



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102317245 B

(45) 授权公告日 2015.06.17

(21) 申请号 201080007905.1

(22) 申请日 2010.02.16

(30) 优先权数据

61/152803 2009.02.16 US

61/287275 2009.12.17 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2011.08.15

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2010/024259 2010.02.16

(87) PCT国际申请的公布数据

W02010/094019 EN 2010.08.19

(73) 专利权人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

(72) 发明人 J·E·巴特尔特 R·D·罗森伯格

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 孟慧岚 李炳爱

(51) Int. Cl.

C07C 41/01(2006.01)

C07C 43/17(2006.01)

(56) 对比文件

M. A. Kurykin 等. Reaction of trans-perfluoro-2-pentene with alcoholates. 《Bulletin of the academy of sciences of the USSR, Division of chemical science》. 1981, 第 11 卷第 2467-2650 页.

审查员 赵良

权利要求书2页 说明书17页

(54) 发明名称

新型烷基全氟烯醚及其用途

(57) 摘要

本发明公开了包含化合物的组合物,所述化合物具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$, 其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物, 并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3, 并且其中 $x+y=1、2$ 或 3。本发明还公开了不饱和氟代醚, 所述不饱和氟代醚选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{C}(\text{OR})=\text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、以及它们的混合物, 其中 R 可为 CH_3 、 C_2H_5 或它们的混合物, 并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3, 并且其中 $x+y=0、1、2$ 或 3。本文还公开了使用组合物的新型方法, 所述组合物包含至少一种上述化合物作为新型溶剂、载液、脱水剂、脱脂溶剂或去焊溶剂。

1. 用作清洁剂或溶剂的包含不饱和氟代醚的组合物, 该组合物包含至少一种具有选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的式的不饱和氟代醚, 其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 , 并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3, 并且其中 $x+y=1、2$ 或 3。

2. 权利要求 1 的组合物, 所述组合物进一步包含具有下式的化合物: $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_xC(\text{OR})=\text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$, 其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 , 或它们的混合物, 并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3, 并且其中 $x+y=1、2$ 或 3。

3. 权利要求 1 的组合物, 所述组合物进一步包含具有下式的化合物: $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$, 其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 , 或它们的混合物, 并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3, 并且其中 $x+y=1、2$ 或 3。

4. 权利要求 1 的组合物, 其中 R 为 C_2H_5 。

5. 权利要求 1 的组合物, 其中 R 为 CH_3 。

6. 从表面上去除残留物的方法, 所述方法包括:

- a. 使所述表面与权利要求 1 所述的组合物接触,
- b. 从所述组合物中回收所述表面。

7. 权利要求 6 的方法, 其中所述组合物进一步包含推进剂。

8. 权利要求 7 的方法, 其中所述推进剂选自空气、氮气、二氧化碳、二氟甲烷、三氟甲烷、二氟乙烷、三氟乙烷、四氟乙烷、五氟乙烷、1, 3, 3, 3- 四氟 -1- 丙烯、2, 3, 3, 3- 四氟 -1- 丙烯、1, 2, 3, 3, 3- 五氟丙烯、1, 1, 3, 3, 3- 五氟丙烯、烃、和二甲基醚。

9. 权利要求 6 的方法, 其中所述组合物进一步包含至少一种表面活性剂。

10. 权利要求 6 的方法, 其中所述接触通过蒸汽脱脂实现。

11. 权利要求 10 的方法, 其中如下进行所述蒸汽脱脂:

- a. 使所述组合物沸腾; 以及
- b. 使制品暴露于沸腾的清洁组合物的蒸汽下。

12. 权利要求 6 的方法, 其中所述接触通过将制品浸没于所述组合物中来实现, 其中所述组合物在大于环境温度的温度下。

13. 权利要求 12 的方法, 其中所述组合物在所述组合物的沸点的温度下。

14. 权利要求 12 的方法, 所述方法包括在将所述制品浸没于所述组合物中之后将所述制品浸没于所述组合物中的另一个步骤, 其中所述组合物在低于第一浸没步骤温度的温度下。

15. 权利要求 14 的方法, 其中第二浸没步骤中的组合物在环境温度下。

16. 权利要求 14 的方法, 所述方法包括在第二浸没步骤之后使所述组合物沸腾并且使所述制品暴露于沸腾的组合物蒸汽下的另一些步骤。

17. 权利要求 6 的方法, 其中所述组合物在环境温度下。

18. 权利要求 6 的方法, 其中所述接触通过用浸润有所述组合物的物件擦拭制品来实现。

19. 将含氟润滑剂沉积到表面上的方法, 所述方法包括:

- a. 将含氟润滑剂和溶剂合并以形成润滑剂 - 溶剂组合, 所述溶剂包含至少一种如权利要求 1 所限定的具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的不饱和氟代醚;
- b. 使润滑剂 - 溶剂的组合与所述表面接触; 以及

c. 将所述溶剂从所述表面上蒸去,以在所述表面上形成含氟润滑剂涂层。

20. 权利要求 19 的方法,其中所述表面为半导体材料、金属、金属氧化物、蒸汽沉积碳、或玻璃的表面。

21. 权利要求 20 的方法,其中所述表面为磁性介质的表面。

22. 权利要求 21 的方法,其中所述磁性介质为计算机磁碟。

23. 权利要求 19 的方法,其中所述接触步骤通过将所述表面浸渍或浸没于包含所述含氟润滑剂的浴液中来实现。

24. 权利要求 19 的方法,其中所述接触步骤通过用所述含氟润滑剂喷涂或旋涂所述表面来实现。

25. 权利要求 19 的方法,其中所述润滑剂-溶剂组合中的所述含氟润滑剂浓度为 0.02 重量%至 0.5 重量%。

26. 权利要求 19 的方法,其中蒸发步骤在 10℃至 40℃的温度下实现。

27. 权利要求 19 的方法,其中所述含氟润滑剂包含全氟聚醚。

28. 权利要求 19 的方法,其中所述含氟润滑剂选自全氟聚醚以及它们的混合物。

新型烷基全氟烯醚及其用途

[0001] 相关专利申请的交叉引用

[0002] 本专利申请要求 2009 年 2 月 16 日提交的美国临时申请 61/152,803 和 2009 年 12 月 17 日提交的美国临时申请 61/287,275 的优先权。

