

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶



[12] 发明专利申请公开说明书

C07C211 / 62
C07D295 / 13 C08G 64 / 04
C08G 64 / 24

[21] 申请号 98109756.1

[43]公开日 1998年12月16日

[11] 公开号 CN 1201782A

[22]申请日 98.5.5

[30]优先权

[32]97.5.5 [33]US[31]851,260

[71]申请人 通用电气公司

地址 美国纽约州

[72]发明人 D·J·布鲁内勒 M·E·内尔森
P·D·费尔普斯 L·I·弗罗维尔斯
E·P·波登 P·D·塞贝尔特
E·H·A·卡佩勒

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 罗才希

权利要求书 3 页 说明书 9 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 二氨基烷基季铵盐和它们的制备方法及其用途

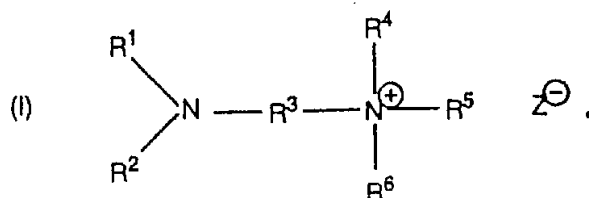
[57]摘要

通过烷基卤化物与叔二胺反应制备二氨基烷基的季铵盐,所述的叔二胺有连接到氮原子上的 C₂₋₂₀ 的伯烷基和在两个氮原子之间有一个烷基,其中至少三个碳原子分隔上述的两个氮原子。上述的盐优选基本上无相应的二胺。它们用作通过碳酰氯与至少一种二羟基芳族化合物反应界面制备聚碳酸酯的催化剂。使用这类催化剂制备聚碳酸酯在碳酰氯的消耗方面经济,氯甲酸酯基迅速地转化成所希望的物质,提供了未反应的二羟基芳族化合物的很低含量的产品。

权 利 要 求 书

1. 一种具有以下通式的二氨基烷基季铵盐，所说通式为：

5



10 其中， R^1 、 R^2 、 R^4 、 R^5 和 R^6 的每一个是 $-C_{1-20}$ 的伯烷基，或 R^1 与 R^2 同连接它们的氮原子，和 R^4 与 R^5 同与连接它们的氮原子两种组合中至少有其中一种组合而形成一个吡咯烷环或哌啶环；

R^3 是 $-C_{2-20}$ 的亚烃基，其中至少二个碳原子分隔两个氮原子；和

Z 是一个等价阴离子。

15 2. 按权利要求 1 的盐，其中 R^1 、 R^2 、 R^4 、 R^5 和 R^6 的每一个是一个 C_{2-20} 的伯烷基，而 R^3 是 $-C_{3-20}$ 的亚烃基。

3. 权利要求 2 的盐，基本上没有未反应的二胺。

4. 按权利要求 2 的盐，其中 Z 是氢氧化物、溴化物或氯化物的阴离子。

5. 按权利要求 4 的盐，其中 R^1 、 R^2 、 R^4 、 R^5 和 R^6 的每一个是一个 C_{2-8} 的伯烷基。

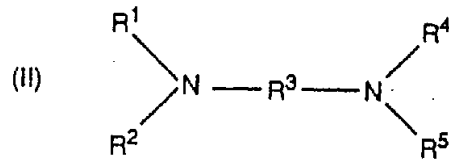
20 6. 按权利要求 4 的盐，其中 R^3 是 $-C_{3-10}$ 的亚烃基，其中至少五个碳原子分隔两个氮原子。

7. 按权利要求 6 的盐，其中 R^1 、 R^2 、 R^4 和 R^5 的每一个是乙基， R^6 是正-己基或正-辛基，而 R^3 是 1,6-亚己基。

25 8. 一种制备基本没有相应的二胺的二氨基烷基季铵盐的方法，该方法包括使至少三个碳原子分隔两个氮原子的叔脂肪族或脂环族二胺与 $-C_{2-20}$ 烷基卤化物在约 20-150°C 的温度下接触，所述二胺与所述卤化物摩尔比至少是 1: 1，随后通过把氨基的盐溶于一种碱性水溶液中除去未反应的二胺和用低极性的有机液相提取上述的介质。

