甲基)脛溶液(82.7克,30%強度;0.1克莫耳)及氫氧化鈉溶液(51.1克,47%強度;0.6克莫耳)於100℃加熱120小時。產出胺基甲膦酸二鈉鹽10.55克(以載入的雙(亞磷酸甲基)脛為基礎的產出率為95%)。

## 五、發明說明 ( )

## 實 例 10

將二羥甲基脛 (6克) 加於乙腈 (100毫升) 內，再用半小時以上在冷卻及攪拌下滴加氯次磷酸二乙酯 (15.65克)。在所有二羥甲基脛溶於溶液內後，反應混合物變得澄清。加水 (50毫升) 及鹽酸 (10毫升，0.1M)，再加熱燒瓶蒸餾乙腈。加二份 (每份30毫升) 乙醇於有水的共沸物中，再進一步蒸餾，然後將混合物在大氣壓下加熱至回流。回流7天後水解完成，以磷NMR測定胺基甲磷酸之產出率為88%。

## 實 例 11

將乙腈 (25毫升) 載入裝有濃縮器、溫度計、振動器及滴漏斗的燒瓶內，一起冷卻至0至10℃。加三氯化磷 (7克)，再用半小時以上緩慢加乙醇 (4.6克)，同時維持溫度於0-10℃。任反應混合物升至週邊溫度，並攪拌3小時。真空蒸餾除去乙腈。加水 (50毫升)，將此水混合物在大氣壓下加熱至回流1小時。得雙 (亞磷羧甲基) 脛 (產出率80%)，並於本質上定量之產率下轉化成胺基甲磷酸。

## 實 例 12

重複實例11過程，但以甲苯代替乙腈。磷酸化反應完成後，加水 (50毫升) 並分開各相。將水相於大氣壓下加熱至回流1小時。得雙 (亞磷羧甲基) 脛 (產出率69%)，並於

## 五、發明說明 ( )

本質上定量之產率下轉化成胺基甲磷酸。

實 例 13

重複實例 2 過程至原呈泥樣物之二羥甲基脛起始物質完全溶解。

然後緩慢加 2-乙基己醇 (200.7克)，同時維持溫度低於 30℃。將反應物在大氣壓下加熱至足以蒸餾乙腈的溫度。加水 (100克)，將反應物加熱至回流 2 小時。再將反應物冷卻，分開各層，得雙 (亞磷酸甲基) 脛水溶液，再用實例 2 方法水解。

實 例 14

將亞磷酸二乙酯 (41.4克) 及二羥甲基脛 (10克) 在入 100 毫升之圓底燒瓶內，並加熱至 120℃。加熱持續 20 小時，在此期間收取少量蒸餾物 (7.2克)。再於減壓下蒸餾超量之亞磷酸二乙酯，並載入水 (40 毫升)。將反應物在有 0.8 克 36% 的 HCL 的存在下回流 2 小時。以 NMR 測定雙定雙 (亞磷酸甲基) 脛之產出率為 66%，水解後於本質上定量之產率下轉化成胺基甲磷酸。

實 例 15

將三氯化磷 (7.0 克) 載入 100 毫升的圓底燒瓶內，緩慢加甲醇 (3.2 克)，同時維持反應溫度低於 20℃。載入丁腈 (25 毫升)，並用 30 分鐘以上分批加二羥甲基脛 (3.3 克)。

### 五、發明說明 ( )

此混合物於室溫攪拌過夜，加水(50毫升)，分成二相。將水相回流2小時，得雙(亞磷羧甲基)脲水溶液，產出率82%，水解後於本質上定量之產率下轉化成胺基甲膦酸。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

