



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0121293
(43) 공개일자 2009년11월25일

(51) Int. Cl.

C07C 253/30 (2006.01) C07C 255/24 (2006.01)
C07C 209/48 (2006.01) C07C 211/21 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-7018179

(22) 출원일자 2008년02월28일

심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2009년08월31일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2008/052412

(87) 국제공개번호 WO 2008/104581

국제공개일자 2008년09월04일

(30) 우선권주장

07103285.8 2007년03월01일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인

바스프 에스이

독일 데-67056 루트빅샤펜

(72) 발명자

오프트링, 알프레트

독일 67098 바트 뒤르크하임 임 뢰리히 49

다멘, 키르스텐

독일 67251 프라인샤임 헤르조크슈트라세 1

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

양영준, 위혜숙

전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 아미노 니트릴의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 포름알데히드 시아노히드린이 거의 없는 (FACH-무함유) 조질의 AAN을 50 내지 150℃의 온도에서 가열하는 것을 포함하는, 아미노아세토니트릴 (AAN) 및 5 내지 70 중량%의 이미노디아세토니트릴 (IDAN)을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물의 제조 방법에 관한 것이다.

(72) 발명자

한, 탈로

독일 67292 키르히하임볼란텐 괴테슈트라세 5

후고, 란돌프

독일 67246 디름스타인 마르틴-루터-슈트라세 7

바우만, 카트린

독일 68529 만하임 괴르너슈트라세 42

멜더, 요한-페터

독일 67459 뵐-이겔하임 피히텐슈트라세 2

특허청구의 범위

청구항 1

포름알데히드 시아노히드린이 거의 없는 (FACH-무함유) 조질의 아미노아세토니트릴 (AAN)을 50 내지 150℃의 온도에서 가열하는 것을 포함하는, 아미노아세토니트릴 (AAN) 및 5 내지 70 중량%의 이미노디아세토니트릴 (IDAN)을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 조질의 AAN을 60 내지 130℃의 온도에서 가열하는 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 아미노 니트릴 혼합물이 10 내지 40 중량%의 IDAN을 포함하는 것인 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 튜브 반응기, 유동 튜브, 강하막 증발기, 박막 증발기, 또는 동일하거나 또는 상이한 반응기를 포함하는 상기 언급된 2종 이상의 반응기의 캐스케이드에서 수행하는 방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 조질의 AAN에서의 NH_3 대 AAN의 몰 비가 2.5:1 [mol/mol] 이하이고/거나 아미노 니트릴 혼합물의 셋팅 동안 방출된 NH_3 을 장치로부터 증류 제거하는 방법.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 조질의 AAN을 50 내지 80℃ 온도에서 4:1 [mol/mol] 이상의 몰 비의 NH_3 및 포름알데히드 시아노히드린 (FACH)으로부터 제조하는 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 조질의 AAN의 합성 직후에 수행하는 방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 혼합물에서 보다 높은 IDAN 비율을 달성하기 위해, 각 경우 언급된 파라미터 범위 내에서

- i. 상대적으로 높은 온도를 선택하고,
- ii. 상대적으로 긴 체류 시간을 선택하고/거나,
- iii. 장치 (A1)에서 NH_3 함량을 감소시키는 방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 얻어진 아미노 니트릴 혼합물을 후속적으로 촉매적 수소화시켜 에틸렌 아민 혼합물을 얻는 방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 에틸렌디아민 (EDA) 및/또는 디에틸렌트리아민 (DETA)을 수소화에서 얻어진 에틸렌 아민 혼합물로부터 분리시키는 방법.

청구항 11

적절한 경우 EDA 및/또는 DETA를 에틸렌 아민 혼합물로부터 분리시키는 촉매적 수소화에 의해 에틸렌 아민을 제조하기 위한, 제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해 제조할 수 있는 아미노 니트릴 혼합물의 용

도.

