



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101397264 B

(45) 授权公告日 2013. 03. 27

(21) 申请号 200810211492. 3

(22) 申请日 2008. 09. 26

(30) 优先权数据

102007046467. 5 2007. 09. 28 DE

(73) 专利权人 赛拓有限责任公司

地址 德国朗根费尔德

(72) 发明人 乌韦·伯格 乌尔里希·诺特海斯
马蒂亚斯·西克曼

(74) 专利代理机构 北京康信知识产权代理有限
责任公司 11240

代理人 章社杲 李丙林

(51) Int. Cl.

C07C 243/14 (2006. 01)

C07C 241/02 (2006. 01)

(56) 对比文件

JP 58-157751 A, 1983. 09. 19,

审查员 李满宇

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

用于制备甲基胂的方法

(57) 摘要

本发明涉及用于通过胂或盐酸胂或二盐酸胂与氯甲烷和/或一种甲醇/HCl的混合物的甲基化来制备甲基胂的一种方法,其特征在于将在该甲基化中形成的反应混合物与来自烷基胺类或烷醇胺类的组的一种有基碱进行反应,并且通过蒸馏在一个低沸馏分中将甲基胂从该反应混合物中去除并且该低沸馏分可任选接受进一步的蒸馏。

1. 用于从胼或盐酸胼或二盐酸胼与氯甲烷和 / 或一种甲醇 /HCl 的混合物的甲基化来制备甲基胼的方法, 其特征在于将在该甲基化中形成的反应混合物与具有大于 7.0 的 pKa 以及高于 120°C 的沸点的一种有机碱进行反应, 并且通过蒸馏在一个低沸馏分中将甲基胼从该反应混合物中除去并且该低沸馏分可任选接受进一步的蒸馏, 该有机碱是三乙醇胺、二乙醇胺、一乙醇胺或它们的一个混合物。

2. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于基于该反应混合物, 将该混合物与该有机碱以 1 : 1.05 到 1 : 3 的比例进行反应。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法, 其特征在于该有机碱的一部分被碱金属氢氧化物替代。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法, 其特征在于该低沸馏分借助具有 1 到 20 理论塔板的一个柱以 0.1 : 1 到 10 : 1 的回流比例通过蒸馏而被去除。

5. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法, 其特征在于该低沸馏分通过蒸馏分离成包含甲基胼 (MMH) 的一个馏分以及包含其余的多种副产物的一个馏分。

6. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法, 其特征在于该反应混合物与该有机碱是在 130°C 到 170°C 的范围的温度下进行反应。

用于制备甲基胂的方法

[0001] 本发明涉及用于制备甲基胂的一种方法。

[0002] 甲基胂（以下称为 MMH）是用于制备作物保护剂以及药物类的一种有价值的起始材料。然而，在航空和火箭技术中它还用作燃料。

[0003] 在工业规模上，MMH 主要通过一种改进的拉西法进行制备。在一个第一步骤中，从氨以及次氯酸钠来制备氯胺，并且然后在一个第二步骤中与甲胺进行反应以生成 MMH。

[0004] 可替代地，可以将甲基胂与氢氧化钠以及次氯酸钠进行反应以生成 MMH。这两种方法产生一个非常低的产物浓度，以致需要使用复杂的工厂的能源密集的分步用于浓缩以及纯化。

[0005] 此外，将甲胺亚硝基化以及将所形成的亚硝胺氢化来产生甲基胂的方法是已知的。然而，由于中间产物的致癌性，此方法在工业上没有应用。

[0006] 此外，可以通过使胂或胂的化合物烷基化来制备 MMH。在此领域，已经说明了不同的方法。

[0007] 已经说明的工业上可供使用的烷基化剂类包括，例如，硫酸二甲酯、氯甲烷、甲醇 / 氯甲烷、在一种 HCl 源存在下的甲醇以及三甲基苯胺鎓卤化物类。

[0008] 总之，在胂的烷基化中，存在的困难是反应不会在单烷基化阶段停止，并且相反，根据反应条件以及烷基化度，获得了未转化的胂、MMH 以及多烷基化的胂类例如对称的二甲基胂（SDMH），不对称的二甲基胂（UDMH）以及三甲基胂（TMH）以及胂的化合物的混合物，它们可能难以分离。