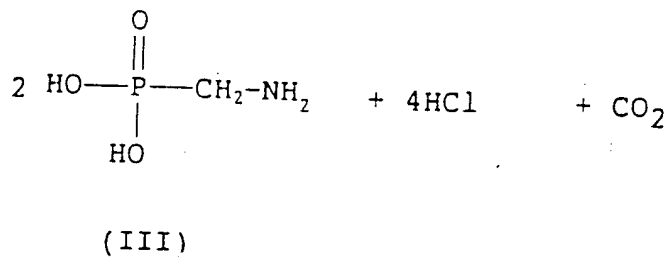
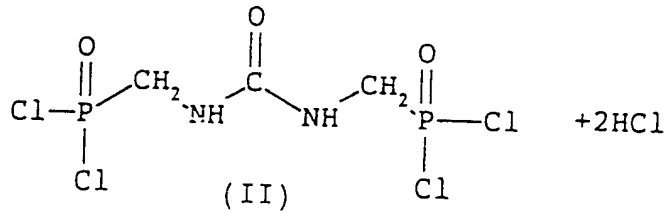
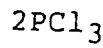
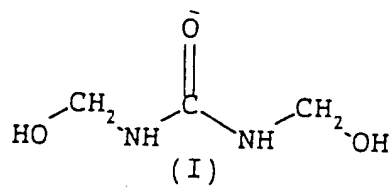
訂

線

五、發明說明 ( )

化學式  
(說明用)

方案 1



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

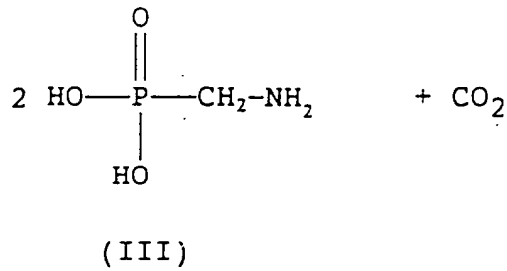
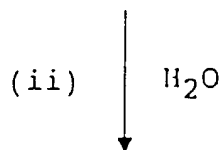
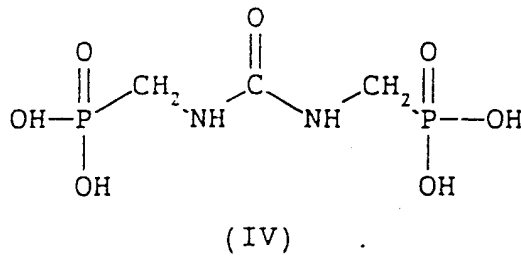
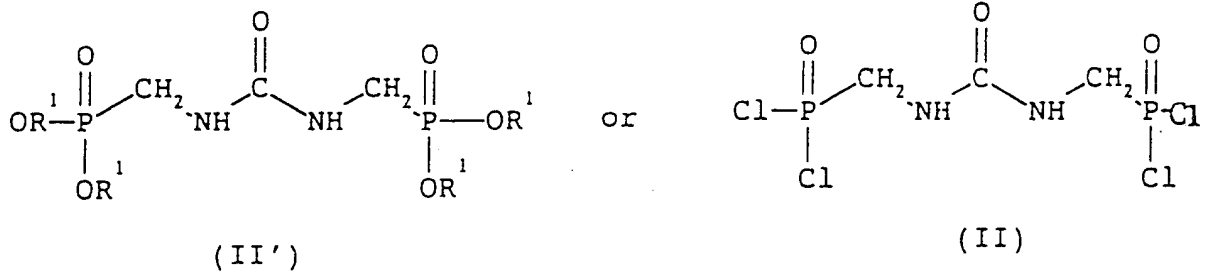
線



五、發明說明 ( )

化學式  
(說明用)

