

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02814201.2

[51] Int. Cl.

B01D 3/34 (2006.01)

A61L 9/04 (2006.01)

A61K 9/14 (2006.01)

A61K 8/31 (2006.01)

C08J 9/00 (2006.01)

[45] 授权公告日 2006年3月22日

[11] 授权公告号 CN 1246063C

[22] 申请日 2002.6.3 [21] 申请号 02814201.2

[30] 优先权

[32] 2001.6.1 [33] US [31] 60/295,053

[86] 国际申请 PCT/US2002/017245 2002.6.3

[87] 国际公布 WO2002/098528 英 2002.12.12

[85] 进入国家阶段日期 2004.1.15

[71] 专利权人 霍尼韦尔国际公司

地址 美国新泽西州

[72] 发明人 M·C·博丹 K·D·库克

H·T·法姆 G·M·克诺佩克

R·R·辛

审查员 郭彦华

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 关立新 郭广迅

权利要求书2页 说明书13页 附图1页

[54] 发明名称

五氟丁烷类共沸组合物

[57] 摘要

公开了含有1, 1, 1, 3, 3 - 五氟丁烷、水和选自正戊烷、异戊烷、环戊烷、正己烷和异己烷等的烃类的类共沸组合物, 对于用做致冷剂、气溶胶抛射剂、计量剂量吸入剂、聚合物泡沫的发泡剂、传热介质和气体电介质等方面的应用, 所述组合物是环境友好的。

1. 一种类共沸组合物，其含有 1,1,1,3,3-五氟丁烷、水和选自正戊烷、异戊烷、环戊烷、正己烷和异己烷的烃类

2. 如权利要求 1 的类共沸组合物，其特征在于，在 760mmHg 的压力下具有 $36 \pm 4^\circ\text{C}$ 的恒沸点。

3. 如权利要求 1 的类共沸组合物，该组合物包含 10~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~80 重量份的正戊烷和 1~80 重量份的水。

4. 如权利要求 3 的类共沸组合物，该组合物包含 40~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~40 重量份的正戊烷和 1~40 重量份的水。

5. 如权利要求 4 的类共沸组合物，该组合物包含 60~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~30 重量份的正戊烷和 1~30 重量份的水。

6. 如权利要求 1 的类共沸组合物，该组合物包含 10~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~80 重量份的异戊烷和 1~80 重量份的水。

7. 如权利要求 6 的类共沸组合物，该组合物包含 40~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~40 重量份的异戊烷和 1~40 重量份的水。

8. 如权利要求 7 的类共沸组合物，该组合物包含 60~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~30 重量份的异戊烷和 1~30 重量份的水。

9. 如权利要求 1 的类共沸组合物，该组合物包含 10~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~80 重量份的环戊烷和 1~80 重量份的水。

10. 如权利要求 9 的类共沸组合物，该组合物包含 40~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~40 重量份的环戊烷和 1~40 重量份的水。

11. 如权利要求 10 的类共沸组合物，该组合物包含 60~98 重量份的 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1~30 重量份的环戊烷和 1~30 重量份的水。

12. 如权利要求 1 的类共沸组合物，该组合物包含 10~98 重量

- 份的 1, 1, 1, 3, 3-五氟丁烷、1-80 重量份的正己烷和 1-80 重量份的水。
13. 如权利要求 12 的类共沸组合物, 该组合物包含 40-98 重量份的 1, 1, 1, 3, 3-五氟丁烷、1-40 重量份的正己烷和 1-40 重量份的水。
14. 如权利要求 13 的类共沸组合物, 该组合物包含 60-98 重量份的 1, 1, 1, 3, 3-五氟丁烷、1-30 重量份的正己烷和 1-30 重量份的水。
15. 如权利要求 1 的类共沸组合物, 该组合物包含 10-98 重量份的 1, 1, 1, 3, 3-五氟丁烷、1-80 重量份的异己烷和 1-80 重量份的水。
16. 如权利要求 15 的类共沸组合物, 该组合物包含 40-98 重量份的 1, 1, 1, 3, 3-五氟丁烷、1-40 重量份的异己烷和 1-40 重量份的水。
17. 如权利要求 16 的类共沸组合物, 该组合物包含 60-98 重量份的 1, 1, 1, 3, 3-五氟丁烷、1-30 重量份的异己烷和 1-30 重量份的水。
18. 泡沫的制造方法, 该方法包括使含有权利要求 1 的类共沸组合物的组合物发泡。
19. 多元醇和含有权利要求 1 的组合物的发泡剂的预混料。
20. 通过使含有权利要求 1 的类共沸组合物的可发泡组合物发泡制备的闭孔泡沫组合物。
21. 含有权利要求 1 的类共沸组合物的发泡剂。
22. 含有待喷雾的物质和包括权利要求 1 的类共沸组合物的抛射剂的可喷雾组合物。
23. 按照权利要求 22 的可喷雾组合物, 其中该可喷雾组合物是气溶胶。
24. 按照权利要求 23 的可喷雾组合物, 其中该可喷雾组合物是化妆品。
25. 按照权利要求 23 的可喷雾组合物, 其中待喷雾的物质是药物。