명세서

- <1> 본 발명은 아미노아세토니트릴 (AAN) 및 5 내지 70 중량%의 이미노디아세토니트릴 (IDAN)을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물의 제조 방법에 관한 것이다.
- <2> AAN 및 IDAN은 축매적 수소화에 의한 에틸렌 아미드의 제조에서 중요한 출발 물질 또는 중간체이다. 요컨대, 예를 들어 EP-A 1 209 146은 니트릴에서 1급 아민으로의 연속적 수소화 방법에 관한 것이며, 에틸렌디아민 (EDA)은 출발 물질로서 AAN으로부터 제조되며, 디에틸렌트리아민 (DETA)은 출발 물질로서 IDAN으로부터 제조된다.
- <3> 마찬가지로, AAN 및 IDAN의 제조 방법은 알려져 있다. 요컨대, US-A 5,079,380은 AAN의 제조 방법에 관한 것이며, 여기서 암모니아 (NH_3), 포름알데히드 (HCHO) 및 시안화수소산 (HCN)을 100°C 이상에서 반응시킨다. 추가적으로, 먼저 또 다른 포름알데히드 및 시안화수소산을 반응시켜 중간체로서 포름알데히드 시아노히드린 (FACH)을 형성하고, 후속적으로 이를 암모니아와 추가로 반응시켜 AAN을 형성하는 것이 일반적으로 알려져 있다. 암모니아 대 FACH, 또는 암모니아 대 포름알데히드 및 시안화수소산의 몰 비는 보통 4:1 [mol/mol]이다. AAN 합성에서의 온도는 50 내지 80°C 이고, pH는 약 10이다. 마찬가지로, IDAN의 제조는 보통 암모니아 및 FACH, 또는 암모니아, 포름알데히드 및 시안화수소산으로부터 시작한다. 일반적으로, IDAN을 형성하기 위한 반응은 상응하는 AAN의 합성에서의 것에 비해 보다 높은 온도 (약 100 내지 150°C), 약 5 내지 7의 보다 낮은 pH 및 보다 적은 비율의 암모니아에서 수행한다. 이러한 IDAN의 제조 방법은 예를 들어 EP-A 426 394 또는 US-A 4,895,971에 기재되어 있다. 별법으로, IDAN의 제조는 예를 들어 US-A 3,988 360에 기재된 것과 같이 우로트로핀 (헥사메틸렌테트라아민; HMTA)과 시안화수소산 및 포름알데히드의 반응에 의해서도 수행할 수 있다.
- <4> US-A 2,511,487은 AAN으로부터 IDAN을 제조하는 방법에 관한 것이다. 상기 문헌에서, AAN을 FACH와 약 1:0.3-1.5 [mol/mol]의 몰 비로 혼합하고, 미네랄산 안정화제, 예컨대 인산의 존재 하에 100 내지 150°C 에서 가열한다. 매우 높은 수율의 IDAN을 얻기 위해, 반응은 바람직하게는 최대 15분 동안 135°C 내지 150°C 에서 일어난다. 그러나, US-A 2,511,487은 AAN 및 FACH의 혼합물을 (별도의) 장치에 통과시키는 것을 언급하지 않으며, 대신 상기 반응은 냉각 시설을 갖는 통상적인 플라스크에서 일어난다.
- <5> 상기 기재된 AAN 또는 IDAN의 제조 방법 모두에서 각각의 생성물 (AAN 또는 IDAN)을 매우 높은 순도로 제조하기 위한 시도가 항상 이루어져 왔다. 그러나, 주로 (아미노 니트릴로서) AAN 및 IDAN을 정의된 조성으로 포함하는 아미노 니트릴 혼합물을 계획적으로 제조할 수 있는 방법은 알려져 있지 않았다. AAN 및 IDAN을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물을 제조하기 위해, 원칙적으로 2종의 주요 성분 AAN 및 IDAN을 원하는 비율로 혼합하는 것이 가능하다. 그러나, 이러한 방법의 단점은 첫번째로 2종의 별개 물질 (AAN 및 IDAN)을 사용하여야 하며, 두번째로 고체로서 얻어지는 IDAN의 단리 및 취급에 종종 문제점이 존재한다는 것이다.
- <6> 따라서, 본 발명의 목적은 정의된 양의 AAN 및 IDAN을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물의 개선된 제조 방법을 제공하는 것이며, 혼합물에서 IDAN의 비율은 변할 수 있다. 본원에서, 아미노 니트릴 혼합물에 포함되는 IDAN의 총량은 혼합물에 포함된 아미노 니트릴의 총량을 기준으로 하여 5 내지 70 중량%이어야 한다.
- <7> 본 발명에 따르면, 상기 목적은 포름알데히드 시아노히드린이 거의 없는 (FACH-무함유) 조질의 AAN을 50 내지 150°C 의 온도에서 가열하는 것을 포함하는, 아미노아세토니트릴 (AAN) 및 5 내지 70 중량%의 이미노디아세토니트릴 (IDAN)을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물의 제조 방법에 의해 달성된다.
- <8> 본 발명의 방법은 정의된 양의 2종의 주요 구성성분 AAN 및 IDAN을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물을 제조할 수 있다는 이점을 갖는다. 게다가, AAN 및 5 내지 70 중량%의 IDAN을 포함하는 혼합물은 매우 선택적인 방식으로 제조할 수 있다. 따라서, 본 발명의 방법은 아미노 니트릴 혼합물에서 다양한 IDAN 함량을 설정할 수 있도록 한다. 이는 단순한 방식으로 달성되는데, 1종의 출발 물질 (AAN) 만이 제조되어야만 하며, IDAN은 다시 한번 본 발명의 방법에서 이의 일부로부터 형성되기 때문이다.
- <9> AAN에서 IDAN으로의 완전한 변환 (FACH에 의한)이 발견되는 US-A 2,511,487에 기재된 방법과는 달리, 추가의 FACH는 본 발명의 방법에서 첨가하지 않는다. 이러한 방식에서, 여러 IDAN 비율을 갖는 아미노 니트릴 혼합물을 제조하는 것이 가능하다. 마찬가지로, IDAN의 별도의 제조는 불필요하며, 고체로서 얻어진 생성물 (IDAN)의 단리 및 취급과 관련된 문제점은 본 발명의 방법에서 발생하지 않는다.
- <10> 조질의 AAN으로서, 일반적으로 임의의 유형의 AAN을 본 발명의 방법에서 사용하는 것이 가능하다. 그러나, 조

