



(12)发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 90101578.4

[51] Int.Cl⁵

C23G 5/032

(43) 公开日 1990年10月3日

[22]申请日 90.3.23

[30]优先权

[32]89.3.23 [33]US [31]327,718

[71]申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

[72]发明人 贾斯敏·耶洛

[74]专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 王景朝 黄家伟

说明书页数: 8

附图页数:

[54]发明名称 2,2-二氯-1,1,1-三氟乙烷和甲醇的
共沸组合物

[57]摘要

2,2-二氯-1,1,1-三氟乙烷(HCFC-123)与甲
醇的共沸或类共沸组合物,该共沸混合物可用于溶剂
清洗应用中。

<25>

权 利 要 求 书

1、一种共沸或类共沸组合物，其特征在于，它含有有效量的2，2-二氯-1，1，1-三氟乙烷和甲醇。

2、权利要求1的共沸或类共沸组合物，其特征在于，其组成为约97-99.5%（重量）2，2-二氯-1，1，1-三氟乙烷和约0.5-3%（重量）甲醇。

3、权利要求2的共沸或类共沸组合物，其特征在于，其组成为约98.8%（重量）2，2-二氯-1，1，1-三氟乙烷和约1.2%（重量）甲醇。

4、权利要求2的共沸或类共沸组合物，其特征在于，该组合物在基本为大气压下的沸点约为28°C。

5、一种清洗固体表面的方法，其特征在于，用权利要求1的共沸或类共沸组合处理所述表面。

6、权利要求5的方法，其特征在于，所述固体表面为污染有焊剂和焊剂残渣的印刷电路板。

7、权利要求5的方法，其特征在于，所述固体表面为金属。

2, 2-二氟-1, 1, 1-三氟乙烷和甲醇的共沸混合物

随着现代电路板向着电路和元件密度增加的方向发展，电路板在焊接后的彻底清洗变得更为重要。在电路板上焊接电子元件的现有工业方法一般包括，用焊剂涂复电路板的整个电路面，然后使电路板的这个涂复面穿过预热器上方，再通过熔融的焊料。焊剂清洗了导电的金属部件，促使焊料融合。常用焊剂的组成中大部分为松香，可单独使用或与起活化作用的添加剂如胺盐酸盐或草酸衍生物合用。

焊接后，由于一部分松香发生热降解，常常要用热有机溶剂从电路板上除去剩余的焊剂和焊剂残渣。对这类溶剂的要求很严格。除焊剂溶剂应具有下列特性：沸点低、不易燃、毒性低、溶解能力高，这样才能除去焊剂和焊剂残渣而不损害所清洗的基板。

虽然沸点、易燃性和溶解能力特性常可通过将不同的溶剂混合在一起来调节，但所形成的混合物常常不能令人满意，因为它们在使用时会在沸腾过程中分馏而达到不期望的程度。这些混合物中挥发性较大的组分首先蒸发，造成沸腾的混合物的组成和沸点都不断地变化。这种分馏作用是不希望的，因为它会导致溶解性能的改变。也是由于这种分馏作用，实际上人们不可能回收和再利用具有原始组成的溶剂混合物。

另一方面，共沸混合物放出与该混合物组成相同的蒸气。因为没

有任何成分会优先蒸发，所以共沸混合物在整个蒸馏过程中都保持恒沸。在蒸气脱脂操作中，共沸混合物的这种恒沸特点是需要，因为溶剂蒸气能够冷凝成为具有其原始组成的混合物，然后用于最终的清洗操作。这样，蒸气去焊剂和脱脂系统就起到了蒸馏釜的作用。除非溶剂组合物具有恒定的沸点，即是一种单一物质、一种共沸物或是类共沸的，否则就会发生分馏造成不希望的溶剂分布，这会对清洗操作的安全性和效力产生有害影响。

遗憾的是，正如在本领域已经认识到的，不可能预言共沸物的形成。这一事实使得寻找可应用于该领域的新的共沸组合物工作明显复杂化了。然而，在这一领域内人们仍在不断努力发现具有改进的溶解特性尤其是具有更大的溶解能力适用性的新共沸物或类共沸组合物。