[0003] 背景信息

[0004] 公开领域

[0005] 本发明涉及包含不饱和氟碳醚的清洁组合物。本发明进一步涉及所述清洁组合物在清洁、去脂、去焊、脱水和沉积含氟润滑剂方法中的用途。本发明进一步涉及新型不饱和氟碳醚和它们作为清洁组合物以及在上列方法中的用途。

[0006] 相关领域说明

[0007] 氯氟烃 (CFC) 化合物已被广泛用于半导体制造领域,以清洁表面如磁碟介质表面。然而,含氯化合物如 CFC 化合物被认为对地球臭氧层有害。此外已发现,许多用于替代 CFC 化合物的氢氟烃促使全球变暖。因此,需要找出对环境安全的新型溶剂以用于清洁应用,如去除残余焊剂、润滑剂或油污以及颗粒。还需要找出用于沉积含氟润滑剂以及用于使已在含水溶液中加工过的基板干燥或脱水的新型溶剂。

[0008] 本发明提供了包含不饱和氟碳醚的新型组合物以及制备此类不饱和氟碳醚的方法。这些组合物在许多先前由 CFC 化合物所担任的应用中具有效用。本发明的组合物具有部分或所有的下列理想特性:对环境几乎没有或没有影响,具有溶解油、油脂或润滑剂(尤其是含氟润滑剂)的能力,不易燃,并具有溶解在干燥或脱水方法中所用的表面活性剂化合物的能力。

发明内容

[0009] 在一个实施方案中,本文公开了包含具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物的组合物,其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y=1、2$ 或 3。

[0010] 在另一个实施方案中,本文公开了包含具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{C}(\text{OR})=\text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物的组合物,其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y=1、2$ 或 3。

[0011] 在另一个实施方案中,本文公开了包含具有式 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物的组合物,其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y=1、2$ 或 3。

[0012] 在另一个实施方案中,本文公开了包含具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物的组合物,其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y=1、2$ 或 3。

[0013] 在另一个实施方案中,本文公开了使用包含至少一种不饱和氟代醚的组合物新型方法,所述不饱和氟代醚选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{C}(\text{OR})=\text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、以及它

们的混合物,其中 R 可为 CH_3 、 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 0、1、2$ 或 3。

[0014] 在另一个实施方案中,本文公开了制备包括上文那些在内的氟碳醚的新型方法。

[0015] 以上综述以及以下发明详述仅出于示例性和说明性的目的,而不是对本发明进行限制,本发明受所附权利要求的限定。

[0016] 发明详述

[0017] 本文公开了包含具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF} = \text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物的组合物,其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 0、1、2$ 或 3。本文还公开了包含具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_xC(\text{OR}) = \text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物的组合物,其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 0、1、2$ 或 3。本文还公开了包含具有式 $\text{CF}_3\text{CF} = \text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物的组合物,其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 0、1、2$ 或 3。本文还公开了包含具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF} = \text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物的组合物,其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 0、1、2$ 或 3。

[0018] 本文还公开了以下组合物,所述组合物包含具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF} = \text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物(其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 0、1、2$ 或 3)和具有式 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_xC(\text{OR}) = \text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 的化合物(其中 R 为 CH_3 或 C_2H_5 ,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 0、1、2$ 或 3)、或它们的混合物。

[0019] 在一个实施方案中,所述组合物中的化合物选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF} = \text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_xC(\text{OR}) = \text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CF} = \text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF} = \text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、以及它们的混合物,其中 R 可为 CH_3 、 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 1、2$ 或 3。

[0020] 在另一个实施方案中,本文公开了使用包含至少一种不饱和氟代醚的组合物,所述不饱和氟代醚选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF} = \text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_xC(\text{OR}) = \text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CF} = \text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF} = \text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、以及它们的混合物,其中 R 可为 CH_3 、 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y = 0、1、2$ 或 3。

[0021] 许多方面和实施方案已在上文进行了描述,并且仅是示例性而非限制性的。在读完本说明书后,技术人员应认识到,在不脱离本发明范围的情况下,其他方面和实施方案也是可能的。

[0022] 通过阅读以下的发明详述和权利要求,任何一个或多个实施方案的其他特征和有益效果将变得显而易见。

[0023] 在提出下述实施方案详情之前,先定义或阐明一些术语。

[0024] 就本发明目的而言,相转移催化剂是促进离子化合物(例如反应物或组分)转移到有机相中的物质。所述相转移催化剂有利于这些相异并且不相容组分的反应。虽然各种相转移催化剂可以不同的方式起作用,但是它们的作用机制不是它们在本发明方法中用途的决定因素。

[0025] 在一个实施方案中,本文所公开的化合物为不饱和氟代醚,其具有作为新型溶剂、载液、脱水剂、脱脂溶剂、或去焊溶剂的用途。

[0026] 在一个实施方案中,本发明的不饱和氟代醚表示为具有下式的化合物,所述式选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_xC(\text{OR})=\text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_xC\text{F}=\text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、以及它们的混合物,其中 R 可为 CH_3 、 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y=1,2$ 或 3。

[0027] 在一个实施方案中,本文所公开的组合物可通过在强碱的存在下,使全氟烯如全氟-3-庚烯、全氟-2-庚烯、全氟-2-己烯、全氟-3-己烯或全氟-2-戊烯与醇接触来制得。例如,全氟-3-庚烯可在强碱含水溶液的存在下与醇如甲醇或乙醇或它们的混合物反应制得不饱和氟代醚。下文中醇或“一种醇”应被认为是指如甲醇或乙醇的醇或是指它们的混合物。

[0028] 在一个实施方案中,得自全氟-3-庚烯与甲醇反应的产物包含 5-甲氧基全氟-3-庚烯、3-甲氧基全氟-3-庚烯、4-甲氧基全氟-2-庚烯和 3-甲氧基全氟-2-庚烯。

[0029] 在一个实施方案中,得自全氟-2-戊烯与甲醇反应的产物包含 4-甲氧基全氟-2-戊烯、2-甲氧基全氟-2-戊烯、3-甲氧基全氟-2-戊烯和 2-甲氧基全氟-3-戊烯。