五氟丁烷类共沸组合物

相关申请的交互参考

5 本申请对向美国专利和商标局 2001 年 6 月 1 日提出的申请号 60/295,053 的临时申请提出优先权的要求, 此申请在此列为参考。

技术领域

本发明涉及含有氟碳化合物、烃和水的新型组合物。

背景技术

10 氟碳基流体在许多工业用途中得到了普遍的应用, 这包括作为致冷剂、气溶胶抛射剂、发泡剂、传热介质和气体电介质。由于怀疑与使用某些这类流体有关的环境问题, 希望使用的流体具有低的甚至零潜在臭氧损耗能力, 比如氢氟碳化合物 (HFC)。

比如, 希望使用不含有氟氯碳化合物 (CFC) 的流体。此外, 已知希望使用单组分的流体或共沸混合物, 这些混合物在沸腾和蒸发时不会发生分馏。然而, 由于共沸物配方不容易预计, 鉴别一种环境安全的新颖非分馏混合物是很复杂的。

先有技术一直在寻找新型的氟碳基混合物, 它们用来给出与 CFC 和 HCFC 不同的选择并作为其环境更为安全的替代物。其中特别有意义的是含有氟碳化合物和非氟碳化合物的组合或混合物, 它们都具有很低的或者没有臭氧破坏潜力。这样的混合物就是本发明的目的。正如在本文中所使用的, 术语氟碳化合物包括 CFC 和 HCFC。

附图的简单叙述

25 图 1 是含有 HFC-365mfc (1, 1, 1, 3, 3-五氟丁烷)、异己烷和水的三元混合物的沸点曲线。

本发明的详细说明和优选的实施方案

本发明人开发了几种可能有助于满足 CFC 和 HCFC 替代物日益增长需要的组合物。在一个实施方案中, 本发明提供了含有五氟丁烷、水和选自正戊烷、异戊烷、环戊烷、正己烷和异己烷等烃的类共沸组合物。

30 本发明的优选组合物提供了当前使用的 CFC 和 HCFC 替代物, 这种替代物是环境上希望的, 具有零臭氧破坏潜力。另外, 本发明的组合物显示出使 CFC 和 HCFC 替代物的组合物比单独用 HFC-365mfc、正

戊烷、异戊烷、环戊烷、正己烷、异己烷或水时更好的特性。

组合物

本组合物是类共沸组合物。正如在本文中所使用的，术语“类共沸”意味着既包括严格的共沸物组合物，也包括表现类似于共沸混合物的组合物的广泛的意义。从基本原理出发，一种流体的热力学状态由压力、温度、流体组成和蒸汽组成来确定。共沸混合物是一种双组分或多组分的系统，其中在给定的压力和温度下，其液相组分和汽相组分是相同的。实际上，这意味着共沸混合物的所有组分是恒沸点的，在其相变的过程中是不能分离的。

类共沸组合物是恒沸点或者基本上恒沸点的。换句话说，对于类共沸组合物，在沸腾或者蒸发的过程中形成的蒸汽的组成与原来的液相组成是一样的，或者基本上是一样的。因此，在沸腾或蒸发时，液相组分改变，如果有也仅仅是极小的，或者是可以忽略的程度。这与非类共沸组合物相反，在后者沸腾或蒸发的过程中，液相组成有实质程度的变化。在所指出范围内的所有本发明类共沸组合物以及在此范围外的某些组合物都是类共沸的。