本发明发现了一种共沸或类共沸组合物，它含有有效量2, 2-二氯-1, 1, 1-三氟乙烷与甲醇的混合物。更具体地说，这些共沸或类共沸组合物含有约97-99% (重量) 2, 2-二氯-1, 1, 1-三氟乙烷和约1-3% (重量) 甲醇。

本发明提供一种很适于溶剂清洗应用的不易燃的共沸组合物。

本发明的组合物含有有效量的2, 2-二氯-1, 1, 1-三氟乙烷 (CHCl_2CF_3 , 沸点=27.9°C) 与甲醇 (CH_3OH , 沸点=65.0°C) 的混合物以形成共沸或类共沸混合物。其中的氟化物在含氯氟烃领域的常规命名法中也称为HCFC-123。

共沸或类共沸组合物是指两种或两种以上物质的恒沸液体混合物，该混合物的行为就象单一物质那样，由液体的部分蒸发或蒸馏所产生的蒸气具有与液体基本相同的组成，该混合物在蒸馏时组成基本不变。以共沸或类共沸为特征的恒沸组合物，与相同物质的非共沸混

物相比，具有一个最高或最低沸点。

就本发明的目的而言，有效量定义为本发明混合物中的每种组分在混合后导致形成本发明的共沸或类共沸组合物的量。此定义包括了每种组分的量，这些量会随着施加于组合物的压力的不同而有所不同，只要在不同的压力下共沸或类共沸组合物继续存在，但沸点有可能不同。因此，有效量包括本发明组合物中的每种组分在不同于大气压的压力下形成共沸或类共沸组合物时的重量百分率。当施加于这些组合物的压力调整至大气压即760mmHg时，这些组合物所含有本发明共沸物将在本文所述的实际共沸物的大气压沸点下沸腾。

实际上，根据所选择的条件，有可能按照以下几条原则中的任意一条来识别可能以多种假象出现的恒沸混合物：

*组合物可定义为A、B、C、（和D…）的共沸物，因为“共沸物”这个特殊术语，不但同时具有确定性和限制性，而且要求有效量的A、B、C、（和D…）形成这种独特的物质组合物即恒沸混合物。

*本领域专业人员熟知，在不同的压力下，给定共沸物的组成至少会发生某种程度的变化，并且压力的改变也至少会在某种程度上改变沸点温度。因此，A、B、C（和D…）的共沸物代表了一种独特类型的关系，但其组成可变，这取决于温度和/或压力。因此，常常用组成范围而不是固定的组成来限定共沸物。

*组合物可定义为A、B、C（和D…）的特定重量百分比关系或摩尔百分比关系，同时要认识到，这些具体的数值只指出了一种这样的特定关系，事实上，对给定的共沸物实际上存在着由A、B、C（和D…）体现的一系列这样的关系，这种关系因压力的影响而改

变。

*A、B、C (和D...) 共沸物可以这样来表征, 即把组合物定义为以给定压力下的沸点为特征的共沸物, 这就给出了鉴定特征而又没有不适当地以具体的数值组成来限制本发明的范围, 这种数值组成受到现有分析仪器的限制, 而且只能与分析仪器一样精确。

约97-99.5% (重量) HCFC-123和约0.5-3% (重量) 甲醇的二元混合物被称为共沸物或类共沸物, 因为此范围内的混合物在恒压下具有基本恒定的沸点。由于基本恒沸, 这些混合物在蒸发时不会在很大程度上发生分馏。蒸发后, 蒸气和初始液相的组成之间只有很小的差别。这种差别如此之小, 以至于蒸气和液相的组成被认为是基本相同的。因此, 此范围内的任何混合物都具有真正的二元共沸物所特有的性质。

现已在分馏法的精度内, 确立了由约98.8% (重量) HCFC-123和约1.2% (重量) 甲醇的二元组合物为真正的二元共沸物, 并且是优选的共沸物, 它在基本为大气压下在约28°C沸腾。

本发明的HCFC-123可以含有少量的HCFC-123a。

本发明共沸物由于具有共沸性质, 所以便于从蒸气去焊剂和脱脂操作中回收溶剂和进行再利用。例如, 本发明的共沸混合物可用于如美国专利3, 881, 949所述的清洗工艺中, 上述专利在此列为参考。