질의 AAN은 보통 수성 또는 수성-암모니아성 용액 형태이다. 조질의 AAN에서의 AAN의 비율은 보통 5 내지 100 중량%, 바람직하게는 10 내지 80 중량%이다.

- <11> 바람직하게는, 조질의 AAN은 50 내지 80℃의 온도에서 4:1 [mol/mol] 이상의 물 비의 암모니아의 수성 혼합물과 포름알데히드 시아노히드린 (FACH)과의 반응에 의해 제조한다. 이러한 방법은 당업자들에게 알려져 있다. 바람직하게는, 반응은 약 70℃에서 약 10 내지 20분의 체류 시간으로 유동 반응기에서 수행한다. 바람직하게는, 조질의 AAN 중 FACH 함량이 매우 낮도록 반응을 수행한다. 이를 달성하기 위해, 충분히 긴 체류 시간 또는 너무 낮지 않은 반응 온도를 설정한다. 적절한 경우, 이러한 반응 파라미터를 최적화하여 반응으로부터의 산출물에서 FACH가 실질적으로 남아있지 않도록 한다.
- <12> 별법으로, 당업자들에게 알려진 다른 방법, 예를 들어 암모니아와 포름알데히드 및 시안화수소산과의 반응에 의해 조질의 AAN을 제조할 수 있다.
- <13> 본 발명의 목적상, 표현 "포름알데히드 시아노히드린이 거의 없는 (FACH-무함유)"은 AAN의 양을 기준으로 10 mol% 이하의 FACH가 조질의 AAN에 존재하는 것을 의미한다. 바람직하게는, 조질의 AAN에서의 FACH 농도는 1 mol% 이하이고, 조질의 AAN이 완전히 FACH-무함유인 것이 특히 바람직하다.
- <14> 또한, 조질의 AAN 용액으로부터 조질의 AAN의 제조에서 반응하지 않은 임의의 암모니아의 일부 또는 전부를 제거하는 것이 유리할 수 있다. 바람직하게는, 플래시 증발에 의해 과량의 암모니아의 완전 또는 부분 제거를 수행한다. 바람직하게는, 조질의 AAN에서의 암모니아 대 AAN의 몰비가 2.5:1 [mol/mol] 이하가 되도록 암모니아를 제거한다.
- <15> 원칙적으로, 본 발명의 방법은 임의의 원하는 장치에서 수행할 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 방법은 선행하는 조질의 AAN의 합성에서와 동일한 장치에서 수행할 수 있거나, 또는 본 발명의 방법은 별도의 장치에서 수행한다. 바람직하게는, 본 발명의 방법은 조질의 AAN의 합성과 동일한 반응기에서 수행한다.
- <16> 연속 공정에서, 예를 들어 유동 튜브 또는 유동 튜브의 캐스케이드 (cascade)를 사용할 수 있다. 비록 1개 장치만이 존재하더라도 반응 공학 용어에서 유동 튜브의 캐스케이드에 해당하도록, 각각의 유동 튜브는 우세한 반응 조건으로 정의된 복수의 섹션으로 나눌 수 있다. 이는 상이한 가열 또는 냉각 구역, 상이한 촉매, 또는 반응물 또는 불활성 성분 (예를 들어, 용매)의 중간 도입을 통해 실제로 달성될 수 있다. 