[0009] 当烷基化的胂化合物不是游离的胂而是一种胂盐时，需要更高的温度，但是在同样的转化下对于单烷基的产物的选择性比在游离胂的烷基化的情况下更高。

[0010] 典型地，因此，仅仅确立了基于胂或胂的化合物的部分转化以便获得对于单烷基化产物的一个高的选择性。为了经济上的可行性，于是特别重要的是有效地去除并且回收未转化的胂。

[0011] 烷基化之后，烷基化试剂上离去基团 - 任选地释放出另一种不带电的分子 - 在反应混合物中与胂类形成一种盐。所形成的烷基胂类和 / 或起始的胂必须在处理进程（workup）中从此盐中释放出去并被去除。

[0012] MMH 以及胂与水形成的二元高沸共沸混合物。MMH / 水的共沸混合物包括对于 1mol 的 MMH 的大约 3mol 的水并且在 102-106℃ 沸腾。胂与水形成一个等摩尔的共沸混合物，该共沸混合物在 120-121℃ 沸腾。因此如果打算在胂类与碱金属的氢氧化物释放之后从新形成的盐中除去它们，根据组成，首先是水，然后是 MMH / 水的共沸混合物，然后是胂 / 水的共沸混合物被蒸馏掉，而盐作为固体留下。在工业上，这需要专门的复杂的装置。此外，在含有固体的混合物中，存在壳形成以及局部过热的风险，由于胂的热稳定性的原因，这必须要避免。

[0013] US-A2954283 说明了通过将硫酸二甲基酯与胂或硫酸胂进行反应制备主要由 MMH 以及 UDMH 组成的一种混合物。硫酸二甲酯作为一种烷基化剂的缺点是两个甲基不能完全得到利用。在不完全利用的情况下，所形成的甲基硫酸具有非常差的生物可降解性并且因此

必须在一个附加的步骤中进行水解。

[0014] DE-A3148971 说明了用于制备甲基胂的一种方法,其中将盐酸胂与甲醇在二盐酸胂或氯甲烷的存在下进行反应来产生盐酸甲基胂。说明了不大于 30% 的一盐酸胂的转化率。然后产物的混合物通过蒸馏去除甲醇以及氯甲烷,它们可以再循环。同样通过蒸馏除去任何所存在的水。然后向残渣中加入甲醇,这沉淀出作为固体的结晶的一盐酸胂,将该固体除去。此盐酸胂可以在反应中再循环。去除盐酸胂之后剩余的混合物与水性碱溶液进行混合。这释放出甲基胂,它可以通过蒸馏进行分离以及纯化。

[0015] 然而,此方法具有的缺点是对 MMH 良好的选择性只能在相对低的转化率下获得,如在内部 (in-house) 实验中所示。

[0016] 此外,该方法需要从反应混合物中蒸馏去除甲醇和水并且然后加入新鲜的甲醇。

[0017] 盐酸胂在甲醇中是部分可溶的,这样,在用氢氧化钠溶液中和母液之后,甲基胂以及胂均进入精馏步骤。这里胂同样必须除去并且再循环。所说明的精馏步骤另外具有的严重缺点是,在所释放的胂的蒸馏之后,一种 NaCl 固体残渣残留在瓶底。因此这种蒸馏只能在特别的装置中完成并且鉴于胂类的分解倾向由于安全原因这是关键性的。

[0018] 若不回收的盐酸胂,由于基于所使用的胂的低产率,此方法是不经济的。因此,大量的未转化的盐酸胂必须在一个复杂的利用固体处理的工作进程中再次回收利用。

[0019] JP-A-58157751 说明了用于从含有盐酸甲基胂的产物的混合物中获得甲基胂的一种替代方法,这些混合物是通过将盐酸胂与甲醇在二盐酸胂或氯甲烷的存在下进行反应而制备的。

[0020] 在此情况下,反应混合物通过蒸馏的除去甲醇以及水而进行浓缩并且与基于存在的盐酸的一个 1.2 到 2 倍过量的水合胂 (HyHy) 进行混合。此混合物包括基于存在的盐酸的 2.2-3.0mol 的胂,然后它被蒸馏以便释放甲基胂,它的沸点比胂低。所加入的胂的一部分还可以再循环利用。反应混合物在蒸馏中的最大温度应该低于 120°C,在给定的 120°C 的水合胂沸点的条件下这需要真空蒸馏。