本发明的共沸物可以用任何方便的方法来制备, 包括混合或合并所需量的各组分。优选的方法是称量所需量的各成分, 然后把它们合并于适当的容器中。

实例:

将HCFC-123样品置于装配有回流冷凝器的玻璃烧瓶中并使其

沸腾。将少量甲醇以渐增方式加到沸腾的HCFC-123中形成组成不断变化的回流混合物。发现此混合物的沸腾温度在刚开始加入甲醇时先下降，然后在混合物中的甲醇浓度超过1.2%（重量）时升高，在组成为98.8%（重量）/HCFC-123和1.2%（重量）甲醇时形成了27.6℃的最低沸点。此蒸馏过程的数据示于表1。

最低沸点的存在表明HCFC-123与甲醇形成了具有上述组成的共沸物。

实例2

在合适的容器中制备含98.8%（重量）HCFC-123和1.2%（重量）甲醇的溶液，并充分混合。此溶液用装配有克莱森-维格罗蒸馏设备的玻璃蒸馏装置进行蒸馏。如表2的数据所示，在大部分蒸馏过程中，此溶液的混点温度基本恒定地保持在未校正的27.5℃。

该溶液的恒沸特性与共沸或类共沸组合物的蒸馏特征是一致的。

实例3

在合适的容器中制备含50.0%（重量）HCFC-123和50.0%（重量）甲醇的溶液并充分混合。此溶液用装配有克莱森-维格罗蒸馏设备的玻璃蒸馏装置进行蒸馏。

由于该溶液富含甲醇，所以预计在蒸馏时先蒸出HCFC-123/甲醇共沸物，然后在HCFC-123耗尽后再蒸出过量的甲醇。对以渐增方式合并的馏出液所作的气相色谱分析证实了最低沸点初馏出液的组成中含有1.0—1.8%（重量）甲醇和99.0—98.2%（重量）HCFC-123，确证了共沸物的存在和组成。数据列于表3。

表 1

HCFC-123和甲醇的添加蒸馏

Wt. % HCFC-123	Wt. % 甲 醇	校正后的沸点 温 度 °C
100.0	0	27.90
99.8	0.2	27.87
99.7	0.3	27.78
99.5	0.5	27.72
99.4	0.6	27.69
99.2	0.8	27.64
99.1	0.9	27.60
98.8	1.2	27.57
98.6	1.4	27.58
98.5	1.5	27.62
98.3	1.7	27.62
98.2	1.8	27.63
98.0	2.0	27.62
97.7	2.3	27.69
97.1	2.9	27.75
96.3	3.7	27.85
95.3	4.7	27.92
92.8	7.2	28.06

表 2

HCFC-123/甲醇共沸物的分馏

环境条件：气压—760.5mmHg

温度—23.4℃

馏出液体积 (%)	沸点 (°C)
0	21.8
1	27.0
4	27.3
7	27.3
10	27.3
13	27.3
16	27.4
18	27.4
23	27.4
27	27.5
33	27.5
37	27.5
42	27.5
46	27.5
50	27.5
55	27.5
60	27.5
64	27.5
70	27.5
73	27.5
78	27.5
80	27.5
84	27.5
87	27.5
90	27.5
92	27.5
96	27.5

表 3

HCFC-123与甲醇的混合物 (重量比为1: 1) 的分馏

环境条件: 气压—762.9mmHg

温度—22.7°C

馏出液 体积 (%)	蒸气相 温度 °C	馏出液组成 wt. %	
		甲醇	HCFC-123
0.4	27.0		
1.0	28.0	} 合并的 4 ml 样品	-----1.8
1.4	28.3		
2.0	28.5		
4.0	28.7		
5.0	-		
6.0	28.3		
8.0	28.3		
9.0	28.5		
11.0	28.7	} 合并的 4 ml 样品	-----1.0
13.0	28.5		
14.0	-		
15.0	29.0		
19.0	31.0		
21.0	33.3	} 合并的 样品	4 ml---4.2
24.0	-		
33.0	58.3	} 合并的 样品	4 ml---23.1
34.0	-		
.			
.			
.			
63.0	64.9	} 合并的 样品	4 ml---99.8
64.0	-		
83.0	64.9	} 合并的 样品	4 ml---100.0
84.0	-		