또한, 다른 유형의 반응기를 개별적으로 또는 캐스케이드로서 사용할 수 있다. 특히, 상이한 유형의 반응기 또는 장치를 연결하여 캐스케이드를 형성할 수 있다. 가능한 유형의 반응기는 유동 튜브 이외에 루프 반응기, 교반 용기, 강하막 증발기, 박막 증발기 또는 다른 유형의 열 교환기이다. 이러한 장치 또는 반응기는 각 경우에서 외부 회로의 존재 또는 부재 하에 작동할 수 있으며, 외부 회로는 역혼합, 또는 외부 열 교환기를 통한 열의 단순 도입 또는 제거를 수행할 수 있다.
- <17> 특히, 제1 반응기 또는 반응기 일부 또는 반응기 섹션에서 조질의 AAN의 합성을 수행하는 것이 가능하다. 제2 반응기 또는 반응기 일부 또는 반응기 섹션에서, 이후 적절한 경우 예를 들어 조질의 AAN 스트림의 플래싱 또는 증류에 의해 암모니아의 완전 또는 부분 제거를 수행할 수 있다. 제3 반응기 또는 반응기 또는 부분 반응기의 제3 섹션에서, 최종적으로 AAN에서 IDAN으로의 부분 변환이 일어난다.
- <18> 반응 혼합물의 회분식 제조의 경우, 단일 반응기 또는 단일 장치의 사용이 바람직하며, 여기서 상기-기재된 개개의 단계 (조질의 AAN 제조, NH₃ 제거, AAN에서 IDAN으로의 부분적 전환)를 연속해서 수행한다. 이러한 목적을 위해, 각각의 하위단계에 대해 원하는 반응 조건을 연속적으로 설정한다. 적합한 유형의 반응기는, 예를 들어 각 경우 온도를 조절하도록 하는 외부 회로를 갖거나 갖지 않는, 교반 용기, 루프 반응기, 중첩된 증류 컬럼을 갖는 탱크 또는 교반 탱크이거나, 또는 반응은 외부 열 교환기에서 완전히 또는 부분적으로 일어난다. 특정 실시양태에서, 연속 또는 불연속 반응 증류 컬럼에서 반응 및 증류를 합하는 것이 가능하다.
- <19> 바람직하게는, 본 발명의 방법은 튜브 반응기, 유동 튜브, 강하막 증발기 또는 박막 증발기 중 선택된 장치에서 수행한다. 이러한 반응기는 개별적으로, 또는 동일하거나 상이한 반응기의 캐스케이드로서 사용할 수 있다. 특히, 반응기 캐스케이드는 또한 단일 반응기 또는 단일 장치에서 상이한 섹션에서의 상이한 반응 조건을 통해 얻을 수 있다.
- <20> 적절한 경우, 원하는 아미노 혼합물의 셋팅 중에 방출된 암모니아는 예를 들어 NH₃의 증류 제거에 의해 장치로부터 제거할 수도 있다. 중첩된 증류 컬럼을 갖는 용기 또는 교반 용기, 또는 반응 증류 컬럼에서 암모니아의 제거 및 아미노 니트릴 혼합물의 합성을 동시에 수행하는 것이 바람직하다. 추가적으로, 암모니아 대 AAN의 몰

비를 2.5:1 [mol/mol] 이하의 값으로 설정하는 것이 바람직하다.

