



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl.

C07F 9/02 (2006.01)

C07F 9/50 (2006.01)

B01D 11/00 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0060157

(43) 공개일자 2007년06월12일

(21) 출원번호 10-2007-7010332

(22) 출원일자 2007년05월07일

심사청구일자 없음

번역문 제출일자 2007년05월07일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2005/010561

(87) 국제공개번호 WO 2006/040023

국제출원일자 2005년09월30일

국제공개일자 2006년04월20일

(30) 우선권주장 10 2004 049 339.1 2004년10월08일 독일(DE)

(71) 출원인 바스프 악티엔게젤샤프트
독일 테-67056 루드빅샤펜 칼-보쉬-스트라쎄 38

(72) 발명자 바츠쉬, 마이클
독일 67433 노이스타트 콘래드-아데나우어-스트라쎄 38
바우만, 로버트
독일 68159 만하임 23 에 7
하텔라인, 게르트
독일 67269 그웬스타트 호츠게반 93아
엑트너, 토비아스
독일 68163 만하임 라인담스트라쎄 25
샤이텔, 젠스
독일 69493 히르쉬베르그 라텐부르거르 스트라쎄 35
루이켄, 헤르만
독일 67069 루드빅샤펜 브뤼셀러 링 34
팍, 피터
독일 67433 노이스타트 안 데르 알타르트 17
시겔, 볼프강
독일 67117 림부르거르호프 고에테스트라쎄 34베
바이스코프, 베레나
독일 67577 알샤임 김브샤이머 스트라쎄 29

(74) 대리인 김영
장수길

전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 인 함유 킬레이트 리간드의 정제 방법

(57) 요약

본 발명은 극성 추출제에 의한 추출에 의한 인 함유 킬레이트 리간드의 정제 방법에 관한 것이다.

특허청구의 범위**청구항 1.**

극성 추출제의 사용을 포함하는, (-20) 내지 150℃의 온도 및 1 내지 5000 Pa의 압력에서 추출 및 임의의 상 분리에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 2.

제1항 또는 제2항에 있어서, 사용되는 인 킬레이트 리간드가 두자리 (bidentate) 포스파이트, 포스포나이트, 포스파이트 포스포나이트, 포스파이트 포스포나이트 및 포스포나이트인, 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 3.

제1항 또는 제2항에 있어서, 온도가 0℃ 이상인, 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 4.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 온도가 100℃ 이하인, 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 5.

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 압력이 1 kPa 이상인, 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 6.

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 압력이 2000 Pa 이하인, 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 7.

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 사용되는 극성 추출제가 디니트릴인, 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 8.

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 사용되는 극성 추출제가 아디포니트릴 또는 메틸글루타로니트릴인, 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 9.

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 지방족 또는 시클로지방족 탄화수소 또는 이들의 혼합물을 추출 또는 상 분리 이전에 또는 도중에 인 킬레이트 리간드에 첨가하는, 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 10.

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 추출 또는 상 분리 이전에 또는 도중에 인 킬레이트 리간드에 첨가되는 지방족 또는 시클로지방족 탄화수소가 n-헵탄, n-옥탄, 시클로헥산, 메틸시클로헥산 또는 이들의 혼합물인, 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

청구항 11.

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 정제된 인 킬레이트 리간드가 100 ppm 미만 함량의 아민 염기, 아민 히드로클로라이드 또는 이들의 혼합물을 갖는 것인, 인 킬레이트 리간드의 정제 방법.

명세서**기술분야**

본 발명은 극성 추출제 (polar extractant)로의 추출에 의한 인 킬레이트 리간드의 정제 방법에 관한 것이다.

배경기술

US-A-6,069,167호, US-A-6,031,120호, WO-A-03/44029호 및 WO-A-03/62171호는 아민 보조 염기와 반응에 의한 특정 킬레이트 리간드의 선택적 합성을 개시한다.

이러한 합성에서, 비극성 용매, 예를 들어 톨루엔 중의 조용액 (crude solution)으로서 아민 염기 히드로클로라이드의 제거 (상 분리 또는 여과) 후에 리간드가 얻어진다. 리간드가 균일 촉매반응에서 사용되는 경우에, 비극성 용매는 종종 극성 용매를 위하여 교환된다. 본원에서 언급되는 예는 극성 용매가 반응물이기도 한, 3-펜텐니트릴의 ADN으로의 균일하게 니켈-촉매화된 히드로시아나화이다. 조직내 (In-house) 연구는 이러한 킬레이트 리간드가 비극성 매질 중에서 안정하지만, 리간드 합성으로부터 아민 및 아민 히드로클로라이드 극미량 때문에 극성 매질 중에서 비가역적으로 분해되거나 재배열된다고 나타내었다.