[0021] 然而,必须排除装置中的泄漏 (该泄漏可以导致气体的进入以及胂类与大气的氧的反应),这需要用于工业装置的广泛的安全措施。

[0022] 因此所说明的方法作为工业方法是不利的。

[0023] JP-A-60237059 说明了用于制备单烷基胂类的一种方法,其中胂、甲醇以及氢卤酸在一种含磷的氧酸存在下进行反应以生成甲基胂。反应混合物在减压下进行浓缩并且用 50% 的氢氧化钠进行中和。沉淀出一种无机固体。经过滤除去此固体并且再进行洗涤,并且将结合的液相分次地进行蒸馏。蒸馏之后,残余一种无机盐,该无机盐包括大部分未转化的胂。未说明胂的再循环利用。

[0024] 由于基于所使用的胂的转化率低,此方法是不经济的。

[0025] DE-A3026771 说明了用于制备 MMH 以及不对称的二甲基胂 (UDMH) 一种方法,其特征在于将三甲基苯胺卤化物与胂或 MMH 进行反应。使用 5 到 12:1 的过量的胂类对三甲基苯胺鎓。所形成二甲基苯胺通过相分离作为有机相而除去,并且通过蒸馏水相而获得 MMH 以及 UDMH。

[0026] 此方法具有的缺点是二甲基苯胺必须再循环并且在一个另外的步骤中与氯甲烷进行反应以生成烷化剂。

[0027] 因此本发明的一个目的是提供用于制备甲基胂的一种方法,该方法可以在常规的没有复杂的改进的多相装置中从易得的化学品进行。

[0028] 本发明涉及用于制备甲基胂的一种方法,其特征在于 1) 胂或盐酸胂与氯甲烷、甲醇和 HCl、甲醇以及二盐酸胂或它们的混合物的烷基化形成一个粗产品,该粗产品包括胂、甲基胂、二甲基胂类和 / 或三甲基胂,以及还有水和 HCl, 2) 基于在粗产品中所存在的氢氯化物类,用一个摩尔过量的有机碱使在此混合物中的胂类被释放,并且 3) 通过蒸馏从在釜底部产物中的有机碱的氢氯化物残余除去。

[0029] 因此,本发明提供了用于从胂或盐酸胂或二盐酸胂与氯甲烷和或一个甲醇 /HCl 混合物的甲基化来制备甲基胂的一种方法,其特征在于在甲基化中所形成的反应混合物与一种有机碱在大于 7.0 的 pKa 以及高于 120°C 的沸点下进行反应并且通过蒸馏在一个低沸馏分中将甲基胂从反应混合物中除去并且该低沸部分可任选地经受进一步的蒸馏。

[0030] 根据本发明,可以通过不同的路径获得该反应混合物。

[0031] 首先,该反应混合物可以通过将盐酸胂与甲醇在一个过量的 HCl (基于胂) 的存在下进行反应,如,像在 DE-A3148971 中所说明的。HCl 的过量可以通过加入二盐酸胂、HCl 或氯甲烷而产生。若不过量,反应不会进行。优选确立一个 5-20% 的 HCl 过量。

[0032] 在一个过程中,初始时可以将水合胂加入一个反应器中并且可以计量加入气体 HCl。还可以将 HCl 以水溶盐酸的形式加入。优选加入作为气体的 HCl。基于胂的水的量是 1:1 (HyHy 与气体 HCl) 到大约 10:1 (用水的 HCl 相对稀释的胂溶液)。优选使用 1:1 到 5.5:1 的水含量,更优选 1:1 到 3:1。

[0033] 根据本发明,反应在 90 到 150°C 的温度下发生,优选 100 到 130°C。在反应中的压力取决于反应温度、甲醇和水的量以及过量的盐酸的量。

[0034] 2 到 15 巴的压力,特别是 2 到 5 巴的压力是典型地优选的。

[0035] 在又一个实施方案中,初始时加入盐酸胂与过量的盐酸并且使其达到温度。然后计量加入甲醇直到获得所希望的压力,并且计量加入甲醇的速度进行调节从而在体系中保持压力稳定。计量加入结束之后,压力下降并且等到它没有进一步变化的时间。