- <21> 본 발명의 방법에서, 조질의 AAN을 50 내지 150℃, 바람직하게는 60 내지 130℃의 온도로 가열한다.
- <22> 본 발명의 추가 실시양태에서, 한 장치에서 조질의 AAN을 제조하고, 후속적으로 별도의 장치 (A1)에 통과시킨다. 이러한 또 다른 실시양태에서, 조질의 AAN을 70 내지 150℃의 온도에서 최대 30분 동안 가열한다. 바람직하게는, 온도는 80 내지 130℃이다. 원칙적으로, 적합한 장치 (A1)은 AAN을 언급된 온도 범위로 통과시킬 수 있는 모든 장치이다. 바람직하게는, 장치 (A1)은 튜브 반응기, 유동 튜브, 강하막 증발기 또는 박막 증발기이다. 이러한 유형의 반응기는 개별적으로 작동되거나, 또는 연결되어 캐스케이드를 형성할 수 있다. 상이한 섹션에서 다른 반응 조건은 단일 장치, 예를 들어 상이한 온도 영역을 갖는 유동 튜브에서 반응기 캐스케이드를 실현하는 것이 가능하도록 한다.
- <23> 원칙적으로, 주 성분으로서 AAN 및 5 내지 70 중량%의 IDAN을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물을 본 발명의 방법을 통해 제조할 수 있다. 바람직하게는, IDAN 함량은 5 내지 50 중량%, 보다 바람직하게는 10 내지 40 중량%, 특히 바람직하게는 10 내지 25 중량%이다. AAN 함량은 보통 30 내지 95 중량%, 바람직하게는 50 내지 95 중량%, 특히 바람직하게는 75 내지 90 중량%이다. 상기 언급된 AAN 및 IDAN의 중량 백분율은 혼합물에 포함된 아미노 니트릴의 총량을 기준으로 한다. 임의의 물, 용매 또는 다른 부산물, 예를 들어 추가의 아미노 니트릴, 또는 존재할 수 있는 다른 불순물은 이들 숫자에서 고려되지 않는다.
- <24> 그러나, 본 발명의 방법에서 매우 높은 비율의 IDAN (5 내지 70 중량% 범위를 기준으로 하여)을 포함하는 아미노 니트릴 혼합물을 제조하기 위해, 하기 파라미터를 서로 독립적으로 변경할 수 있다:
- <25> i) 상대적으로 높은 온도를 언급된 70 내지 150℃의 온도 범위 내에서 선택한다. 보다 높은 온도를 선택할수록, 아미노 니트릴 혼합물에서 IDAN의 비율이 보다 높아진다;
- <26> ii) 조질의 AAN을 가열하는 시간을 길게 한다. 조질의 AAN이 승온에 노출되는 시간이 길수록, 아미노 니트릴 혼합물에서 IDAN의 비율이 보다 높아진다; 또는
- <27> iii) 장치에서 NH₃ 함량을 감소시킨다. 장치에서 NH₃ 함량이 낮을수록, 아미노 니트릴 혼합물에서 IDAN 함량이 보다 높아진다.
- <28> 본원에서, 온도의 증가는 NH₃의 제거를 촉진하며, 따라서 i) 및 iii)에 따라 보다 높은 IDAN 함량을 유발한다. 또한, 압력은 NH₃ 함량 감소에 따라 증가한다. 적절한 경우, 압력 증가에 의해 온도를 추가로 증가시킬 수 있으며, 외부 압력을 적용하거나, 또는 상기 방법은 내재적 압력 (= 주어진 온도에서의 혼합물의 증기압)에서 수행한다.
- <29> 후속적으로, 본 발명의 방법에서 얻어진 아미노 니트릴 혼합물은 추가로 가공처리할 수 있다. 바람직하게는, 아미노 니트릴 혼합물을 후속적으로 당업자들에게 알려진 방법에 의해 촉매적 수소화시켜 에틸렌 아민 혼합물을 얻는다. 촉매적 수소화에서 얻어진 에틸렌 아민 혼합물은 특히 EDA 및 DETA를 포함한다. 적절한 경우, 수소화 이후 얻어진 에틸렌 아민 혼합물의 개개 성분을 분리시킬 수 있으며; 이는 바람직하게는 EDA 및/또는 DETA이다.
- <30> 이에 따라, 본 발명은 추가로 촉매적 수소화에 의한 에틸렌 아민의 제조를 위한 본 발명의 방법을 사용하여 제조된 아미노 니트릴 혼합물의 용도를 제공하며, 적절한 경우 EDA 및/또는 DETA를 에틸렌 아민 혼합물로부터 분리시킬 수 있다.
- <31> 적절한 경우, 아미노 니트릴 혼합물의 개개의 성분, 특히 AAN 및 IDAN을 아미노 니트릴 혼합물로부터 다시 분리시킬 수 있다.
- <32> 본 발명의 방법은 (반)회분 공정 또는 바람직하게는 연속 공정으로서 수행할 수 있다. 본 발명의 한 실시양태에서, 조질의 AAN의 합성 직후에 아미노 니트릴 혼합물을 제조한다. 이러한 실시양태에서, 조질의 AAN은 바람직하게는 암모니아와 FACH와의 반응에 의해 제조한다.
- <33> 본 발명을 하기 실시예에 의해 예시한다. 달리 언급하지 않는다면, 모든 백분율은 중량 단위 (중량%)이다.