연구들은 재배열을 유도하는 성분이 실리카겔 상의 칼럼 크로마토그래피에 의하여 제거될 수 있음을 나타내었다. 그러나, 이러한 형태의 리간드 정제는 수톤 규모의 산업 공정에 있어서 비용이 너무 많이 든다.

발명의 상세한 설명

그러므로, 본 발명의 목적은 조 리간드 용액을 정제하는 적절한 저렴한 공정을 개발하고, 앞서 언급한 단점들을 치유하는 것이다.

따라서, 극성 추출제의 사용을 포함하는, 추출에 의하여 인 킬레이트 리간드를 정제하는 신규하고 개선된 방법을 발견하였다.

본 발명은 이하에서와 같이 수행할 수 있다:

US-A-6,069,267호, US-A-6,031,120호, WO-A-03/44029호 및 DE-A-102 30 222호에 알려져 있는 합성으로부터의 인 킬레이트 리간드는 그에 기재되어 있는 정제방법에 의하여 정제될 수 있다; 그에 기재되어 있는 반응 유출물은 바람직하게는 (-20) 내 150°C, 바람직하게는 (-10) 내지 120°C, 더욱 바람직하게는 0 내지 60°C의 온도, 및 1 내지 5000 kPa, 바람직하게는 10 내지 1000 kPa, 더욱 바람직하게는 50 내지 500 kPa, 특히 75 내지 250 kPa의 압력에서 극성 추출제로

직접 추출된다. 추출 및 상 분리에 있어서, 온도는 0℃ 이상, 바람직하게는 10℃ 이상, 더욱 바람직하게는 20℃ 이상, 및 100℃ 이하, 바람직하게는 80℃ 이하, 더욱 바람직하게는 60℃ 이하에서 유리하다고 발견되었으며, 압력은 1 kPa 이상, 바람직하게는 10 kPa 이상, 더욱 바람직하게는 20 kPa 이상, 및 1 kPa 이상, 바람직하게는 10 kPa 이상, 더욱 바람직하게는 20 kPa 이상 이하, 2000 kPa 이하, 바람직하게는 1000 kPa 이하, 더욱 바람직하게는 500 kPa 이하에서 유리하다고 발견되었다.

적절한 극성 추출제는 지방족 및 시클로지방족의 2상을 형성하는 모든 비양자성 극성 용매이며, 바람직하게는 니트릴, 디니트릴 및 디알킬아민, 더욱 바람직하게는 디니트릴, 예를 들어 아디포니트릴 또는 메틸글루타로니트릴이다.

추출은 당업자에게 알려져 있는 임의의 적절한 장치에서 배치식으로, 반배치식으로 또는 연속적인 방식으로 수행할 수 있다. 역류 추출 칼럼 (countercurrent extraction column), 혼합-침강기 단위 (mixer-settler unit) 또는 혼합-침강기 단위와 칼럼의 조합, 더욱 바람직하게는 분산 부품으로 시트 금속 패킹 (sheet metal packing)이 장착되어 있는 역류 추출 칼럼에서 작업하는 것이 바람직하다. 더욱 특히 바람직한 실시태양에서, 추출은 구획되고 교반되는 추출 칼럼 중에서 역류 중에서 수행할 수 있다. 상 분리는 그러한 상분리에서 보통 알려져 있는 1종 이상의 장치 중에서 수행할 수 있다. 바람직한 실시태양에서, 상 분리는 예를 들어 하나 이상의 혼합-침강기 조합이 있는 추출 장치 중에서, 또는 진정 구역 (calming element)이 있는 추출 칼럼을 장착하여 수행할 수 있다. 장치 형상에 따라서, 상 분리는 공간적, 시간적인 관점에서 추출의 마지막 부분으로 간주될 수도 있다. 상 분리는 그러한 상 분리에 있어서 당업자에게 공지되어 있는 하나 이상의 장치 중에서 수행할 수 있다. 바람직한 실시태양에서, 상 분리는 추출 장치 중에서, 예를 들어 하나 이상의 혼합-침강기 조합 중에서, 또는 진정 구역이 있는 추출 칼럼을 장착하여 수행할 수 있다.