[0030] 在一个实施方案中,得自全氟-2-辛烯与甲醇反应的产物包含顺式-和反式-2-甲氧基全氟-2-辛烯和 2-甲氧基全氟-3-辛烯。

[0031] 在一个实施方案中,强碱为碱与醇合并时将与所述醇反应制得醇盐的碱。可用于形成此类醇盐的碱包括但不限于碱金属氢氧化物如氢氧化钠或氢氧化钾。

[0032] 在一个实施方案中,所述强碱以含水溶液形式存在,所述含水溶液具有 10 重量%至 45 重量%的碱金属氢氧化物浓度。在一个实施方案中,每摩尔醇使用一摩尔碱金属氢氧化物以制得醇盐。在另一个实施方案中,每摩尔醇使用 1.1 摩尔碱金属氢氧化物。在另一个实施方案中,每摩尔醇使用约 0.9 摩尔碱金属氢氧化物。

[0033] 在一个实施方案中,每摩尔全氟烯使用一摩尔碱金属氢氧化物。在另一个实施方案中,每摩尔全氟烯使用约 1.1 摩尔碱金属氢氧化物。在另一个实施方案中,每摩尔全氟烯使用约 1.05 摩尔碱金属氢氧化物。

[0034] 在一个实施方案中,使碱金属氢氧化物与全氟烯合并,然后将醇和水加入到全氟烯和碱的混合物中,立刻导致放热反应。在另一个实施方案中,使碱金属氢氧化物溶于水中,并且与全氟烯混合。加入醇立刻导致放热反应,生成不饱和氟代醚。

[0035] 在一个实施方案中,将醇一次性加入到全氟烯、碱金属氢氧化物和水中。在另一个实施方案中,将醇在一段时间内缓慢加入。在一个实施方案中,将醇在一小时内加入。在另一个实施方案中,将醇在两小时内加入。在另一个实施方案中,将全氟烯、碱金属氢氧化物和醇一起加入,而将水随时间推移缓慢加入。

[0036] 在一个实施方案中,全氟烯、碱金属氢氧化物、醇和水均在约室温下加入。在另一个实施方案中,将全氟烯和碱金属氢氧化物的含水溶液加热至约 50°C ,而将醇在一段时间内缓慢加入。

[0037] 在一个实施方案中,将相转移催化剂加入到全氟烯、碱金属氢氧化物、醇和水的混合物中。在一个实施方案中,相转移催化剂为季铵盐。在一个实施方案中,相转移催化剂为 Aliquat 336。在一个实施方案中,相转移催化剂的量按所述碱金属氢氧化物的重量计为约

1 重量%至约 10 重量%。

[0038] 所述相转移催化剂可为离子性或中性,并且选自冠醚、~~铍~~盐、穴醚和聚亚烷基二醇及其衍生物、以及它们的混合物。应使用有效量的相转移催化剂以实现所期望的反应;一旦选择反应物、加工条件和相转移催化剂后,该量可通过有限的实验来确定。

[0039] 冠醚是其中醚基通过二亚甲基键连接的环状分子;所述化合物形成分子结构,据信所述结构能够“接纳”或容纳氢氧化物的碱金属离子,从而有利于反应。尤其可用的冠醚包括 18-冠-6,尤其是与氢氧化钾的组合;15-冠-5,尤其是与氢氧化钠的组合;12-冠-4,尤其是与氢氧化锂的组合。上述冠醚的衍生物也是可用的,例如二苯并-18-冠-6、二环己烷并-18-冠-6、和二苯并-24-冠-8 以及 12-冠-4。就碱金属化合物(尤其是锂)而言,尤其可用的其它聚醚描述于美国专利 No. 4,560,759 中,所述文献以引用方式并入所允许的本文内容中。与冠醚类似并且可用于相同用途的其它化合物是不同之处在于由其它类型供电子原子(尤其是 N 或 S)替代一个或多个氧原子的化合物,如六甲基-[14]-4,11-二烯 N_4 。

[0040] ~~铍~~盐包括在本发明方法中可用作相转移催化剂的季~~铍~~盐和季铵盐;此类化合物可由下式 I 和 II 表示:



[0043] 其中 R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 可相同或不同,各自为烷基、芳基或芳烷基,并且 X' 为卤素原子。这些化合物的具体实例包括四甲基氯化铵、四甲基溴化铵、苄基三乙基氯化铵、氯化甲基三辛基铵(可以商品名 Aliquat 336 和 Adogen 464 商购获得)、四正丁基氯化铵、四正丁基溴化铵、四正丁基硫酸氢铵、四正丁基氯化~~铍~~、四苯基溴化~~铍~~、四苯基氯化~~铍~~、三苯基甲基溴化~~铍~~和三苯基甲基氯化~~铍~~。其中,在强碱性条件下优选使用苄基三乙基氯化铵。该类化合物中的其它可用化合物包括表现出高温稳定性的那些(例如至多约 200 摄氏度)并且包括 4-二烷基氨基吡啶盐,如四苯基氯化砷、双[三(二甲基氨基)膦]氯化亚铵和四[三(二甲基氨基)膦亚胺基]氯化~~铍~~;据报导,后两种化合物在热的浓氢氧化钠存在下也是稳定的,因此是尤其有用的。

[0044] 可用作相转移催化剂的聚亚烷基二醇化合物可由下式表示:



[0046] 其中 R_5 为亚烷基,每个 R_6 和 R_7 可相同或不同,为氢原子、烷基、芳基、或芳烷基,并且 t 是至少为 2 的整数。此类化合物包括例如二醇(如二甘醇、三甘醇、四甘醇、五甘醇、六甘醇、一缩二丙二醇、二丙二醇、三丙二醇、四丙二醇、和四亚甲基二醇)和单烷基醚(如此类二醇的一甲基醚、一乙基醚、一丙基醚和一丁基醚)、二烷基醚(如四甘醇二甲基醚和五甘醇二甲基醚)、苯基醚、苄基醚和聚亚烷基二醇(如聚乙二醇(平均分子量为约 300)二甲基醚、聚乙二醇(平均分子量为约 300)二丁基醚、和聚乙二醇(平均分子量为约 400)二甲基醚)。其中,优选其中 R_6 和 R_7 均为烷基、芳基或芳烷基的化合物。