本发明的类共沸组合物还可以包括不形成新共沸系统或类共沸系统的其它组分，或者在第一蒸馏馏分中不存在的其它组分。第一蒸馏馏分是在全回流的条件下，在蒸馏塔呈现稳态操作以后所取出的第一个馏分。确定添加一个组分是否形成在本发明以外的新共沸或类共沸系统的一个方法就是，在预期能够把非共沸混合物分离为各个组分的条件下将组合物试样对该组分进行蒸馏，如果含有添加组分的混合物是非共沸的或非类共沸的，那么添加的组分将从此非共沸或非类共沸组分中被蒸出。如果混合物是类共沸的，将得到有限量的含有混合物所有组分，表现像是单一物质的恒沸点第一蒸馏馏分。

由此得出的类共沸组合物的另一个特征是，含有同样组分的类共沸或恒沸点组合物，其组成有一个变化的范围。所有这些组合物都要被术语“类共沸”或“恒沸点”所覆盖。作为一个例子，已知在不同的压力下，给定共沸物的组成将至少有稍许变化，这就如同该组合物的沸点所显示出的一样。因此，共沸物 A 和共沸物 B 表现出唯一类型的关系，但随着温度和/或压力的不同具有可变的组成。因此，对于类共沸组合物，含有同样组分的类共沸组合物有一个成分变化的范

围。如在本文中所使用的，所有这些组合物都将被术语“类共沸”所覆盖。

五氟丁烷/正戊烷/水

5 本发明的一个实施方案提供含有 HFC-365mfc、正戊烷和水的类共沸组合物。本发明的这个新型类共沸组合物优选含有有效量的 HFC-365mfc、正戊烷和水。在这里使用的术语“有效量”，指的是与其它一种或几种组分组合时将导致形成本发明类共沸组合物的每个组分的量。

10 这些实施方案优选提供类共沸组合物，该组合物包括大约 10~98 重量份 HFC-365mfc、大约 1~80 重量份正戊烷和大约 1~80 重量份水，并优选由这些组分组成。这样的组合物的特征在于，在大约 760mmHg 的压力下，其沸点为大约 $36 \pm 4^\circ\text{C}$ ，优选是 $\pm 2^\circ\text{C}$ ，更优选是 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

在表 1 中给出此实施方案的优选的、更优选的和最优选的组成。表 1 中的数值范围可理解为前面有一个“大约”。

15

表 1

组分	优选 (wt%)	更优选 (wt%)	最优选 (wt%)
HFC-365mfc	10~98	40~98	60~98
正戊烷	80~1	40~1	30~1
水	80~1	40~1	30~1

五氟丁烷/异戊烷/水

20 本发明的一个实施方案提供含有 HFC-365mfc、异戊烷和水的类共沸组合物。本发明的这个新型类共沸组合物优选含有有效量的 HFC-365mfc、异戊烷和水。

25 这些实施方案优选提供类共沸组合物，该组合物包括大约 10~98 重量份 HFC-365mfc、大约 1~80 重量份异戊烷和大约 1~80 重量份水，并优选由这些组分组成。这样的组合物的特征在于，在大约 760mmHg 的压力下，其沸点为大约 $36 \pm 4^\circ\text{C}$ ，优选是 $\pm 2^\circ\text{C}$ ，更优选是 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

在表 2 中给出此实施方案的优选的、更优选的和最优选的组成。表 1 中的数值范围可理解为前面有一个“大约”。

表 2

组分	优选 (wt%)	更优选 (wt%)	最优选 (wt%)
HFC-365mfc	10 ~ 98	40 ~ 98	60 ~ 98
异戊烷	80 ~ 1	40 ~ 1	30 ~ 1
水	80 ~ 1	40 ~ 1	30 ~ 1

五氟丁烷/环戊烷/水

5 本发明的一个实施方案提供含有 HFC-365mfc、环戊烷和水的类共沸组合物。本发明的这个新型类共沸组合物优选含有有效量的 HFC-365mfc、环戊烷和水。

10 这些实施方案优选提供类共沸组合物，该组合物包括大约 10 ~ 98 重量份 HFC-365mfc、大约 1 ~ 80 重量份环戊烷和大约 1 ~ 80 重量份水，并优选由这些组分组成。这样的组合物的特征在于，在大约 760mmHg 的压力下，其沸点为大约 $36 \pm 4^\circ\text{C}$ ，优选是 $\pm 2^\circ\text{C}$ ，更优选是 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

在表 3 中给出此实施方案的优选的、更优选的和最优选的组成。表 3 中的数值范围可理解为前面有一个“大约”。

表 3

组分	优选 (wt%)	更优选 (wt%)	最优选 (wt%)
HFC-365mfc	10 ~ 98	40 ~ 98	60 ~ 98
环戊烷	80 ~ 1	40 ~ 1	30 ~ 1
水	80 ~ 1	40 ~ 1	30 ~ 1