9. 按权利要求 8 的方法，其中上述二胺与所述卤化物的摩尔比至少为 2: 1。

30 10. 按权利要求 9 的方法，其中二胺的通式是



5

和卤化物的通式是 R^6Z ，其中：

R^1 、 R^2 、 R^4 和 R^5 的每一个是 $-C_{1-20}$ 伯烷基，或 R^1 与 R^2 同连接它们的氮原子，和 R^4 与 R^5 同连接它们的氮原子两种组合中至少有其中一种组合而形成一吡咯烷环或哌啶环；和

10 R^3 是 $-C_{2-20}$ 的亚烃基，其中至少两个碳原子分隔两个氮原子；和 Z 是氯化物或溴化物的阴离子。

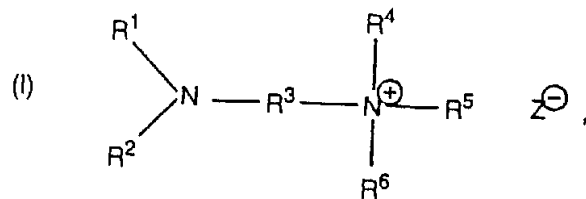
11. 按权利要求 10 的方法，其中 R^1 、 R^2 、 R^4 、 R^5 和 R^6 的每一个是 $-C_{2-20}$ 的伯烷基，和 R^3 是 $-C_{3-20}$ 的亚烃基。

12. 按权利要求 11 的方法，其中有机液相是一脂肪族或芳族烃。

15 13. 按权利要求 12 的方法，其中有机液相是甲苯或石油醚。

14. 一种制备聚碳酸酯的方法，该方法包括在催化有效量的二氨基烷基季铵盐的存在下，使至少一种二羟基芳族烃化合物与碳酰氯在一碱性水溶液-有机体系中接触，所述的二氨基烷基季铵盐的通式是

20



其中：

25 R^1 、 R^2 、 R^4 、 R^5 和 R^6 的每一个是 $-C_{1-20}$ 的伯烷基，或 R^1 与 R^2 同连接它们的氮原子，和 R^4 与 R^5 同连接它们的氮原子两种组合中至少有其中一种组合而形成一吡咯烷环或哌啶环；

R^3 是 $-C_{2-20}$ 亚烃基，其中至少两个碳原子分隔两个氮原子；和 Z 是一等价的阴离子。

30 15. 按权利要求 14 的方法，其中， R^1 、 R^2 、 R^4 、 R^5 和 R^6 的每一个是

一个 C_{2-20} 的伯烷基和 R^3 是一个 C_{3-20} 的亚烃基。

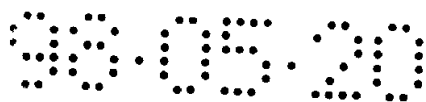
16. 按权利要求 14 的方法, 其中聚碳酸酯是一双酚 A 聚碳酸酯。

17. 按权利要求 16 的方法, 其中水溶液-有如体系包括与水不混溶的有机溶剂。

5 18. 按权利要求 17 的方法, 其中有机溶剂是二氯甲烷。

19. 按权利要求 15 的方法, 其中氨基的盐以二羟基芳族化合物计, 为约 0.1-5.0% (mol) 。

10 20. 按权利要求 15 的方法, 其中 R^1 、 R^2 、 R^4 和 R^5 的每一个是乙基, R^6 是正一己基或正辛基, R^3 是 1,6-二己基, Z 是溴化物或氯化物的阴离子, 和所述的氨基烷基的季铵盐是基本上无未反应的二胺。



说明书

二氨基烷基季铵盐和它们 的制备方法及其用途

5

本发明涉及聚碳酸酯的界面制备方法，特别是在制备方法中所使用的催化剂的改进。

所谓聚碳酸酯的“界面制备方法”包括在适宜的催化剂存在下，在一碱性的水溶液-有机介质中，进行至少一种二羟基芳族化合物与碳酰氯的反应。反应生
10 成的聚碳酸酯迁移到有机相后，从其中回收。