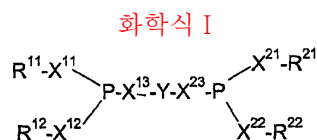
본 방법의 바람직한 실시태양에서, 반응 유출물을 연속상으로, 극성상을 분산상으로 사용한다. 이는 일반적으로 상 분리 시간을 단축하고, 래그 (rag) 형성을 감소시킨다. 그러나, 역 분산 방향, 즉 연속상으로서 반응 유출물, 분산상으로서 탄화수소상이 또한 가능하다. 통상적으로, 추출 장치의 분리 성능을 위하여 보다 이로운 분산 방향이 선택된다. 특히 바람직한 실시태양에서, 추출제가 분산상으로 사용되고, 히드로시안화 반응 유출물이 연속상으로 사용된다.

래그는 상부상과 하부상 사이의 상 분리가 불완전한 구역, 보통 고체가 분산될 수도 있는 액체/액체 혼합물을 지칭한다. 과량의 래그 형성은 이것이 추출을 방해하고, 추출 장치가 어떤 상황에서는 래그로 넘칠 수 있어, 그 결과 더이상 분리 작업을 완수할 수 없기 때문에 바람직하지 않다.

반응 유출물 또는 미리정제된 인 킬레이트 리간드는 추출 또는 상 분리 이전에 또는 도중에 지방족 또는 시클로지방족 탄화수소 또는 이들의 혼합물, 예를 들어 헥산 이성체 혼합물, n-헥산, 헵탄 이성체 혼합물, n-헵탄, 옥탄 이성체 혼합물, n-옥탄, 시클로헥산, 메틸시클로헥산 또는 이들의 혼합물, 바람직하게는 n-헵탄, n-옥탄, 시클로헥산, 메틸시클로헥산 또는 이들의 혼합물로 희석될 수 있다.

추출 중의 상의 부피비는 넓은 범위에서 변화할 수 있고, 일반적으로 0.01:1 내지 10:1, 바람직하게는 0.04:1 내지 2.5:1, 더욱 바람직하게는 0.07:1 내지 1.5:1이다.

적절한 인 킬레이트 리간드는 하기 화학식 I의 리간드이다:



X^{11} , X^{12} , X^{13} 는 각각 독립적으로 산소 또는 단일 결합이고, X^{11} 또는 X^{12} 또는 X^{13} = 산소이고,

X^{21} , X^{22} , X^{23} 는 각각 독립적으로 산소 또는 단일 결합이고, X^{21} 또는 X^{22} 또는 X^{23} = 산소이고,

R^{11} , R^{12} 는 각각 독립적으로 동일하거나 상이하고, 별개의 또는 가교된 유기 라디칼이고,

R^{21} , R^{22} 는 각각 독립적으로 동일하거나 상이하고, 별개의 또는 가교된 유기 라디칼이고,

Y는 가교기이다.

본 발명의 문맥상, 화합물 (II)는 상기 화학식의 단일 화합물 또는 상이한 화합물들의 혼합물이다.

바람직한 실시태양에서, X^{11} , X^{12} , X^{13} , X^{21} , X^{22} , X^{23} 은 각각 산소일 수 있다. 그러한 경우에, 가교기 Y는 포스포이트기에 결합된다.

다른 바람직한 실시태양에서, X^{11} 및 X^{12} 는 각각 산소이고 X^{13} 가 단일 결합일 수 있거나, 또는 X^{11} 및 X^{13} 가 각각 산소이고 X^{12} 가 단일 결합일 수 있어서, X^{11} , X^{12} 및 X^{13} 로 둘러싸인 인 원자가 포스포나이트의 중심 원자이다. 그러한 경우에, X^{21} , X^{22} 및 X^{23} 는 각각 산소일 수 있거나, 또는 X^{21} 및 X^{22} 는 각각 산소이고 X^{23} 가 단일 결합일 수 있거나, 또는 X^{21} 및 X^{23} 는 각각 산소이고 X^{22} 가 단일 결합일 수 있거나, 또는 X^{23} 가 산소이고 X^{21} 및 X^{22} 가 각각 단일 결합일 수 있거나, 또는 X^{21} 가 산소이고 X^{22} 및 X^{23} 가 각각 단일 결합일 수 있어서, X^{21} , X^{22} 및 X^{23} 에 의하여 둘러싸인 인 원자가 포스포이트, 포스포나이트 또는 포스포나이트, 바람직하게는 포스포나이트의 중심 원자일 수 있다.