15

五氟丁烷/正己烷/水

本发明的一个实施方案提供含有 HFC-365mfc、正己烷和水的类共沸组合物。本发明的这个新型类共沸组合物优选含有有效量的 HFC-365mfc、正己烷和水。

20 这些实施方案优选提供类共沸组合物，该组合物包括大约 10 ~ 98 重量份 HFC-365mfc、大约 1 ~ 80 重量份正己烷和大约 1 ~ 80 重量份水，并优选由这些组分组成。这样的组合物的特征在于，在大约 760mmHg 的压力下，其沸点为大约 $36 \pm 4^\circ\text{C}$ ，优选是 $\pm 2^\circ\text{C}$ ，更优选是 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

在表 4 中给出此实施方案的优选的、更优选的和最优选的组成。

表 4 中的数值范围可理解为前面有一个“大约”。

表 4

组分	优选 (wt%)	更优选 (wt%)	最优选 (wt%)
HFC-365mfc	10 ~ 98	40 ~ 98	60 ~ 98
正己烷	80 ~ 1	40 ~ 1	30 ~ 1
水	80 ~ 1	40 ~ 1	30 ~ 1

5 五氟丁烷/异己烷/水

本发明的一个实施方案提供含有 HFC-365mfc、异己烷和水的类共沸组合物。本发明的这个新型类共沸组合物优选含有有效量的 HFC-365mfc、异己烷和水。

10 这些实施方案优选提供类共沸组合物，该组合物包括大约 10 ~ 98 重量份 HFC-365mfc、大约 1 ~ 80 重量份异己烷和大约 1 ~ 80 重量份水，并优选由这些组分组成。这样的组合物的特征在于，在大约 760mmHg 的压力下，其沸点为大约 $36 \pm 4^\circ\text{C}$ ，优选是 $\pm 2^\circ\text{C}$ ，更优选是 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

在表 5 中给出此实施方案的优选的、更优选的和最优选的组成。表 5 中的数值范围可理解为前面有一个“大约”。

15

表 5

组分	优选 (wt%)	更优选 (wt%)	最优选 (wt%)
HFC-365mfc	10 ~ 98	40 ~ 98	60 ~ 98
异己烷	80 ~ 1	40 ~ 1	30 ~ 1
水	80 ~ 1	40 ~ 1	30 ~ 1

20 在图 1 中说明了对于本发明此实施方案的沸点曲线。表 6 提供了对于按照本发明的优选实施方案的 HFC-365mfc/异己烷/水组合物的沸点数据。

该组合物的应用

本发明的组合物可以作为 CFC 和 HCFC 的替代物用于很广泛的应用中。比如本发明的组合物可用做溶剂、发泡剂、致冷剂、清洗剂和气溶胶。

本发明的一个实施方案指的是含有一种或几种本发明类共沸组合物的发泡剂。在另一个实施方案中，本发明提供可发泡的组合物，优选是聚氨酯和多异氰脲酸酯泡沫组合物，还提供泡沫的制造方法。在这样的泡沫实施方案中，在可发泡组合物中包括一种或几种本类共沸组合物作为发泡剂，如在先有技术中已知的，该可发泡组合物中优选还包括一种或几种在适当的条件下能够反应和发泡的组分，形成泡沫或多孔的结构。本方法优选包括提供这样的可发泡组合物，在有效得到泡沫，优选是闭泡的条件下进行反应。本发明还涉及由含有包括本发明的类共沸组合物的发泡剂的聚合物泡沫配方制备的泡沫，优选是闭泡。