叔胺，特别是三烷基胺如三乙胺可以用作聚碳酸酯界面制备方法的催化剂早已为人们公知。但是，利用叔胺作催化剂要求采用相当大过量的碳酰氯，通常超过化学计量的 10-15%，因为碳酰氯的水解是主要的副反应。

近几年来，例如美国专利 5391692 号所描述的，已经发现相转移催化剂如季铵卤化物和季磷卤化物可以代替叔胺用作聚碳酸酯界面制备方法的催化剂，由此
15 提高了碳酰氯的利用率。但是，这些催化剂的使用也抑制了氯甲酸酯—封端的中间体聚合物转化成有用的物质，最通常是封端的或羟基终端的聚碳酸酯。由于氯甲酸酯—封端物质可以有意义的比例生产和由于在聚碳酸酯产品中它们的存在是不希望的，所以由于它的伴生，虽然使用相转移催化剂改进了碳酰氯的使用率，
20 但是仍未被以工业规模广泛采用。氯甲酸酯的形成和慢慢转化成较少的有害物质，以及长的聚合时间与进一步强制碳酰氯的附加量产生所希望分子量的聚合物是下文要集中说明的“终点问题”。

最近，研究发现，并且在美国专利 5519105 号和 5510449 号中已经公开相转移催化剂和叔胺的组合使用可以产生碳酰氯的有效使用和提高氯甲酸酯—封端聚
25 合物转化成有用产物的效果。但是，两种催化剂的组合使用有它自己的缺点，这些缺点包括必须采用两独立的回收催化剂的工艺流程。

人们已经发现，在聚碳酸酯的界面制备方法中采用叔胺产生了在聚碳酸酯产品中有较高（例如 6 ppm 或 6 ppm 以上-重量计）比例残留单体的二羟基芳族化合物的结果。虽然这一比例在许多应用领域没有意义，但当聚碳酸酯的使

30

用打算与食品或饮料接触时，这一比例是不希望的。这种使用的一个实例是制造水瓶。

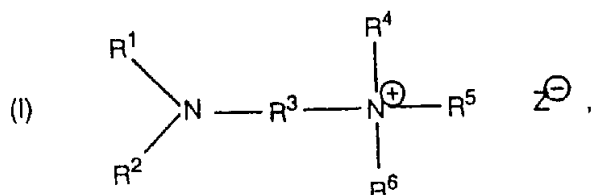
最后，从工业化的观点来看，重要的是处理和回收催化剂物料以便循环使用的方法与传统的叔胺所采用的处理和回收方法相似。传统的方法包括分离水相和有机相，在分相期间，优选催化剂大部分在有机相；用酸性水溶液洗涤有机相，在此期间，催化剂尽可能多的转移到洗液相中；和随后从洗液相中回收催化剂循环使用。

所以，开发有上述性质的聚碳酸酯界面制备方法中使用的新催化剂仍然是有意义的。

10 本发明是以一新类有机化合物的发现为基础，这类化合物叔胺和季铵盐的官能度结合成一个分子。这些化合物可以用作聚碳酸酯界面制备方法的催化剂，当这样使用时，它们综合了碳酰氯的有效利用、氯甲酸酯的迅速转化和聚碳酸酯产品中很低比例的二羟基芳族化合物的优点。

本发明的一个方面是有通式

15



20

的二氨基烷基季铵盐（为简便起见，下文简称“氨基的盐”）

上式中， R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、和 R^6 的每一个是一个 C_{1-20} 的伯烷基，或 R^1 与 R^2 同连接它们的氮原子和 R^4 与 R^5 同连接它们的氮原子两种组合中至少有其中一种组合而形成吡咯烷环或哌啶环；