다른 바람직한 실시태양에서, X^{13} 이 산소이고 X^{11} 및 X^{12} 가 각각 단일 결합일 수 있거나, 또는 X^{11} 가 산소이고 X^{12} 및 X^{13} 가 각각 단일 결합일 수 있어서, X^{11} , X^{12} 및 X^{13} 로 둘러싸인 인 원자가 포스포나이트의 중심 원자이다. 그러한 경우에, X^{21} , X^{22} 및 X^{23} 가 각각 산소일 수 있거나, 또는 X^{23} 가 산소이고 X^{21} 및 X^{22} 가 각각 단일 결합일 수 있거나, 또는 X^{21} 가 산소이고 X^{22} 및 X^{23} 가 각각 단일 결합일 수 있어서, X^{21} , X^{22} 및 X^{23} 으로 둘러싸인 인 원자가 포스포이트 또는 포스포나이트, 바람직하게는 포스포나이트의 중심 원자일 수 있다.

가교기 Y는 바람직하게는 예를 들어 C_1 - C_4 -알킬, 할로젠, 예를 들어 불소, 염소, 브롬, 할로젠화 알킬, 예를 들어 트리플루오로메틸, 아릴, 예를 들어 페닐로 치환되거나 비치환된 아릴기, 바람직하게는 방향족계 중에 6 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 기, 특히 피로카테콜, 비스(페놀) 또는 비스(나프톨)이다.

R^{11} 및 R^{12} 라디칼은 각각 독립적으로 동일하거나 상이한 유기 라디칼일 수 있다. 바람직한 R^{11} 및 R^{12} 라디칼은 비치환되거나, 또는 특히 C_1 - C_4 -알킬, 할로젠, 예를 들어 불소, 염소, 브롬, 할로젠화 알킬, 예를 들어 트리플루오로메틸, 아릴, 예를 들어 페닐로 일치환되거나 다치환될 수 있는 아릴 라디칼, 바람직하게는 6 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 것들, 또는 비치환된 아릴기이다.

R^{21} 및 R^{22} 라디칼은 각각 독립적으로 동일하거나 상이한 유기 라디칼일 수 있다. 바람직한 R^{21} 및 R^{22} 라디칼은 비치환되거나, 또는 특히 C_1 - C_4 -알킬, 할로젠, 예를 들어 불소, 염소, 브롬, 할로젠화 알킬, 예를 들어 트리플루오로메틸, 아릴, 예를 들어 페닐로 일치환되거나 다치환될 수 있는 아릴 라디칼, 바람직하게는 6 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 것들, 또는 비치환된 아릴기이다.

R^{11} 및 R^{12} 라디칼은 각각 분리되거나 가교될 수 있다.

R^{21} 및 R^{22} 라디칼은 각각 분리되거나 가교될 수 있다.

R^{11} , R^{12} , R^{21} 및 R^{22} 라디칼은 각각 분리될 수 있고, 둘은 가교되고 둘이 분리될 수 있거나, 또는 모두 넷이 기재된 방식으로 가교될 수 있다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 5,723,641호에 특정된 화학식 I, II, III, IV 및 V의 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 5,512,696호에 특정된 화학식 I, II, III, IV, V, VI 및 VII의 화합물, 특히 실시예 1 내지 31에서 사용된 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 5,821,378호에 특정된 화학식 I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII, XIV 및 XV의 화합물, 특히 실시예 1 내지 73에서 사용된 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 5,512,695호에 특정된 화학식 I, II, III, IV, V 및 VI의 화합물, 특히 실시예 1 내지 6에서 사용된 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 5,981,772호에 특정된 화학식 I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII 및 XIV의 화합물, 특히 실시예 1 내지 66에서 사용된 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 6,127,567호에 특정된 화합물들, 특히 실시예 1 내지 29에서 사용된 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 6,020,516호에 특정된 화학식 I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX 및 X의 화합물, 특히 실시예 1 내지 33에서 사용된 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 5,959,135호에 특정된 화합물들, 특히 실시예 1 내지 13에서 사용된 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 5,847,191호에 특정된 화학식 I, II 및 III의 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, US 5,523,453호에 특정된 화합물, 특히 그에 예시되어 있는 화학식 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20 및 21의 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, WO 01/14392호에 특정된 화합물들, 바람직하게는 그에 예시되어 있는 화학식 V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII, XIV, XV, XVI, XVII, XXI, XXII, XXIII의 화합물이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, WO 98/27054호에 특정된 화합물들이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, WO 99/13983호에 특정된 화합물들이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, WO 99/64155호에 특정된 화합물들이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, 독일 특허 출원 DE 100 380 37호에 특정된 화합물들이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, 독일 특허 출원 DE 100 460 25호에 특정된 화합물들이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, 독일 특허 출원 DE 101 502 85호에 특정된 화합물들이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, 독일 특허 출원 DE 101 502 86호에 특정된 화합물들이 유용하다.