在先有技术中任何一种已知的方法，比如可以按照本发明的泡沫实施方案使用或者适合于使用在 Saunders 和 Frisch 著的《聚氨酯化学与技术》(Polyurethanes Chemistry and Technology), Wiley and Sons 出版社 1962 年 New York, NY 版中叙述的方法，本书在此引作参考。此优选的方法通常包括通过将异氰酸酯、多元醇或混合多元醇、含有一种或几种本组合物的发泡剂或混合发泡剂以及其它物质，比如催化剂、表面活性剂和任选的阻燃剂、着色剂或其它添加剂合并来制备聚氨酯或聚异氰脲酸酯泡沫。在叙述应用中，通常要以预混配方的形式提供聚氨酯或聚异氰脲酸酯的各组分。更典型将泡沫配方预混为双组分。异氰酸酯和任选的某些表面活性剂和发泡剂组成第一组分，通常称为 A 组分。多元醇或混合多元醇、表面活性剂、催化剂、发泡剂、阻燃剂和其它与异氰酸酯反应的组分组成第二组分，通常称为 B 组分。因此，对于小量的制备使用手工混合，而优选使用机械混合技术将 A 组分和 B 组分放在一起就很容易制备聚氨酯或聚异氰脲酸酯泡沫，形成泡沫块、板、层压板、现场灌注板和其它品种、喷涂泡沫等。必要时，可在混合头或反应点中添加作为第三物料的其他添加剂，比如阻燃剂、着色剂、助发泡剂以及甚至其它多元醇。然而，最通常是将它们一起加入到如上所述的 B 组分中。

使用本发明的组合物制造热塑性泡沫也是可能的。比如可以以传统的方法将传统的泡沫聚氨酯和异氰酸酯配方与类共沸组合物组合来制造硬泡沫。

按照本发明含有 HFC-365mfc 的类共沸混合物特别适合于作为发

泡剂，因为已经发现，用 HFC-365mfc 发起的泡沫具有比较低的初始导热率和老化导热率，还具有良好的低温尺寸稳定性。特别有意义的是任选还含有其它零臭氧破坏能力物质的本发明的类共沸组合物，这些物质是比如其它氢氟碳化合物，比如二氟甲烷 (HFC-32)、二氟乙烷 (HFC-152)、三氟乙烷 (HFC-143)、四氟乙烷 (HFC-134)、五氟乙烷 (HFC-125)、五氟丙烷 (HFC-245)、六氟丙烷 (HFC-236)、七氟丙烷 (HFC-227) 和惰性气体，比如空气、氮气、二氧化碳等。当对于上述氢氟碳化合物有可能发生异构化时，可以以单独的方式或者以混合物的方式使用各种异构体。

也可以在混合发泡剂中加入分散剂、泡沫稳定剂和表面活性剂。加入表面活性剂，更好已知是硅油，用来作为泡沫稳定剂。某些代表性的是以商品名 DC-193、B-8404 和 L-5340 销售的商品，这通常是在 USP-2834748、2917480 和 2846458 中叙述的聚硅氧烷-聚氧亚烷基的嵌段共聚物。用于混合发泡剂的其它任选添加剂可包括阻燃剂，比如磷酸三(2-氯乙基)酯、磷酸三(2-氯丙基)酯、磷酸三(2,3-二溴丙基)酯、磷酸三(1,3-二氯丙基)酯、磷酸二铵、各种卤代芳香族化合物、氧化锶、氢氧化铝、聚氯乙烯等。

在另一个实施方案中，本发明的类共沸组合物可单独或与已知的抛射剂一起用做可喷雾组合物的抛射剂。可喷雾组合物含有可喷雾的物质和抛射剂或主要由它们组成，或者就由它们组成，此抛射剂主要由本发明的类共沸组合物组成或者就由其组成。在此可喷雾混合物中也可以存在有惰性成分、溶剂和其它物质。可喷雾组合物优选是气溶胶。可被喷雾的适当物质包括但不限于化妆材料，比如除臭剂、香精、发胶、清洁剂和擦亮剂，以及医药材料，比如抗哮喘药和抗口臭药。

在另一个方法的实施方案中，提供了一种从 HFC-365mfc 中除去水的方法，该方法包括将 HFC-365、水和选自正戊烷、异戊烷、环戊烷、正己烷和异己烷的烃类组成的混合物进行蒸馏，以分离主要由 HFC-365、类共沸组合物的烃和水组成的类共沸组合物的步骤。比如，在制造 HFC-365mfc 的过程中，可使用 HFC-365、水和选自正戊烷、异戊烷、环戊烷、正己烷和异己烷共沸物组成的混合物来除去大量的水。在本发明的另一个实施方案中提供了一种方法，其中将 HFC-365、水和选自正戊烷、异戊烷、环戊烷、正己烷和异己烷组成混合物进行

相分离，以除去大量的水，然后再进行所述的蒸馏步骤。在 HFC-365mfc 相中残留量的水可以蒸馏出，因为有共沸物存在。可以使用随后进行的蒸馏多次蒸馏来与其它杂质一起除去极少量的水，得到所需的纯度。