[0047] 穴醚是本发明中可用作相转移催化剂的另一类化合物。这些是用包含适当间隔的供电子原子的链连接的桥头结构而形成的三维聚合大环螯合剂。例如,用 $(-OCH_2CH_2-)$ 基团链连接氮桥头而形成的二环分子,如 2,2,2'-穴醚(4,7,13,16,21,24-六氧杂-1,10-二

氮杂二环-(8.8.8)二十六烷;以商品名 cryptand 222 和 Kryptofix 222 获得)。桥中的供电子原子可均为 O、N 或 S,或者所述化合物可为混杂的供电子大环,其中桥链包含此类供电子原子的组合。

[0048] 还可使用选自上述类别其中之一的相转移催化剂组合,以及选自一种类别以上的相转移催化剂组合或混合物例如冠醚和铯,或选自两种类别以上的相转移催化剂组合或混合物例如季磷盐和季铵盐、以及冠醚和聚亚烷基二醇。

[0049] 在一个实施方案中,使反应混合物在若干小时后冷却至环境温度,并且倒入到分液漏斗中。将下部有机层与包含无机盐的含水层分离。然后将有机层干燥,接着通过蒸馏进一步纯化。在一个实施方案中,使有机层在无水硫酸镁上干燥。在另一个实施方案中,使有机层在无水硫酸钠上干燥。在制备全氟庚烯醚的一个实施方案中,通过主要在介于 108°C 和 122°C 之间的蒸馏收集馏分,这取决于制备甲基醚还是乙基醚,所述馏分包含烯丙基和乙烯基全氟烯烷基醚的混合物。

[0050] 在一个实施方案中,本发明的组合物可进一步包含推进剂。气溶胶推进剂可有助于将本发明的组合物以气溶胶形式从存储容器递送到表面上。气溶胶推进剂任选包含于本发明组合物中,其量占所述总组合物的至多约 25 重量%。代表性的气溶胶推进剂包含空气、氮气、二氧化碳、二氟甲烷 (CF_2H_2 , HFC-32)、三氟甲烷 (CF_3H , HFC-23)、二氟乙烷 (CHF_2CH_3 , HFC-152a)、三氟乙烷 (CH_3CF_3 , HFC-143a; 或 $\text{CHF}_2\text{CH}_2\text{F}$, HFC-143)、四氟乙烷 ($\text{CF}_3\text{CH}_2\text{F}$, HFC-134a; 或 $\text{CF}_2\text{HCF}_2\text{H}$, HFC-134)、五氟乙烷 ($\text{CF}_3\text{CF}_2\text{H}$, HFC-125)、1,3,3,3-四氟-1-丙烯 (HF0-1234ze)、2,3,3,3-四氟-1-丙烯 (HF0-1234yf)、1,2,3,3,3-五氟丙烯 (HF0-1225ye)、1,1,3,3,3-五氟丙烯 (HF0-1225ze)、和烃(如丙烷、丁烷、或戊烷)、或二甲基醚。

[0051] 在另一个实施方案中,本发明的组合物可进一步包含至少一种表面活性剂。本发明的表面活性剂包括本领域已知用于将基板脱水或干燥的所有表面活性剂。代表性的表面活性剂包括磷酸烷基酯胺盐(如 2-乙基己胺和磷酸异辛酯的 1:1 盐);乙氧基化醇、硫醇或烷基酚;磷酸烷基酯的季铵盐(铵或磷酸酯基团上具有氟代烷基);和氟化胺的磷酸一烷基酯或二烷基酯。其它氟化表面活性剂化合物描述于美国专利 No. 5,908,822 中,所述文献以引用方式并入本文。

[0052] 包含于本发明脱水组合物中的表面活性剂量可根据其中将使用所述组合物的具体干燥应用而广泛变化,但这对于本领域的技术人员而言是显而易知的。在一个实施方案中,溶解于不饱和氟化醚溶剂中的表面活性剂量按所述表面活性剂/溶剂组合物的总重量计不大于约 1 重量%。在另一个实施方案中,如果用所述组合物处理后可使用更大量的表面活性剂,则随后用不包含或包含极少表面活性剂的溶剂处理所干燥的基板。在一个实施方案中,表面活性剂的量为至少约 50 份每一百万份 (ppm,按重量计)。在另一个实施方案中,表面活性剂的量为约 100 至约 5000ppm。在另一个实施方案中,表面活性剂的用量按所述脱水组合物的总重量计为约 200 至约 2000ppm。

[0053] 可任选将其它添加剂包含于本发明组合物中,所述组合物包含用于脱水的溶剂和表面活性剂。此类添加剂包括具有抗静电特性的化合物;所述抗静电特性为使静电从非导电基板如玻璃和二氧化硅上消散的能力。在本发明的脱水组合物中需要使用抗静电添加剂,以防止将水或含水溶液从非导电性部件如玻璃镜头和镜片上干燥除去时产生斑点和污

痕。本发明的大多数不饱和氟代醚溶剂还具有作为介电流体的用途,即它们是电流的不良导体,并且不易消散静电荷。使脱水组合物在常规干燥和清洁设备中沸腾和一般性循环可产生静电荷,尤其是在其中大部分水已从基板上去除的干燥过程后期阶段。此类静电荷汇集在所述基板的非导电表面上,并且防止水从所述表面上逸出。残余的水在特定位置上干燥,造成基板上不期望的斑点和污痕。残留在基板上的静电荷可将来自清洁过程的杂质带出,或能够吸引杂质如空气中的棉绒,这造成不可接受的清洁性能。在一个实施方案中,所期望的抗静电添加剂是极性化合物,其可溶于本发明的不饱和氟化醚溶剂中,并且致使不饱和氟化醚溶剂电导率提高,使得静电荷从基板上消散。在另一个实施方案中,抗静电添加剂具有接近不饱和氟化醚溶剂沸点的正常沸点,并且具有极小的水中溶解度,甚至无水中溶解度。在另一个实施方案中,抗静电添加剂具有小于约 0.5 重量%的水中溶解度。在一个实施方案中,抗静电剂在不饱和氟化醚溶剂中的溶解度为至少 0.5 重量%。在一个实施方案中,抗静电添加剂为硝基甲烷 (CH_3NO_2)。