[0036] 基于胂的甲醇的摩尔量可以在 50% 和 600% 之间并且可以完全或部分地转化。转化的甲醇的量越高,对于 MMH 的选择性就越低。然而,产率进一步上升达到大约 1:1 的一个比例。优先选择甲醇的量以及反应时间,从而反应结束时,所加入的全部甲醇都进行了反应。在此情况下,基于胂的甲醇的量优选在 0.5:1 到 1:1。

[0037] 第二,反应混合物可以通过将胂与氯甲烷进行反应而获得。可以将胂以水合胂的形式或一个稀释的水溶液的形式来使用。优选使用 100% 的水合胂。

[0038] 氯甲烷能够以气体的形式或在适当的压力下压缩的形式作为一个液体使用。反应可以随氯甲烷的计量加入批次地或连续地进行。

[0039] 反应温度是在 40 以及 100°C 之间,优选在 60 以及 90°C 之间。压力取决于氯甲烷的量以及反应温度。预先确定温度以及氯甲烷的量或氯甲烷计量加入的速度允许压力调节到所选择的装置要求的压力。典型地它在 1 和 10 巴之间,优选在 1 和 6 巴之间的范围内。

[0040] 由于对于 MMH 的选择性极大地取决于在此实施方案中的转化率,有利地是将基于胂的转化率限制到 50%, 优选 30%。

[0041] 由此制备反应混合物进一步进行如下处理:

[0042] 若反应混合物仍然含有挥发性的化合物例如甲醇或氯甲烷,在肼被释放之前通过蒸馏将它们去除。

[0043] 上述反应混合物与一种有机碱以 1:1.05 到 1:3,优选 1:1.05 到 1:2,更优选 1:1.05 到 1:1.3 的比值进行反应。从本发明的蒸馏的顶部至少部分地除去的挥发性组分是肼、MMH、UDMH、SDMH、TMH 以及水。

[0044] 在根据本发明的方法中所用的有机碱具有以下特征:

[0045] 它们大于 7.0 的 pK_a 值是高于肼的值,优选高于 $pK_a = 8.0$,更优选高于 $pK_a = 9.0$ 。

[0046] 其标准沸点是高于肼/水共沸混合物的沸点,即在环境压力下高于 120°C 但是低于 250°C ,优选高于 140°C 并且低于 220°C ,更优选在环境压力下在 160°C 和 200°C 之间。

[0047] 它们不形成在低于 MMH/水共沸混合物下沸腾的水的共沸混合物,更优选它们不与水形成任何共沸混合物。

[0048] 它们的氢氯化物在蒸馏条件下是液态的。

[0049] 适合于根据本发明的碱类的实例是一乙醇胺、二乙醇胺以及三乙醇胺或它们的混合物。优选使用一乙醇胺、二乙醇胺以及在这些化合物的工业合成中所获得的混合物。特别优选一乙醇胺以及二乙醇胺。非常特别优选是一乙醇胺。

[0050] 同样通过顶部蒸馏的有机碱的量,以本身已知的方式,取决于所使用的柱的分离性能以及所确立的回流比。优选使用具有 1-20 理论塔板的一个柱并且确立 0.1:1 到 10:1 的一个回流比。有机碱在瓶底的滞留越好,所选择的有机碱的过量就可以越小。

[0051] 原则上蒸馏可以批次的,半分批的或连续地进行。优选使用半分批或连续地方法。蒸馏可以在环境压力下或在减压下进行。优选在标准压力下进行蒸馏。

[0052] 在一个优选的半分批的实施方案中,初始时将有机碱加料并使其达到在 130°C 以及碱的沸点之间的一个温度,优选 $130-170^{\circ}\text{C}$,并且将无甲醇的反应混合物计量加入到碱中,其方式为使甲基肼完全从顶部蒸馏。碱的氢氯化物以及碱残留在底部产物中。在蒸馏过程中,肼部分地分解。顶部产物的组成可以通过顶部温度进行控制并且通过回流比而受到影响。在环境压力下顶部温度在 100°C 以及该碱的沸点之间,优选在 100°C 以及 130°C 之间。计量加入的速度确立为在底部产物中无危及安全的肼的富集。