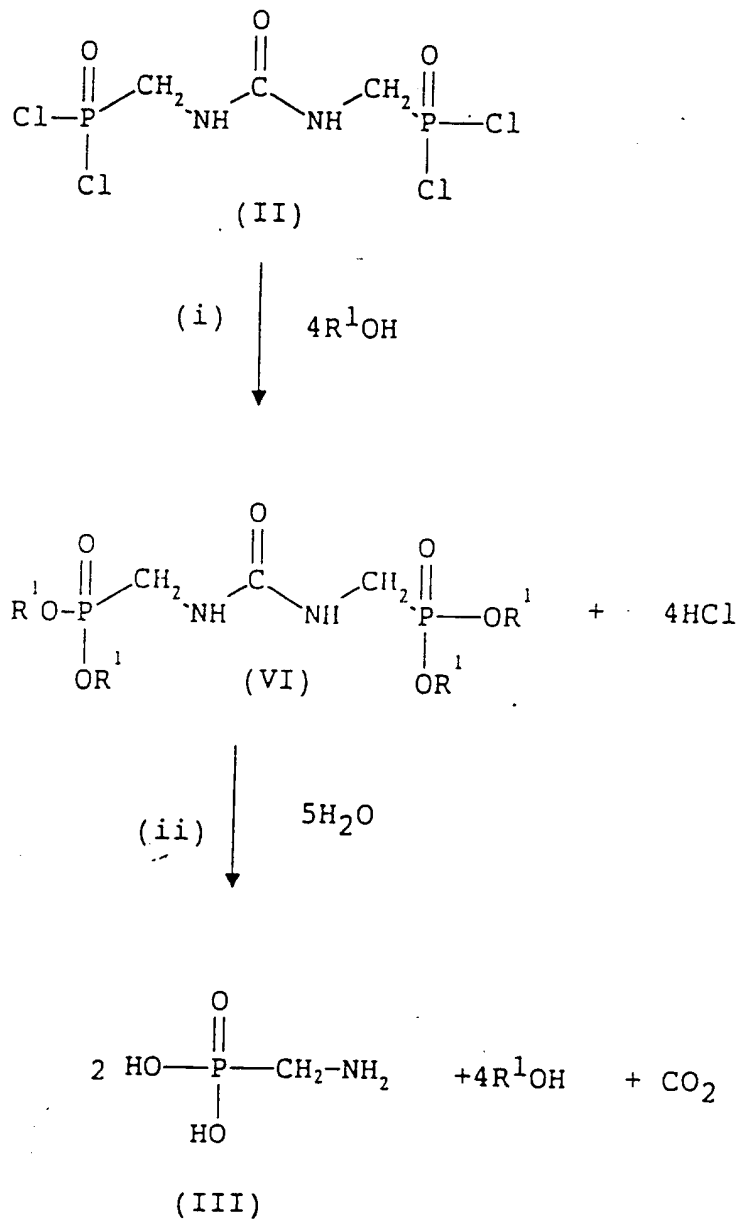
方案 3



五、發明說明 ( )

化學式  
(說明用)

方案 4



(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

四、中文發明摘要(發明之名稱： 製造胺基甲膦酸之方法及其用途 )

一種製造胺基甲膦酸的方法，其包含：

- a) 於實質上不含水及非氧化性之條件下、於酮，氯化烴，芳香族溶劑，腈或無水羧酸或其酯之溶劑存在下，使其實質上化學計量比例之式

$R-CH_2-NH-CO-NH-CH_2-R'$  化合物與磷酸化劑反應，其中 R 及 R' 係相同且代表羥基或 C<sub>1-4</sub> 烷氧基，而該磷酸化劑係：

- (i) 三氯化磷，
- (ii) 磷酸，
- (iii) 亞磷酸二烷基酯，
- (iv) 式 (VI) 化合物

英文發明摘要(發明之名稱： "PROCESS FOR THE MANUFACTURE OF AMINOMETHANEPHOSPHONIC ACID AND ITS USE" )

A process for the manufacture of aminomethanephosphonic acid which comprises:

- a) reacting substantially stoichiometric proportions of a compound of formula  $R-CH_2-NH-CO-NH-CH_2-R'$  wherein R and R', are the same and represent hydroxy or C<sub>1-4</sub> alkoxy with a phosphonating agent under substantially anhydrous and non-oxidising conditions in the presence of a solvent which is a ketone, a chlorinated hydrocarbon, an aromatic solvent, a nitrile or an anhydrous carboxylic acid or ester, wherein the phosphonating agent is
- (i) phosphorous trichloride,
  - (ii) phosphorous acid,
  - (iii) a dialkyl phosphite,
  - (iv) a compound of formula (VI):