[0054] 在一个实施方案中,包含抗静电添加剂的本发明脱水组合物在一种方法的脱水和干燥以及漂洗步骤中有效地将基板脱水或干燥,如下所述。

[0055] 另一个实施方案涉及将基板脱水或干燥的方法,所述方法包括:

[0056] a) 使基板与包含化合物并且包含表面活性剂的组合物接触,从而将所述基板脱水,所述化合物选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{C}(\text{OR})=\text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、以及它们的混合物,其中 R 可为 CH_3 、 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y=0$ 、1、2 或 3,以及

[0057] b) 从所述组合物中回收脱水的基板。

[0058] 许多产业使用含水组合物以进行金属、陶瓷、玻璃、和塑料的表面处理。通常在含水介质中进行清洁、电镀和涂层沉积,并且通常随后是去除残余水的步骤。热空气干燥、离心干燥和基于溶剂的水置换是用于去除此类残余水的方法。

[0059] 虽然已经提出氢氟烃 (HFC) 作为先前用于干燥或脱水应用中的 CFC 溶剂的替代物,但是许多 HFC 对水的溶解力有限。因此,在许多干燥或脱水方法中需要使用有助于从基板上去除水的表面活性剂。已经将疏水性表面活性剂加入到脱水或干燥溶剂中来从基板上置换水。

[0060] 脱水或干燥溶剂(不饱和氟化醚溶剂)在脱水或干燥组合物中的主要作用是减少所干燥基板表面上的水量。表面活性剂的主要作用是从基板表面上置换任何残余的水。当将不饱和氟化醚溶剂和表面活性剂组合时,获得高度有效的置换性干燥组合物。

[0061] 在一个实施方案中,用于脱水和干燥的表面活性剂按溶剂/表面活性剂组合物的总重量计可溶解至少 1 重量%。

[0062] 在一个实施方案中,本公开的脱水或干燥方法非常有效地从广泛范围内的基板上置换水,所述基板包括金属如钨、铜、金、铍、不锈钢、铝合金、黄铜等;玻璃和陶瓷表面,如玻璃、兰宝石、硼硅酸盐玻璃、氧化铝如用于电子电路的硅片、焙烧氧化铝等;和塑料,如聚烯烃 (“Alathon”, Rynite®, “Tenite”)、聚氯乙烯、聚苯乙烯 (Styron)、聚四氟乙烯 (Teflon®)、四氟乙烯-乙烯共聚物 (Tefzel®)、聚偏二氟乙烯 (“Kynar”)、离聚物 (Surllyn®)、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯聚合物 (Kralac®)、苯酚-甲醛共聚物、纤维素 (“Ethocel”)、环氧

树脂、聚缩醛 (Delrin®)、聚 (对苯氧化物) (Noryl®)、聚醚酮 (“Ultrapek”)、聚醚醚酮 (“Victrex”)、聚 (对苯二甲酸丁二醇酯) (“Valox”)、聚芳酯 (Arylon®)、液晶聚合物、聚酰亚胺 (Vespel®)、聚醚酰亚胺 (“Ultem”)、聚酰胺酰亚胺 (“Torlon”)、聚 (对苯硫化物) (“Rython”)、聚砜 (“Udel”)、和聚芳基砜 (“Rydel”)。在另一个实施方案中,用于本发明脱水或干燥方法中的组合物与弹性体相容。

[0063] 在一个实施方案中,本公开涉及从润湿基板表面上去除至少一部分水 (即脱水) 的方法,所述方法包括使所述基板接触上述脱水组合物,然后从与所述脱水组合物接触中取出所述基板。在一个实施方案中,原本附着于基板表面上的水被溶剂和 / 或表面活性剂置换,并且随着所述脱水组合物而离开。“至少一部分水”是指每个浸没循环去除基板表面上至少约 75 重量%的水。“浸没循环”是指涉及至少一个步骤的一个循环,其中基板浸没于本发明的脱水组合物中。任选通过使所述基板接触不含表面活性剂的卤烃溶剂,可进一步去除仍附着在基板上的极少量表面活性剂。将制品保持于溶剂蒸汽或回流溶剂中,将进一步减少残留在基板上的表面活性剂存留。通过蒸发,去除附着在基板表面上的溶剂。可采用大气压或负压下蒸发溶剂,并且可采用高于和低于卤烃溶剂沸点的温度。

[0064] 使基板接触脱水组合物的方法不是关键性的,并且可广泛变化。例如,可将基板浸没在组合物中,或可采用常规设备,用所述组合物喷涂所述基板。优选完全浸没所述基板,因为这一般确保所述组合物与基板所有暴露表面之间的接触。然而,可使用易于提供此类完全接触的任何其它方法。

[0065] 基板与脱水组合物的接触时间可广泛变化。通常,接触时间至多为约 5 分钟,然而如果需要,可采用更长的时间。在脱水方法的一个实施方案中,接触时间为约 1 秒至约 5 分钟。在另一个实施方案中,脱水方法的接触时间为约 15 秒至约 4 分钟。

[0066] 接触温度也可根据所述组合物的沸点广泛变化。一般来讲,接触温度等于或小于所述组合物的正常沸点。

[0067] 在一个实施方案中,本公开的组合物可进一步包含共溶剂。使用本发明的组合物从基板上清洁常规方法的残余物时,此类共溶剂是所期望的,例如去除焊接用焊剂并且将包含本发明基板的机械组件脱脂。此类共溶剂包括醇 (如甲醇、乙醇、异丙醇)、醚 (如乙醚、甲基叔丁基醚)、酮 (如丙酮)、酯 (如乙酸乙酯、十二酸甲酯、肉豆蔻酸异丙酯、以及琥珀酸、戊二酸或己二酸的二甲基酯或二异丁基酯、或它们的混合物)、醚醇 (如丙二醇一丙基醚、双丙二醇一丁基醚、和三丙二醇一甲基醚)、和烃 (如戊烷、环戊烷、己烷、环己烷、庚烷、辛烷)、和氯烃 (如反式 -1,2- 二氯乙烯)。当此类共溶剂用于本发明组合物中以将基板脱水或清洁时,其含量按所述总组合物重量计为约 1 重量%至约 50 重量%。