[0053] 在另一个优选的半分批的实施方案中,将反应混合物计量加入从而使所有挥发组分直接通过顶部蒸馏掉。

[0054] 在一个优选的连续的实施方案中,将反应混和与有机碱进行混合并且然后在一个合适的装置中连续地进行蒸发。合适的装置包括用于一个连续蒸馏的装置,例如薄膜式蒸发器,短程蒸发器或降膜式蒸发器。在蒸发器中的温度和停留时间被调节为使 MMH 完全地通过顶部蒸馏掉。蒸发器可以地与一个分离柱联合操作(例如具有规整填料或无规则填充的柱或盘式柱)。

[0055] 可任选地,有机碱的一部分可以被一种碱金属氧化物替代,优选 NaOH 或氢氧化钠的水溶液,这样蒸馏釜的底部产物在流出液中仍然保持可输送。

[0056] 当挥发性的化合物被去除时,游离的有机碱的剩余量从底部产物中除去并进行再循环。这使存在于釜底部产物中的最后痕量的肼进行热分解。

[0057] 当有机碱是一种烷醇胺例如一乙醇胺时,这时剩余的底部产物只包含易生物降解

的有机组分并且可以（任选在与一种碱，例如氢氧化钠溶液或石灰乳中和之后）作为废水在一个水处理厂中进行处置。

[0058] 在与一种强的无机碱水溶液一同释放之后，有机相形成一个第二液相连通盐的水溶液，这可以被去除和再循环利用。

[0059] 任选地，所产生的包含 MMH 的低沸馏分可以送去进一步的蒸馏（精馏（fine distillation））以除去 UDMH、SDMH 以及任何此外的副产物。

[0060] 在一个特别优选的实施方案中，100% 水合肼连续地与氯甲烷在一个管式的反应器或具有四个罐的罐组中进行反应。反应混合物与有机碱进行反应并且挥发性的组分通过顶部连续地被去除。通过顶部去除的烷基肼类 MMH 以及 UDMH 在一个第二蒸馏步骤中从水合肼中去除，然后它在循环返回到反应中。接着，UDMH 以及 MMH 的混合物进一步地以一种已知方式进行蒸馏以产生可售的 MMH 以及 UDMH。可以连续地或者批次地进行精馏。

[0061] 实例

[0062] 概况

[0063] 通过毛细管电泳法进行肼的分析。

[0064] 对比实例 1（非本发明的）三正丙胺（NPr3）作为碱的半分批蒸馏

[0065] 具有机械搅拌器以及一个附装的长 20cm 以及直径 25mm 的银套的柱的一个 2 升的四颈烧瓶（它用 4x4mm 拉西环进行填充并且具有一个自动回流分配器）初始时加入了 525g (3.6mol) 的三丙胺并且加热到 160°C。在 1 小时 35 分钟之内，使用一个蠕动泵向沸腾的三丙胺中注入 200g 的一种水性反应混合物，该混合物包含 19g 的肼，32g 的 MMH，22g 的多烷基化的肼类以及 66g 的 HCl。计量加入开始 10 分钟之后，将回流分配器从完全分流转化成 R:E 为 4:1 的一个回流比。在 3 小时之内，将仅包含 2g 的 MMH 的 172g 的一个混合物蒸馏完（蒸馏产率 6%）。

[0066] 对比实例 2（非本发明）N-甲基咪唑作为碱的半分批蒸馏

[0067] 除了初始加入的是加热到 170°C 的 470g 的 N-甲基咪唑之外，该过程如在对比实例 1 中。在 1 小时 33 分钟之内，使用一个蠕动泵在沸腾的 N-甲基咪唑中注入 308g 的一种水性反应混合物，该混合物包含 29g 的肼，50g 的 MMH，35g 的多烷基化的肼类以及 99g 的 HCl。计量加入开始 14 分钟之后，将回流分配器从完全回流转换成一个 R:E 为 4:1 的回流比。在 4 小时 15 分钟之内，将仅含有 2.4g 的 MMH 的 142g 的混合物蒸馏掉（蒸馏产率 5%）。

[0068] 实例 1：从盐酸肼以及甲醇制备一个粗混合物

[0069] 在一个水浴中，准备 1269g 盐酸肼，102g 的二盐酸肼以及 349g 水的一个溶液并且将其转移到带有一个搅拌器以及沉入的管的一个 3 升的钢珐琅质的高压釜中。将高压釜封闭并且加热到 130°C。在 4 小时之内，将 560g 的甲醇于 110°C 泵入以使压力不超过 4 巴。然后，继续搅拌 4 小时，并且将高压釜冷却到 60°C、解除压力并且排空。产物包含按重量计 9.8% 的肼，按重量计 16.9% 的 MMH，按重量计 5.0% 的 UDMH，按重量计 4.4% 的 SDMH 以及按重量计 1.8% 的 TMH，以及还有按重量计 32.8% 的 HCl。