25 R^3 是一 C_{2-20} 亚烃基、其中至少两个碳原子分隔两个氮原子；和

Z 是一个等价的阴离子。

30 本发明另一方面是基本上不含相应二胺的这类盐的制备方法，该方法包括在约 20-150°C 的温度范围使有至少两个碳原子分隔二个氮原子的叔脂肪族或脂环族的二胺与 C_{1-20} 烷基卤化物接触，上述二胺与上述卤化物的摩尔比至少为 1 : 1，和随后通过将氨基的盐溶于碱性水溶液介质中除去未反应的二胺和用

低极性的有机液相提取上述介质。

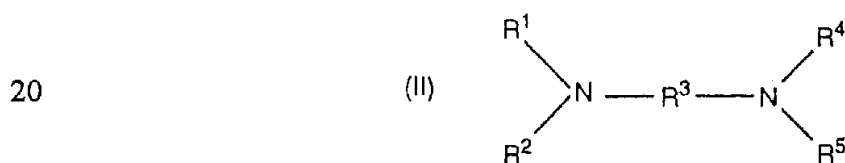
本发明的再一个方面是聚碳酸酯的制备方法，该方法包括在一碱性水溶液-有机相体系中，在如上所述催化有效比例量的氨基的盐的存在下，使至少一种二羟基芳族化合物与碳酰氯接触。

5 在本发明的氨基的盐中的 R^1 、 R^2 和 R^{46} 基都是 C_{1-20} 伯烷基。但是，由于含甲基的化合物与产生明显量的碳酰氯的水解的三烷基胺相似，所以不优选甲基。这样 R^1 、 R^2 和 R^{46} 基优选含 2-20 和特别是 2-8 个碳原子。

R^{1-2} 和 R^{4-5} 的至少一个与相连的氮原子生成一个杂环，即未取代的或取代的吡咯烷环或哌啶环也在本发明的范围内。这些化合物，虽不是严格定义的“二氨基烷基季铵盐”，但是是等效的。然而这些化合物当在聚碳酸酯的制备中使用，由于它们易于增加碳酰氯的水解，因此这些化合物通常不是优选的。

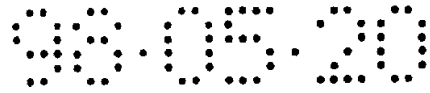
R^3 是一个包含 2-20 个碳原子的亚烃基，其中在一链中的至少两个碳原子分隔两个氮原子。当化合物用作催化剂时，由于 R^3 是次乙基的化合物显示出了有意义的终点问题，因此 R^3 优选有至少三个和更优选有 3-10 个碳原子，而且氮原子被至少五个上述碳原子的一链分隔。Z 基是一个等价的阴离子，通常是一价阴离子，而最通常是氢氧化物、氯化物、或溴化物的阴离子。

通过一相应的二胺，通常为通式的一种



其中 R^{1-5} 如前定义，与一个 C_{1-20} 烷基卤化物，最通常是有通式 R^6Z ，其中 Z 是如前定义的氯化物或溴化物阴离子反应可以制备上述的盐。该反应一般在约 20-150°C 的温度和最通常在有机溶剂中进行。所述的溶剂是脂肪族腈，例如乙腈、卤代的脂肪族烃类，例如二氯甲烷、和氯仿、芳香族烃类，例如甲苯和二甲苯和偶极（对）质子溶剂类，例如二甲基甲酰胺、二甲基亚砷和 N-甲基吡咯烷酮。惰性气氛，例如通常优选氮气或氩气气氛。

30 为了抑制联 - 季铵盐的形成，优选的二胺与烷基卤化物的摩尔比至少为 1 :



1。比率更优选至少为 2：1，这是由于联-季铵盐的相当大的比例可以以更低摩尔比例产生副产物。

5 这一反应的产物通常将是未反应的二胺、联-季铵盐和本发明氨基的盐的混合物。如果希望转化成氢氧化物，据信通过与适宜的碱金属的氢氧化物反应就可实现。

如果该产物以原状用于聚碳酸酯的形成的话，那么二胺相当大比例的存在可以使碳酰氯的用量增加。另一方面，由于联-季铵盐也可以用作光气化作用的催化剂和来自氨基盐的胺盐的富集，因此联-季铵盐的小比例的存在可特别不是缺点，允许高到足以提供氯甲酸酯基的迅速反应。