[0068] 在包括蒸汽脱脂和蒸汽去焊设备在内的清洁设备中,组合物在操作期间可能通过轴密封件、软管连接处、焊接接头和断裂管线中的裂漏而逸出。此外,所述工作组合物可在设备维护过程期间被释放到大气中。如果所述组合物不是纯组分,当从设备裂漏或排放到大气中时,所述组合物可能变化,这可能导致保留于设备中的组合物表现出不可接受的性能。因此,希望使用包含单一不饱和氟代醚的清洁组合物。

[0069] 在一个实施方案中,本文所述的不饱和氟代醚进一步包含环氧化物作为酸受体。在一个实施方案中,此类环氧化物的浓度可在至少 0.001 重量%至不超过 1.0 重量%的范围内。在另一个实施方案中,所述浓度为 0.02 重量%至不超过 0.5 重量%。在另一个实施

方案中,所用浓度不超过总组合物的 0.2 重量%。环氧化物的量可在这些值的任何组合范围内,包括所述的值。

[0070] 适宜的环氧化物实例包括脂族和芳族环氧化物,包括选自环氧氯丙烷、2-己烯环氧化物、3-己烯环氧化物、环氧丙醇、环氧丙烷、顺式-2,3-戊烯氧化物、2-甲基-2,3-环氧丁烷、1,2-环氧环戊烯、2,3-二甲基-2,3-环氧丁烷、1,2-环氧环己烷、1,2-环氧丁烷和 2,3-环氧丁烷的那些。在另一个实施方案中,环氧化物是包含 3 至 8 个碳原子的饱和单环氧化物。

[0071] 另一个实施方案涉及清洁表面的方法,所述方法包括:

[0072] a. 使所述表面接触包含至少一种不饱和氟代醚的组合物,所述不饱和氟代醚选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_xC(\text{OR})=\text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、以及它们的混合物,其中 R 可为 CH_3 、 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y=0$ 、1、2 或 3,以及

[0073] b. 从所述组合物中回收所述表面。

[0074] 在一个实施方案中,本公开的组合物可用作清洁组合物、清洁剂、沉积溶剂以及脱水或干燥溶剂。就使用中的适当操作而言,必须清除微电子组件上的焊剂残留物、油和油脂、以及制造完成后可能污染表面的颗粒。在另一个实施方案中,本公开涉及从表面或基板上去除残留物的方法,所述方法包括使所述表面或基板接触本发明的清洁组合物或清洁剂,并且任选从所述清洁组合物或清洁剂中回收基本上不含残留物的表面或基板。

[0075] 在另一个实施方案中,本公开涉及通过从表面上去除污染物来清洁表面的方法。从表面上去除污染物的方法包括使具有污染物的表面接触本发明的清洁组合物以溶解污染物,并且任选从所述清洁组合物中回收所述表面。而后所述表面基本上不含污染物。

[0076] 如前所述,可由本发明方法去除的污染物或残留物包括但不限于油和油脂、焊剂残余物、和颗粒污染物。

[0077] 在所述方法的一个实施方案中,可通过喷雾、冲洗、用其内或其上含有清洁组合物的基材例如擦拭布或纸材擦拭,来实现接触。在所述方法的另一个实施方案中,可通过将磁碟浸渍或浸没于清洁组合物溶液中,来实现接触。

[0078] 在所述方法的一个实施方案中,通过从清洁组合物溶液中取出已经接触过的表面来回收(以与如下所述的在表面上沉积含氟润滑剂的方法所述相类似的方式)。在所述方法的另一个实施方案中,通过使磁碟上已经喷雾、冲洗或擦拭过的清洁组合物排出来回收。此外,可以同样与沉积方法相类似的方式,蒸发先前步骤完成后可能留下的任何残留清洁组合物。

[0079] 清洁表面的方法可应用于与下述沉积方法相同类型的表面上。由二氧化硅、玻璃、金属或金属氧化物、或碳构成的半导体表面或磁碟介质可具有经由所述方法去除的污染物。在上述方法中,可通过使磁碟接触所述清洁组合物,并且从所述清洁组合物中回收所述磁碟,从磁碟上去除污染物。

[0080] 在另一个实施方案中,本发明方法还提供了通过使制品接触本发明的清洁组合物,从产品、部件、组件、基板、或任何其它制品或其部分上去除污染物的方法。为方便起见,本文所用术语“制品”是指所有此类产品、部件、组件、基板等,并且还旨在涉及它们的任何表面或部分。此外,术语“污染物”旨在涉及存在于制品上的任何多余材料或物质,即使此

类物质是有意放置在所述制品上。例如,在半导体装置的制造中,通常将光致抗蚀剂材料沉积在基板上以形成用于蚀刻操作的掩模,并且随后从所述基板上去除所述光致抗蚀剂材料。如本文所用,术语“污染物”旨在包括和涵盖此类光阻材料。烃基油和油脂以及邻苯二甲酸二辛酯是可能存在于碳涂覆磁碟上的污染物实例。

[0081] 在一个实施方案中,本发明的方法包括在蒸汽脱脂和溶剂清洁方法中,使所述制品接触本发明的清洁组合物。在一个此类实施方案中,蒸汽脱脂和溶剂清洁方法包括优选在室温下,使制品暴露于沸腾清洁组合物的蒸汽下。蒸汽冷凝在物件上,具有提供相对洁净的蒸馏过的清洁组合物以洗去油脂或其它污染的优点。因此,此类方法具有的额外优点在于,与将物件简单地在液体清洁组合物中洗涤的情形相比,从物件上最终蒸发本发明清洁组合物留有较少的残余物。

[0082] 在另一个实施方案中,就其中制品包含难以去除的污染物的应用而言,本发明的方法涉及将清洁组合物的温度提高到环境温度以上或至对此类应用有效的任何其它温度,以显著改善清洁组合物的清洁作用。在一个此类实施方案中,此类方法一般还用于大体积组装生产线操作上,其中制品尤其是金属部件和组合件的清洁必须有效和快速地完成。