[0070] 实例 2：用一乙醇胺（MEA）作为碱的半分批蒸馏

[0071] 具有机械搅拌器以及一个附装的长 40cm 以及直径 25mm 的银套的柱的一个 2 升的四颈烧瓶（它用 4x4mm 拉西环进行填充并且具有一个自动回流分配器）初始时加入了 605g (9.8mol) 的一乙醇胺并且加热到 170°C。

[0072] 在 2 小时 33 分钟之内,将在实例 1 中所制备的 800g 溶液泵入。顶部温度在 103 以及 107℃之间,底部温度为 150℃。回流比是 4:1。计量加入结束之后,继续在相同的条件下蒸馏 2 小时 10 分钟。抽出 496g 的一个馏分,该馏分包括按重量计 26.5%的 MMH(对应蒸馏中所使用的 97%的 MMH) 以及 0.4%乙醇胺。

[0073] 随后,先在环境压力下以及在 170℃的一个底层温度下继续蒸馏,然后缓慢地施加真空并且在达到 200℃的一个底层温度下以及 10mbar 的顶部压力下在减压下蒸馏出 208g 的一个第二馏分,该馏分包含按重量计 75.2%的乙醇胺,按重量计 11.5%的胍以及按重量计 1.5%的 MMH,并且该馏分在下次蒸馏中是可用的。

[0074] 实例 3:胍以及氯甲烷年的粗制的混合物的制备

[0075] 首先向 1.4 升珐琅质高压釜中加入 400g(8mol) 的水合胍并且将高压釜加热到 80℃。在此温度下,将 101g(2mol) 的氯甲烷在 3 小时 15 分钟之内以使压力不超过 4 巴的一个速度计量加入。在计量的加入结束之后,继续搅拌 3 小时,将混合物冷却到室温并且分解,并且抽出产物。该产物包含按重量计 42.0%的胍,按重量计 8.9%的甲基胍,按重量计 4.8%的 UDMH 以及按重量计 12.5%的氯化物。

[0076] 实例 4:使用一个薄膜式蒸发器于 140℃蒸馏一种粗制混合物

[0077] 将包含 0.63mol 的氯化物的实例 3 中制备的 178.8g 的反应产物与 46.2g(0.76mol) 的一乙醇胺进行混合并且引入到加热到 90℃的一个接收器中。由此接收器中,将该混合物在 1 小时 5 分钟之内从具有 155cm² 的加热面积的一个 Sambah 实验室薄层蒸发器中引导出。加热介质的温度是 140℃。获得了 83g 的馏出物以及 142g 的底部产物。馏出物包含按重量计 16.7%的 MMH(对应蒸馏中所使用的 82%的 MMH)。

[0078] 实例 5:使用一个薄膜式蒸发器于 150℃蒸馏一种粗制混合物

[0079] 将包含 1.01mol 的氯化物的实例 3 中制备的 287g 的反应产物与 74g(1.21mol) 的一乙醇胺进行混合并且引入加热到 90℃的一个接收器中。由此接收器,将该混合物在 1 小时 41 分钟之内从来自实例 4 的一个 Sambah 实验室薄层蒸发器中引导出。加热介质的温度是 150℃。获得了 185g 的馏出物以及 176g 的底部产物。馏出物包含按重量计 13.5%的 MMH(对应蒸馏中所使用的 98%的 MMH)。

[0080] 实例 6:使用一个薄膜式蒸发器于 160℃蒸馏一种混合物

[0081] 将包含 0.86mol 的氯化物的实例 3 中制备的 243g 的反应产物与 62.7g(1.03mol) 的一乙醇胺进行混合并且引入到加热到 90℃的一个接收器中。由此接收器,将该混合物在 2 小时 55 分钟之内从来自实例 4 的一个 Sambah 实验室薄层蒸发器中引导出。获得了 181g 的馏出物以及 125g 的底部产物。馏出物包含按重量计 11.8%的 MMH(对应蒸馏中所使用的 98%的 MMH)。