10 所以，特别优选基本上无未反应二胺的离析出的氨基盐。所谓“基本上无”的意思是纯化过的氨基盐的二胺含量小于 1.0% (wt)，优选小于 0.1% (wt)。通过将该产物溶于一碱性水溶液介质中就可以实现，所述的碱水溶液介质一般是碱金属氢氧化物的水溶液，优选浓度为 0.1-0.5M 的氢氧化钠溶液，由此保持所有未反应的二胺为游离态，和用低极性的有机液相提取上述碱性水溶液介
15 质，上述的二胺溶于有机液相后，然后从水溶液介质容易地分离。为此目的，可以使用的所述有机液相是脂肪族烃类，例如己烷、辛烷、癸烷和石油醚和芳香族烃类，例如甲苯和二甲苯。

除去二胺后，通过传统的技术回收氨基的盐。这些技术包括一些操作，例如水溶液的盐析、提取进入有机溶剂和汽提。

20 本发明的氨基的盐的制备通过下述实例来说明。

例 1

25 将一当量的 1,3-二(正戊基氨基)丙烷、一当量的乙基溴和 50ml 的二氯甲烷的混合物静置直到生成沉淀为止，然后回流加热 2 小时。通过过滤分离沉淀。当滤液和沉淀进行 C-13 核磁共振谱分析时，人们发现沉淀是联-季铵盐，而滤液含未反应的二胺和所希望的 3-(二-正-戊基氨基)丙基-二-正-戊基乙基
30 溴化铵。

例 2-5

采用表 1 所示的各种各样的二胺和烷基溴重复例 1 的方法。得到的产品与例 1 得到的相似。

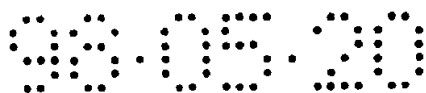


表 1

例	R ¹⁻² , ⁴⁻⁵	R ³	R ₆
2	正-戊基	三亚甲基	正-戊基
3	正-丙基	1.6-亚己基	正-丙基
4	正-戊基	1.9-亚壬基	乙基
5	正-戊基	1.9-亚壬基	正-戊基

例 6

将 20mmol 的 1.6-二(二乙基氨基)己烷、10mmol 的正-己基溴和足以实现溶解的乙腈的混合物在氮气气氛中回流加热 24 小时, 随后由质子的核磁共振谱证实所有的正-己基溴已经反应。该混合物用水稀释后, 添加 10ml 2M 的氢氧化钠水溶液碱化。

生成的水相用甲苯洗涤三次除去未反应的二胺, 发现得到的水溶液包括 65% 所希望的 6-(二乙基氨基)己基二乙基-正-己基溴化铵(以正-己基溴计, 产率为 65%) 和 35% 相应的联-季铵盐通过添加乙酸乙酯, 使后者的大部分沉淀出来, 在沉淀后, 滤液包括 95% 的氨基的盐和 5% 的联-季铵盐。

用甲苯作溶剂进行反应时, 得到了相似结果。

例 7

采用二胺与正-己基溴的摩尔比为 4: 1, 重复例 6 的方法。氨基的盐产率为 85%。

例 8

采用二甲基亚砷作溶剂, 重复例 6 的方法。氨基的盐产率为 80%。

例 9-18

采用表 II 所示的各种亚烷基二胺和烷基溴重复例 6 的方法。

表II

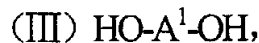
例	R ^{1,2,4,5}	R ³	R ⁶
9	甲基	亚乙基	正-己基
10	甲基	亚乙基	正-辛基
11	乙基	亚乙基	正-己基
12	乙基	亚乙基	正-辛基
13	乙基	1.6-亚己基	正-辛基
14	乙基	1.8-亚辛基	正-己基
15	乙基	1.8-亚辛基	正-辛基
16	哌啶基*	1.6-亚己基	正-己基
17	哌啶基*	1.6-亚己基	正-辛基
18	R ^{1,3} -正-辛基 R ^{2,4} -乙基	1.6-亚己基	正-己基