특히 바람직한 실시태양에서, 독일 특허 출원 DE 102 071 65호에 특정된 화합물들이 유용하다.

본 발명의 더욱 특히 바람직한 실시태양에서, US 2003/0100442 A1호에 특정된 인 킬레이트 리간드가 유용하다.

본 발명의 더욱 특히 바람직한 실시태양에서, US 2004/062765 A1호에 특정된 인 킬레이트 리간드가 유용하다.

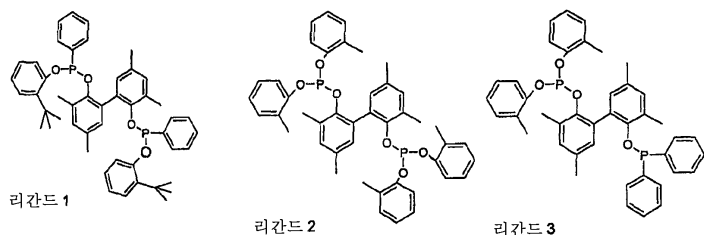
본 발명의 더욱 특히 바람직한 실시태양에서, 본 발명과 우선일이 동일한 바스프 아게 (BASF AG)의 제목이 "포스피나이트 포스페이트"인 독일 특허 출원 DE-A-10350 333호에 특정된 인 킬레이트 리간드가 유용하다.

본 발명에 따른 방법은 100 ppm 미만, 바람직하게는 80 ppm 미만, 더욱 바람직하게는 60 ppm 미만의 함량의 아민 염기, 아민 히드로클로라이드 또는 이들의 혼합물을 갖는 인 킬레이트 리간드가 얻어지도록 한다. 이러한 문맥상, 아민 염기는 예를 들어 트리알킬아민, 피리딘 염기, 디알킬아민, 모노알킬아민, 바람직하게는 메틸이미다졸, 및 또한 그로부터 형성되는 아민 히드로클로라이드, 예를 들어 트리에틸아민 히드로클로라이드 및 메틸이미다졸 히드로클로라이드, 바람직하게는 메틸이미다졸 히드로클로라이드이다.

이들은 부타디엔의 펜텐니트릴로의 히드로시아화, 2-메틸-3-부텐니트릴의 3-펜텐니트릴로의 이성체화, 및 3-펜텐니트릴의 아디포니트릴로의 히드로시아화를 위한 리간드로서 적절하다. 인 킬레이트 리간드 (예를 들어, US-A-5,981,772호 및 US-A-6,127,567호로부터 공지된 킬레이트 포스파이트, WO-A-99/64155호, WO-A-99/13983호, DE-A-101 50 285호 및 DE-A-102 07 165호로부터 공지된 킬레이트 포스포나이트, US-A-5,523,453호, US-A-5,693,843호 및 DE-A-101 50 286호로부터 공지된 킬레이트 포스포나이트, 및 DE-A-103 50 999호로부터 공지된 킬레이트 포스파이트 포스포나이트)가 예를 들어 니켈(0)의 보조로 촉매로 전환될 수 있다.

실시예

리간드 1, 2 및 3로의 모든 실시예를 아르곤 대기 (보호 기체 대기) 하에서 수행하였다.