[0083] 在一个实施方案中,本发明的清洁方法包括在高温下将待清洁制品浸没于液体清洁组合物中。在另一个实施方案中,本发明的清洁方法包括在清洁组合物的沸点附近,将待清洁制品浸没于液体清洁组合物中。在一个此类实施方案中,该步骤从制品上去除显著量的目标污染物。在另一个实施方案中,该步骤从制品上去除大部分目标污染物。在一个实施方案中,在该步骤之后接着将所述制品浸没于刚蒸馏过的清洁组合物中,这在比先前浸没步骤中的液体清洁组合物温度低的温度下进行。在一个此类实施方案中,刚蒸馏过的清洁组合物在环境温度或室温附近。在另一个实施方案中,所述方法还包括随后使所述制品接触较热的清洁组合物蒸汽的步骤,这通过使所述制品暴露于由首先提及的浸没步骤相关的热/沸腾清洁组合物产生的蒸汽中进行。在一个此类实施方案中,这致使清洁组合物蒸汽在制品上冷凝。在某些优选的实施方案中,在最终清洗之前可用蒸馏过的清洁组合物喷涂所述制品。

[0084] 预期有多种种类和类型的蒸汽脱脂设备适于和本发明方法结合使用。此类设备及其操作的一个实例公开于美国专利 No. 3, 085, 918 中,所述文献以引用方式并入本文。其中公开的设备包括包含清洁组合物的沸腾贮槽、包含蒸馏过的清洁组合物的清洁槽、水分离器、和其它辅助设备。

[0085] 本发明的清洁方法还包括冷清洁,其中在环境温度或室温条件下将被污染的制品浸没于本发明的流体清洁组合物中,或者在该条件下用浸润有所述清洁组合物的抹布或类似物件擦拭。

[0086] 另一个实施方案涉及将含氟润滑剂沉积在表面上的方法,所述方法包括:将含氟润滑剂和溶剂合并以形成润滑剂-溶剂组合,所述溶剂包含至少一种不饱和氟代醚,所述不饱和氟代醚选自 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{C}(\text{OR})=\text{CFCF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OR})(\text{CF}_2)_x(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_x\text{CF}=\text{C}(\text{OR})\text{CF}_2(\text{CF}_2)_y\text{CF}_3$ 、以及它们的混合物,其中 R 可为 CH_3 、 C_2H_5 或它们的混合物,并且其中 x 和 y 独立地为 0、1、2 或 3,并且其中 $x+y=0$ 、1、2 或 3;使润滑剂-溶剂的组合与所述表面接触;并且将所述溶剂从所述表面上蒸去,以在所述表面上形成含氟润滑剂涂层。

[0087] 最先进、记录密度最高并且成本最低的数字信息储存方法涉及于旋转的用磁性材料涂覆的磁碟上写入和读出磁通图案。将其中以比特形式储存信息的磁性层喷镀在金属支撑结构上。接着将通常为碳基材料的保护膜放置在磁性层上方以提供保护,最后将润滑剂施用在所述保护膜上。读写头在所述润滑剂上方飞掠,并且在所述读写头与磁性层之间交换信息。为了持续增加信息传递效率,硬盘驱动器制造商已经将读写头与磁性层之间的距离或飞行高度降低至小于 100 埃。

[0088] 在磁盘驱动器的正常应用中,读写头与磁盘表面总是会发生接触。为了减少来自于滑行和飞行接触的磁盘磨损,它必须进行润滑。

[0089] 含氟润滑剂在磁盘驱动器产业中被广泛用作润滑剂,以降低读写头与磁盘之间的摩擦,即减少磨损,从而使磁盘失效的可能性最小化。

[0090] 产业界需要改善含氟润滑剂沉积的方法。由于某些溶剂如 CFC-113 和 PFC-5060 对环境的影响,它们的使用已经被管制。因此,用于该应用中的溶剂应考虑环境影响。而且,此类溶剂必须溶解含氟润滑剂,并且形成基本上均匀或均匀的含氟润滑剂涂层。此外已发现,现有溶剂需要较高的含氟润滑剂浓度来产生指定厚度的涂层,并且对含氟润滑剂涂层的均匀度造成不规则性。

[0091] 在一个实施方案中,本公开的含氟润滑剂包含全氟聚醚 (PFPE) 化合物,或包含 X-1P® 的润滑剂,其为包含磷氨基的磁碟润滑剂。这些全氟聚醚化合物有时被称为全氟烷基醚 (PFAE) 或全氟聚烷基醚 (PFPAE)。这些 PFPE 化合物的范围为简单的全氟化醚聚合物至官能化全氟化醚聚合物。本发明中可用作含氟润滑剂的不同种类的 PFPE 化合物可得自若干来源。在另一个实施方案中,可用于本发明方法中的含氟润滑剂包括但不限于 Krytox® GLP 100、GLP 105 或 GLP 160 (E. I. du Pont de Nemours & Co., Fluoroproducts, Wilmington, DE, 19898, USA); Fomblin® Z-Dol 2000、2500 或 4000、Z-Tetraol、或 Fomblin® AM 2001 或 AM 3001 (由 Solvay Solexis S.p.A. (Milan, Italy) 出售); Demnum™ LR-200 或 S-65 (由 Daikin America, Inc. (Osaka, Japan) 提供); X-1P® (部分氟化的六苯氧基环三磷腈磁碟润滑剂,得自 Quixtor Technologies Corporation (Dow Chemical Co 的子公司), Midland, MI); 以及它们的混合物。Krytox® 润滑剂是具有通式结构 $F(CF(CF_3)CF_2O)_n-CF_2CF_3$ 的全氟烷基聚醚,其中 n 在 10 至 60 范围内。Fomblin® 润滑剂是官能化全氟聚醚,其分子量在 500 至 4000 原子质量单位范围内,并且具有通式 $X-CF_2-O(CF_2-CF_2-O)_p-(CF_2O)_q-CF_2-X$, 其中 X 可为 $-CH_2OH$ 、 $CH_2(O-CH_2-CH_2)_nOH$ 、 $CH_2OCH_2CH(OH)CH_2OH$ 、或 $-CH_2O-CH_2-$ 胡椒基。Demnum™ 油是基于全氟聚醚的油,其分子量在 2700 至 8400 原子质量单位范围内。此外,正在研发新型润滑剂,如得自 Moresco (Thailand) Co., Ltd 的那些,其可用于本发明方法中。