*与N。

如前所述，本发明的氨基的盐用作聚碳酸酯界面制备方法的催化剂。生成聚碳酸酯的反应在一混合物中进行，所述的混合物包括至少一种二羟基芳族化合物、碳酸酐、一碱性水溶液、一催化剂和不与水混溶的有机溶剂。

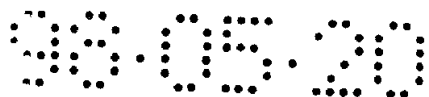
包括至少一种一羟基芳族化合物作为链终止剂的反应混合物也引起了注意。这种类型适宜的化合物包括酚和对-枯基酚。芳族二羧酸或其官能衍生物例如二烷基酯也可以存在，于是产物是共聚的聚碳酸酯。

10 适宜的二羟基芳族化合物包括通式所示的那些



其中A¹是二价芳族烃基。适宜的A¹基包括间-亚苯基、对-亚苯基、4,4'-亚联苯基、4,4'-(3,5-二甲基)亚联苯基、2,2-二(4-亚苯基)丙烷和类似的基例如美国专利4217438号中命名或通式(一般的或特殊的)公开的二羟基取代的芳族烃类。

15 A¹基优选有通式(IV)-A²-Y-A³-, 其中A²和A³的每一个是一单环的二价芳族烃基，而Y是一成键的烃基，其中一个或两个原子将A²与A³分隔。通式(III)中的自由的价键相对于Y通常在A²和A³的间位或对位。A¹为通式(IV)的化合物是双酚，为简单起见，本文中有时所使用的本语“双酚”是指二羟基



取代的芳族烃；但是，十分清楚，适当的时候也可采用这种类型的非双酚分合物。

在通式III中， A^2 和 A^3 可以是未取代的亚苯基或其烃取代的衍生物，所述的取代物（一个或多个）是烷基和链烯基。优选未取代的亚苯基。 A^2 和 A^3 都优选为对-亚苯基，虽然两者都可以是邻-或间-亚苯基或一个邻-或间-亚苯基和它的对-亚苯基。

桥连基Y是其中的一个或两个原子优选一个原子将 A^2 与 A^3 分隔的基。所述的这种类型的基是亚甲基、环己基亚甲基、2-[2.2.1]-双环庚基亚甲基、亚乙基、异亚丙基、亚辛戊基、亚环己基、亚环十五烷基、亚环十二烷基和亚金刚石烷基；优选偕-亚烃基（亚烷基）。但是，未饱和基也包括。为可得和特别适用于本发明目的起见，优选的双酚是2,2-二（4-羟苯基）丙烷（“双酚A”），其中Y是异亚丙基，而 A^2 和 A^3 各是对-亚苯基。

在界面聚合反应中可以使用的与水不混溶的有机溶剂是用于这类反应的通用的那些。常常优选二氯甲烷。所存在的催化剂量是促进界面缩合反应和聚碳酸酯形成的有效量，一般为约0.1-5.0mol%（以二羟基芳族化合物计）。

如前所述，为制备聚碳酸酯，优选的催化剂是 R^1 、 R^2 、 R^4 和 R^5 的每一个含至少二个碳原子和 R^3 有至少三个碳原子分隔氮原子的通式I的化合物。从碳酰氯和避免终点问题的观点看，使用这些化合物特别有利。

界面聚合反应一般在约10-50°C的温度下进行，优选在环境温度下进行。为实现聚合反应，碳酰氯以适宜的速率通入混合物，所述的适宜速率可由简单的实验测定。

当碳酸氯的反应完成时，必须继续搅拌反应混合物直到氯甲酸酯基转化为止。接着聚碳酸酯形成，分离有机相和水相，通过抗溶剂沉淀或类似物从有机相中离析出聚碳酸酯。在聚碳酸酯离析前，希望离析氨基的盐以便循环使用。

在界面反应混合物的有机相和碱性水相之间，氨基的盐优选存留在有机相。这是通过盐（为此目的，盐被认为是包括在碱性介质中它的转化产物，相应的氨基氢氧化物）在两相间的分配系数 K_D 证实， K_D 的定义为水相中的盐浓度被除以有机相中的盐浓度。这两相间的 K_D 值一致地小于1。