5 本发明组合物的各个组分都是可作为商品购买或用已知的方法制备的已知物质。这些组分优选具有足够高的纯度，以避免对该系统的冷却或加热性能、恒沸点性能或发泡剂的性能产生负面的影响。在计量剂量吸入的情况下，可以使用有关的通用 Good Manufacturing 方法来制造这些物质。

10 可以加入其它的组分以根据需要定制本发明类共沸组合物的性能。作为例子，在将本发明的组合物作为致冷剂使用的情况下，可加入油溶解度助剂。也可以加入稳定剂和其它物质以增强本发明组合物的性能。

15 实施例

通过如下仅作为说明而非限定性的实施例，将进一步理解本发明。

实施例 1

20 使用由在顶部带有冷凝器的真空夹套管构成的沸点测定计。在此沸点测定计中加入大约 20g HFC-365mfc，然后加入少量异己烷，测量增量，再加入少量水，再测量增量。当在 HFC-365mfc 中加入异己烷和水时，观察到温度下降，这表明形成了三元低共沸共沸物。异己烷含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，水的含量从大约 0.1wt%变化到
25 大约 30wt%，组合物的沸点变化大约 3°C 或更小。对在表 6 中显示的三元混合物进行了研究，其沸点变化为大约 3°C。因此，此组合物在此范围内显示出共沸物和/或类共沸物的性能。图 1 是表 6 沸点数据的图解表示。

表 6

气压=14.55psi

Wt.% 365mfc	Wt.% 异己烷	Wt.% 水	T (C)
100.00	0.00	0.00	40.44
99.85	0.15	0.00	40.37
99.55	0.45	0.00	40.14
99.25	0.75	0.00	40.05
98.96	1.04	0.00	39.84
98.37	1.63	0.00	39.44
97.79	2.21	0.00	39.13
97.22	2.78	0.00	38.83
96.65	3.35	0.00	38.42
95.82	4.18	0.00	38.02
94.72	5.28	0.00	37.71
93.66	6.34	0.00	36.85
92.61	7.39	0.00	36.90
92.10	7.90	0.00	36.75
91.34	8.66	0.00	36.70
90.59	9.41	0.00	36.63
89.86	10.14	0.00	36.45
89.13	10.87	0.00	36.55
88.42	11.58	0.00	36.60
88.06	11.53	0.41	36.34
87.35	11.44	1.21	36.09
85.97	11.26	2.77	36.04
84.63	11.08	4.29	35.63
83.33	10.91	5.76	35.51
82.07	10.75	7.19	35.48
80.84	10.59	8.57	35.43
79.65	10.43	9.91	35.33
78.50	10.28	11.22	35.28
77.38	10.13	12.49	35.28
76.29	9.99	13.72	35.28
75.23	9.85	14.91	35.28
74.20	9.72	16.08	35.28
73.20	9.59	17.21	35.18
72.23	9.46	18.31	35.18
71.28	9.33	19.39	35.18
70.35	9.21	20.43	35.18
69.45	9.09	21.45	35.18
68.57	8.98	22.45	35.18
67.72	8.87	23.41	35.18
66.88	8.76	24.36	35.18

实施例 2

使用由在顶部带有冷凝器的真空夹套管构成的沸点测定计。在此沸点测定计中加入大约 20g HFC-365mfc，然后加入少量正戊烷，测量增量，再加入少量水，再测量增量。当在 HFC-365mfc 中加入正戊烷和水时，观察到温度下降，这表明形成了三元低共沸共沸物。正戊烷含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，水的含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，组合物的沸点变化大约 3°C 或更小。因此，此组合物在此范围内显示出共沸物和/或类共沸物的性能。

实施例 3

使用由在顶部带有冷凝器的真空夹套管构成的沸点测定计。在此沸点测定计中加入大约 20g HFC-365mfc，然后加入少量环戊烷，测量增量，再加入少量水，再测量增量。当在 HFC-365mfc 中加入环戊烷和水时，观察到温度下降，这表明形成了三元低共沸共沸物。正戊烷含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，水的含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，组合物的沸点变化大约 3°C 或更小。因此，此组合物在此范围内显示出共沸物和/或类共沸物的性能。

实施例 4

使用由在顶部带有冷凝器的真空夹套管构成的沸点测定计。在此沸点测定计中加入大约 20g HFC-365mfc，然后加入少量正己烷，测量增量，再加入少量水，再测量增量。当在 HFC-365mfc 中加入正己烷和水时，观察到温度下降，这表明形成了三元低共沸共沸物。正己烷含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，水的含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，组合物的沸点变化大约 3°C 或更小。因此，此组合物在此范围内显示出共沸物和/或类共沸物的性能。