실시예 1

아디포니트릴로의 추출 및 이후의 리간드 1의 가열

DE-A-102 30 222호에 따라서 제조된 리간드 1 (조리간드)의 60% 톨루엔 용액 600 g을 600 g의 메틸시클로헥산과 혼합하고, 각 경우에 60 g의 아디포니트릴로 실온에서 6회 추출하였다.

각 경우의 상부상을 3-펜텐니트릴과 혼합하고, 100℃에서 48시간 동안 가열하였다. 가열 후에, 손상되지 않은 (intact) 리간드 1의 함량을 ^{31}P NMR로 측정하였다.

결과를 하기 표 1에서 나타내었다.

[표 1]

아디포니트릴로의 추출

	중량 (g)	메틸이미다졸 히드로클로 라이드 (ppm)	메틸이미다졸 히드로클로 라이드 (mg)	메틸이미 다졸 (GC%)	메틸이미 다졸 (g)	리간드 1 함량 [%]	가열후 리간드 1 함량 [%]
조 리간드	600	820	492	1,72	10,32	95	
제1 상부상	1212,2	82	99	0,373	4,52		51
제2 상부상	1191	45	53	0,077	0,92		79
제3 상부상	1181,3	30	35	-	-		91
제4 상부상	1168,2	24	28	-	-		92
제5 상부상	1157,3	20	23	-	-		93
제6 상부상	1145,5	20	23	-	-		93
제1 하부상	47,8	3900	186	8,924	4,27		
제2 하부상	81,2	3000	243	4,606	3,74		
제3 하부상	69,7	1100	77	2,001	1,39		
제4 하부상	73,1	440	32	0,807	0,60		
제5 하부상	70,9	120	9	0,310	0,22		
제6 하부상	71,8	32	2	0,063	0,05		
			549		10.3		

실시예 2

메틸글루타로니트릴로의 추출 및 이후의 리간드 1의 가열

본 과정은 아디포니트릴 대신에 메틸글루타로니트릴을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 유사하였다.

결과를 하기 표 2에서 나타내었다.

[표 2]

메틸글루타로니트릴로의 추출

	중량 (g)	메틸이미다졸 히드로 클로라이드 (ppm)	메틸이미다졸 히드로 클로라이드 (mg)	메틸이미다졸 (GC%)	메틸이미다졸 (g)	리간드 1 함량 [%]	가열후 리간드 1 함량 [%]
조리간드	600	820	492	1.94	11.6	94	
제1 상부상	1219	22	27	0.40	4.9		76
제2 상부상	1200	19	23	0.14	1.7		85
제3 상부상	1185	19	23	0.03	0.4		91
제4 상부상	1169	20	23	-	-		92
제5 상부상	1157	17	20	-	-		92
제6 상부상	1143	17	19	-	-		92
제1 하부상	41	8000	328	8.90	3.6		
제2 하부상	79	2200	174	4.51	3.6		
제3 하부상	75	360	27	2.14	1.6		
제4 하부상	76	56	4	1.01	0.8		
제5 하부상	72	12	1	0.46	0.3		
제6 하부상	74	7	1	0.22	0.2		
			534		10.1		

실시예 3

3-펜텐니트릴 중의 리간드 2의 안정성

0.15 g의 리간드 2를 3 g의 3-펜텐니트릴에 용해시키고, 표 3에 나타나있는 메틸이미다졸의 양과 혼합하고, 가열 블록 (heating block)에서 아르곤 대기 하에서 17시간 동안 100℃로 가열하고, 리간드 2의 잔여 함량을 ^{31}P NMR 분광기에 의하여 측정하였다.

[표 3]

메틸이미다졸	리간드 2의 잔여 함량
1000 ppm	0%
500 ppm	5%
250 ppm	18%
125 ppm	45%
65 ppm	68%
35 ppm	87%

표 3으로부터의 결과는 리간드 2가 100 ppm 미만의 함량의 메틸이미다졸로부터 충분히 안정하다는 것을 나타내었다.

실시예 4

3-펜텐니트릴 중의 리간드 3의 안정성

0.15 g의 리간드 3을 실시예 3과 유사하게 3 g의 3-펜텐니트릴로 처리하였다. 결과를 ^{31}P NMR 분광기로 측정하고, 이를 하기 표 4에 나타내었다.

[표 4]

메틸이미다졸	잔여 킬레이트 리간드 함량
1000 ppm	55%
65 ppm	98%