通过从有机相除去，氨基的盐的大部分可以回收循环使用。这样做的一个便利的方法是用稀的酸溶液洗涤，一般有浓度为约0.5-2.0M的氨基的盐转化成

它的酸化形态（即在洗涤过程中，游离氨基被质子化），优选迁移到酸性的水溶液相。在酸性洗涤水溶液相和有机相间的 K_D 值很高，一般至少约 60。因此，氨基的盐的绝大部分以基质子化形态进入洗涤液，通过用碱性水溶液处理可以再生和离析。

- 5 如果需要，在其它的有价值的物质从碱性水相回收前，可以除去界面反应混合物的碱性水相中剩余的氨基的盐。除去的通用方法是如所公开的，例如在待审查的通常固有的申请号为 08/641971 申请中所公开的通过吸附在非离子的聚苯乙烯树脂上来除去的方法。

除了使碳酰氯的水解减至最小和有效地处理游离的氯甲酸酯基外，本发明的氨基的盐生产的聚碳酸酯有很低比例的未反应单体，通常低到不可检测。因此，它们特别用于与食品和饮料相接触所采用的聚合物的生产中。

通过本发明的方法进行聚碳酸酯的界面制备，用下述实例来说明。

例 19-23

三只 500-ml 的五颈 Morton 烧瓶，每只装有机械搅拌器，碳酰氯浸渍管、苛性碱加入口、PH 电极和排放到碱性甲醇洗涤器的深冷盐水冷凝器，每只加入 38g
15 (167mmol) 的双酚 A、1.42g (6.7mmol) 的对-枯基酚、200ml 二氯甲烷和 600ml 水。本发明的各种各样的氨基的盐作为催化剂引入，而碳酰氯通入每一反应混合物，PH 值控制在 10.5-11.5 的范围。

在反应快结束时，使用碳酰氯检测纸测定氯甲酸酯的存在或不存在及实现完全反应所要求的时间。由加入反应混合物的氢氧化钠量测定所要求的碳酰氯的量，通过相对于聚苯乙烯的凝胶渗透色谱测定所生产的聚碳酸酯的重量平均分子量。
20

测定结果列于表 III，与采用现有技术的催化剂的两个对比的例的比较，如下：

25 对比例 1：三乙胺

对比例 2：1,6-二（辛基哌啶鎓）二溴己烷。

表III

催化剂		氯甲酸酯	过量碳酰氯	产物	
例	相同	mol%	反应时间分	要求(req.)mol%	Mw
19	例 6	0.6	2.5	8	41700
20	例 16	0.3	3	9	40900 ¹
21	例 17	0.3	4	8	40100 ¹
22	例 12	0.3	3	5	41000 ¹
23	例 11	1.0	150	4	41200
24	例 9	0.5	-	58	40700
对比例 1	列于上表	1.0	-	18	42900
对比例 2	列于上表	0.15	20	21	38000

¹包括反应混合物增稠后加的碳酰氯，可能是由于传质效果。

表III清楚表明，本发明的化合物提供了使碳酰氯的用量减至最小和终点问题
5 减至最小的有意义的优点。甲基取代的氨基的盐（例如 24）用作催化剂有效，但是要求碳酰氯的显著过量。对采用三乙胺（对比例 1）和联-季铵盐（对比例 2）作催化剂的反应，也指出了高的碳酰氯消耗。

在例 19 的产物中残留的单体双酚 A，通过注入己烷从酸洗有机相中沉淀分离聚碳酸酯，过滤、干燥、溶于氯仿中和沉淀进入乙腈，于是上述的双酚 A 就留
10 在溶液中。上述的量太低不能检测。反之，对比例 1 的产物中双酚 A 的含量为 6.2ppm。

例 24

相应于例 5 的反应混合物中的水相和有机相进行分离和分析氨基盐的含量。结果发现分配系数 K_D 为 0.22。因此，大部分的氨基的盐留在有机相。