实施例 5

使用由在顶部带有冷凝器的真空夹套管构成的沸点测定计。在此沸点测定计中加入大约 20g HFC-365mfc，然后加入少量异戊烷，测量增量，再加入少量水，再测量增量。当在 HFC-365mfc 中加入异戊烷

和水时，观察到温度下降，这表明形成了三元低共沸共沸物。异戊烷含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，水的含量从大约 0.1wt%变化到大约 30wt%，组合物的沸点变化大约 3°C 或更小。因此，此组合物在此范围内显示出共沸物和/或类共沸物的性能。

5

实施例 6

此实施例说明与使用按照本发明的发泡剂组合物制备的泡沫有关的热数据。在实施例 6 和比较例 1 中使用了如下的物质。

多元醇：聚酯多元醇，羟基值 240，是 Stepan 公司的商品。

10 异戊烷：2-甲基丁烷，商品名 Borger Isopentane, Phillip 66 公司的商品。

HFC-365mfc: 1,1,1,3,3-五氟丁烷，Solvay 公司的商品。

表面活性剂 A: 聚硅氧烷-聚醚共聚物，Goldschmidt 公司的商品。

催化剂 A: 无机钾基的胺，Air Products 公司的商品。

15 催化剂 B: 商品三聚催化剂，Air Products 公司的商品。

通过一般称为“手混”的方法制备两种泡沫 (“Job#00-26-1”和 “Job#00-26-2”)。对于每种发泡剂或每对发泡剂，以在表 7 中所示的比例制备多元醇、表面活性剂和催化剂的预混料。每个配方混合大约 100g 的物料。在一个 32oz 的涂料罐中混合此预混料，用 Conn 直径 2 英寸的 ITC 混合器以大约 1500rpm 的速度进行搅拌，直至得到均匀的混合。

20 当完成了混合时，盖上涂料罐，放在被控制在 50°F 的冰箱中。泡沫发泡剂或者预混的一对发泡剂也储存在 50°F 的加压瓶子中。A 组分在 70°F 下保持密封。

25 以所需的量将预先冷却的发泡剂加入到预混料当中。用 Conn 直径 2 英寸的 ITC 混合器以大约 1000rpm 的桨叶速度搅拌内容物。然后重新对混合容器和内容物进行称量。如果有失重，则在溶液中加入发泡剂或混合物以弥补此失重。

30 在将内容物冷却到 50°F 以后，经过大约 10min，从冰箱中取出混合容器，并将其送到混合工位。很快在 B 组分中加入预先称重的一部分 A 组分，异氰脲酸酯，使用 Conn 直径 2 英寸的 ITC 混合器以大约 3000rpm 的速度混合 10sec，并将其倒入 8'' × 8'' × 4'' 纸板糕点盒中让

其发泡。对于每个聚氨酯泡沫试样，记录乳白期、引发期、凝胶期和不粘时间。

在室温下让泡沫固化至少 24h。在固化以后，将泡沫块切成均匀尺寸的块，并测量密度。

- 5 按照 ASTM C518，使用 36.5°F 的平均温度测量泡沫的 k 因子。k 因子的结果列在表 7 中。

表 7

Job#	00-26-1	00-26-2
组分 (重量份)		
多元醇	100	100
表面活性剂	2	2
催化剂 A	0.5	0.63
催化剂 B	3.8	5.6
水	1.7	2.8
HFC-365mfc	12.8	10.3
异戊烷	6.2	5
指数	250	250
密度	2.05	2.05
加工温度 (异戊烷/多元醇) (°F)	70/50	70/50
K 因子 (36.5°F)	0.147	0.172

10 比较例 1

如在实施例 6 中一样，使用 HFC-365mfc 和水，但不使用异戊烷作为发泡剂制备三种泡沫 (“Job#00-25-1”、“Job#00-25-2”和 “Job#00-25-3”)，并测量得到的 k 因子。对于每种或每对发泡剂按照在表 8 中所示的比例制备多元醇、表面活性剂和催化剂的预混料。

表 8

Job#	00-25-1	00-25-2	00-25-3
组分 (重量份)			
多元醇	100	100	100
表面活性剂	2	2	2
催化剂 A	0.25	0.5	0.63
催化剂 B	2.8	3.8	5.6
水	0	1.7	2.8
HFC-365mfc	38	25.5	20.5
异戊烷	0	0	0
指数	250	250	250
密度	1.98	2.05	2.04
加工温度(异戊烷/多元醇) (°F)	70/50	70/50	70/50
K 因子 (36.5°F)	0.16	0.15	0.227