附註：本案已向

英  
英

國：地區：申請專利·申請日期：

業號：  
1993.4.7. 9307235.3  
1994.3.11. 9403780.0

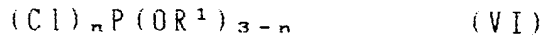
(請先閱讀請背面之注意事項再填寫本頁各欄)

訂

線

線

四、中文發明摘要(發明之名稱：)



或此等化合物之混合物，其中 n 是 1，R<sup>1</sup> 是 C<sub>1-7</sub> 烷基，  
或

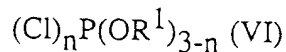
(v) 三氯化磷與式 R<sup>1</sup>OH 醇的混合物，其中 R<sup>1</sup> 之定義  
同上，且每莫耳三氯化磷使用 1.8 至 2.2 莫耳的 R<sup>1</sup>OH 醇

然後

b) 將步驟 (a) 產物水解，生成胺基甲膦酸。

其中反應 (a) 係於 0°C 至 50°C 之溫度下進行，且其中水解  
反應 (b) 係於 100°C 至 200°C 之溫度下進行，壓力隨其調整

英文發明摘要(發明之名稱：)



or a mixture of such compounds, wherein n is 1 and R<sup>1</sup> is C<sub>1-7</sub>  
alkyl or

(v) phosphorous trichloride in admixture with an alcohol of formula  
R<sup>1</sup>OH wherein R<sup>1</sup> is as herein defined and there is used from 1.8  
to 2.2 moles of alcohol R<sup>1</sup>OH per mole of phosphorous  
trichloride

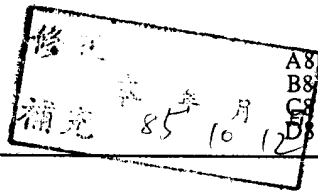
and subsequently

b) hydrolysing the product of step (a) to form aminomethanephosphonic  
acid wherein the reaction (a) takes place at a temperature of from 0°C to  
50°C and wherein the hydrolysis reaction (b) takes place at a  
temperature of from 100°C to 200°C, the pressure being adjusted  
accordingly.

附註：本案已向

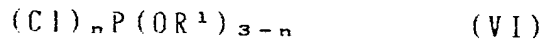
國地區，申請專利，申請日期：

案號：



## 六、申請專利範圍

- 1 一種製造胺基甲磷酸的方法，其包含：
- a) 於實質上不含水及非氧化性之條件下、於酮，氯化烴，芳香族溶劑，腈或無水羧酸或其酯之溶劑存在下，使具實質上化學計量比例之式
- $$R-CH_2-NH-CO-NH-CH_2-R'$$
- 化合物與磷酸化劑反應，其中R及R'係相同且代表烴基或C<sub>1-4</sub>烷氧基，而該磷酸化劑係：
- (i) 三氯化磷，
- (ii) 磷酸，
- (iii) 亞磷酸二烷基酯，
- (iv) 式(VI)化合物



或此等化合物之混合物，其中n是1，R<sup>1</sup>是C<sub>1-7</sub>烷基，或

- (v) 三氯化磷與式R<sup>1</sup>OH醇的混合物，其中R<sup>1</sup>之定義同上，且每莫耳三氯化磷使用1.8至2.2莫耳的R<sup>1</sup>OH醇，

然後

- b) 將步驟(a)產物水解，生成胺基甲磷酸，其中反應(a)係於0℃至50℃之溫度下進行，且其中水解反應(b)係於100℃至200℃之溫度下進行，壓力隨其調整。

## 六、申請專利範圍

2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中反應(a)係於如乙腈等與水相溶之溶劑內進行，其可於水解步驟(b)完成前分離出來，並經如二甲苯等與水不相溶之溶劑代替。
3. 根據申請專利範圍第1或2項之方法，其中胺基甲磷酸產物係不經分離，進一步反應生成N-膦醯甲基甘胺酸。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

水