실시예

<34> 실시예 1: 조질의 AAN의 제조

<35> 일반적인 방법:

- <36> 약 70℃에서 유동 반응기에서 4:1 이상의 몰비의 암모니아의 수성 혼합물과 포름알데히드 시아노히드린 (FACH) 과의 반응. 체류 시간: 약 10분. 얻어진 조질의 AAN은 거의 FACH-무함유이다.
- <37> 잉여 암모니아를 플래시 증발에 의해 상기 혼합물로부터 부분적으로 또는 완전히 제거할 수 있다.
- <38> AAN의 수율 (FACH 기준): $\geq 95\%$
- <39> AAN:IDAN의 중량비 = 99:1
- <40> AAN + IDAN에 대한 선택성: $> 97\%$
- <41> 구체적인 절차:
- <42> 액체 암모니아 118.6 g (6.96 mol)과 44.5% 농도 수성 FACH 243.4 g (1.742 mol)의 반응.
- <43> 2종의 반응물을 고정식 혼합기를 통해 혼합하고, 이후 튜브에 넣는다.
- <44> 튜브 반응기: 길이 = 400 mm, 직경 = 10 mm; 유리구 패킹 (직경 = 3 mm); 용량 = 60 ml.
- <45> 반응 구간 후, 생성물 혼합물은 하기 대략의 조성을 포함한다:
- <46> AAN 35%, 암모니아 20%, FACH < 1%, IDAN < 1%, 나머지 물.
- <47> **실시예 2: (본 발명에 따른 방법)**
- <48> 유동 튜브에서 실시예 1에 기재된 것과 같이 제조된 수성-암모니아성 AAN 용액의 반응:
- <49> 장치: 실시예 1에서와 같음
- <50> 몰 비 = 1:1 (AAN 대 암모니아): 약 28 중량%의 AAN, 약 9%의 암모니아
- <51> 몰 비 = 1:0.5: 약 37%의 AAN, 약 5-6%의 암모니아
- <52> 몰 비 = 1:1.5: 약 25%의 AAN, 약 10-11%의 암모니아
- <53> 나머지: 각 경우 물

실험	AAN:NH ₃ 의 몰 비	T (°C)	Re. t. (min.)	AAN:IDAN 의 중량비(%)
1	1:1	100	20	79:21
2	1:1	100	10	87:13
3 A	1:0.5	100	10	80:20
3 B	1:0.5	100	20	69:31
4	1:1.5	120	5	75:25

<54>

<55> Re. t. = 유동 튜브에서의 체류 시간

<56> 선택성 (AAN + IDAN): 모든 경우에서 $\geq 98\%$