如在此表中所示, 用 HFC-365mfc 和水发泡的泡沫, 其 k 因子要比用相当的 HFC-365mfc/异戊烷/水发泡剂发泡的泡沫的 k 因子更差 (更高)。

5

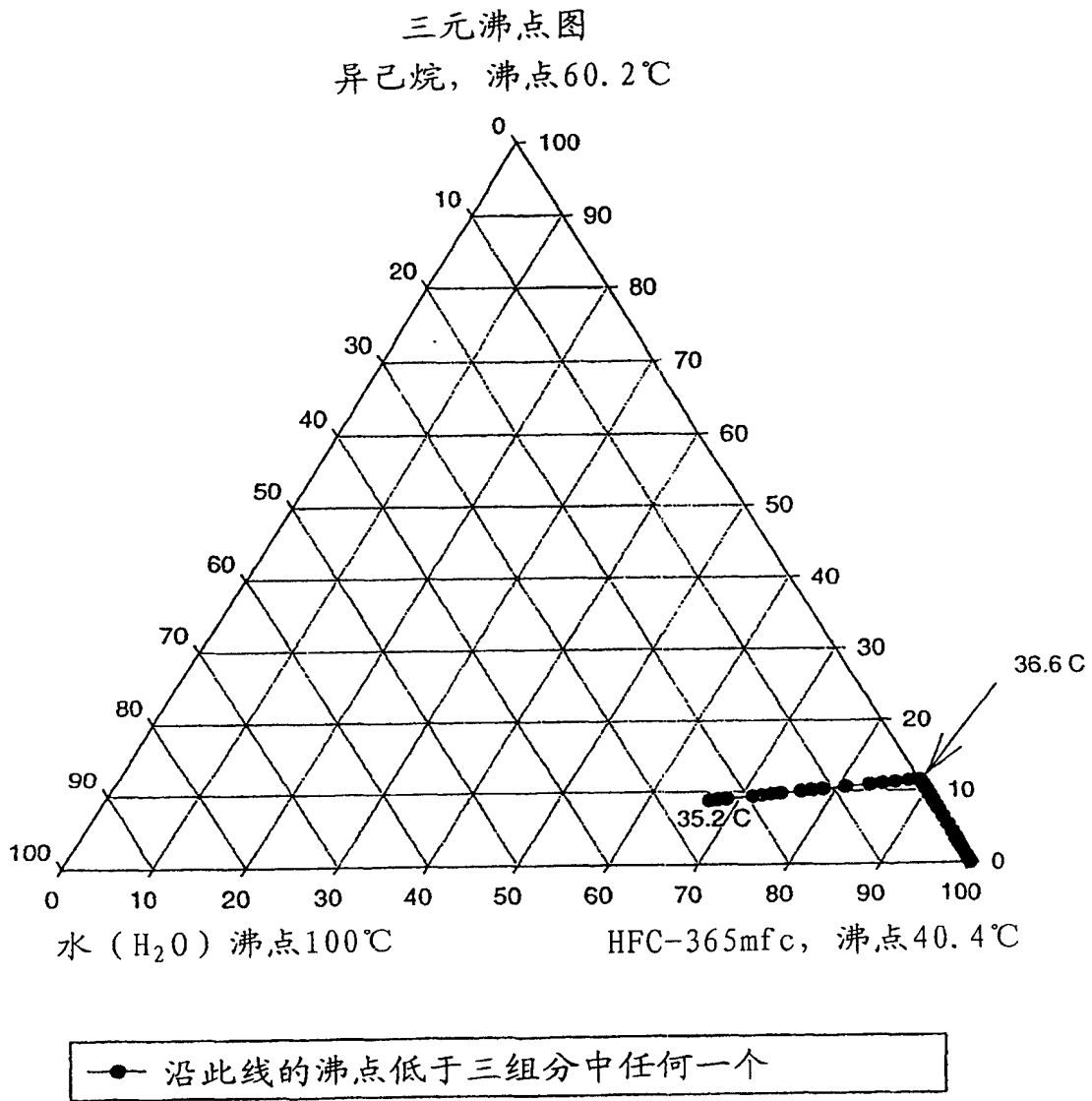


图 1