[0092] 本发明的含氟润滑剂可进一步包含添加剂以改善含氟润滑剂的特性。X-1P® 自身可用作润滑剂,通常被加入到其它低成本的含氟润滑剂中,以通过钝化磁盘表面上导致 PFPE 降解的路易斯酸位点,提高磁盘驱动器的耐久性。

[0093] 其它常见的润滑剂添加剂可用于本发明方法的含氟润滑剂中。

[0094] 本发明的含氟润滑剂可进一步包含 Z-DPA (Hitachi Global Storage Technologies, San Jose, CA), 其为二烷基胺端基封端的 PFPE。亲核端基起到与 X1P® 相同的目的,从而无需任何添加剂也可提供相同的稳定性。

[0095] 含氟润滑剂所沉积的表面可为任何可受益于润滑的固体表面。半导体材料如二氧化

化硅碟片、金属或金属氧化物表面、蒸汽沉积的碳表面或玻璃表面是可用于本发明方法中的代表性表面类型。本发明的方法尤其可用于涂覆磁性介质，如计算机驱动器硬盘。在计算机磁盘的制造中，所述表面可为具有磁性介质层的玻璃或铝基板，所述磁性介质层还可经由蒸汽沉积而涂覆非晶态氢化或氮化碳薄层（10–50 埃）。可通过将含氟润滑剂施用到磁碟的碳层上，将含氟润滑剂间接沉积在表面磁碟上。

[0096] 混合含氟润滑剂和溶剂的第一步可以任何适宜的方式实现，如在适宜的容器如烧杯或沉积方法中可用作浴槽的其它容器中混合。不饱和氟化醚溶剂中的含氟润滑剂浓度可为约 0.010% (wt/wt) 至约 0.50% (wt/wt)。

[0097] 使含氟润滑剂和溶剂的组合与所述表面接触的步骤可以对所述表面而言适当的任何方式实现（考虑表面的尺寸和形状）。硬盘驱动器必须以某种方式支撑，如使用芯轴或可适配穿过磁碟中央穿孔的某些其它支撑件。因此，所述磁碟将被垂直支撑，使得磁碟平面与溶剂浴垂直。芯轴可具有不同的形状，包括但不限于圆柱形棒或 V 形棒。芯轴形状将决定与磁碟接触的面积。芯轴可由强度足以支撑磁碟的任何材料构成，包括但不限于金属、金属合金、塑料或玻璃。此外，可以垂直直立的方式将磁碟支撑于织造篮中，或用 1 个或多个夹具夹持外边缘，呈垂直位置。支撑件可由强度足以支撑磁碟的任何材料构成，如金属、金属合金、塑料或玻璃。然而无论以何种方式支撑磁碟，磁碟将会降低进入到装有含氟润滑剂 / 溶剂组合溶液的容器中。溶液保持在室温，或可被加热或冷却至约 0℃ 至约 50℃ 的温度范围内。

[0098] 作为另外一种选择，可如上所述支撑磁碟，并且可将溶液升高以浸没磁碟。在任一情况下，随后可将磁碟从溶液中取出（通过降低溶液或通过提升磁碟）。过量的含氟润滑剂 / 溶剂组合可排入到溶液中。

[0099] 将磁碟降入到溶液中或将溶液升高以浸没磁碟而使含氟润滑剂 / 溶剂组合与磁碟表面接触的任一种方法通常被称为浸涂。本发明方法中可使用使磁碟与含氟润滑剂 / 溶剂组合接触的其它方法，包括喷涂或旋涂。

[0100] 当从溶液中取出磁碟时，磁碟在其表面上将具有含氟润滑剂涂层以及某些残留的溶剂（不饱和氟化醚）。残留的溶剂可被蒸发掉。通常在室温下进行蒸发。然而，蒸发步骤也可使用高于以及低于室温的温度。可用于蒸发的温度范围为约 0℃ 至约 100℃。

[0101] 涂覆方法完成后，表面或磁碟（如果表面为磁碟）将留有基本上均匀或均匀的基本上不含溶剂的含氟润滑剂涂层。可施用含氟润滑剂至小于约 300nm 的厚度，或至约 100 至约 300nm 的厚度。

[0102] 均匀的含氟润滑剂涂层是磁碟正确发挥功能所需要的，因此磁碟表面上具有不同含氟润滑剂厚度的区域是不可取的。由于越来越多的信息被储存在相同尺寸的磁碟上，因此读 / 写头必须距离磁碟越来越近以正确发挥功能。如果磁碟表面上存在因涂层厚度变化而造成的不规则性，则读写头与磁碟上这些区域接触的可能性大大增加。虽然期望磁碟上具有足够的含氟润滑剂以流入到可能与读写头接触或以其它方式而被去除的区域中，但是太厚的涂层可能造成“污迹”，这是与读 / 写头带起过多含氟润滑剂相关的问题。

[0103] 产业界观察到的一个特别的涂层厚度不规则性被称为“兔耳”效应。这些不规则性是在使用现有的溶剂体系沉积含氟润滑剂后，在磁碟表面上可目视检查出来的。当磁碟接触溶于溶剂中的含氟润滑剂溶液，然后从所述溶液中取出时，其中溶液可能积聚并且不

易于排出的任何点形成不易于流出的溶液液滴。形成液滴的一个此类点是芯轴或其它支撑装置与磁碟的接触点（或多个接触点）。当使用 V 形芯轴时，芯轴与磁碟内缘接触处存在两个接触点。当含氟润滑剂溶液在这些位点形成从浴液中取出时不排出的液滴时，在溶剂蒸发时产生具有较大厚度含氟润滑剂的区域。与磁碟接触的两个点产生所谓的“兔耳”效应，因为具有较大含氟润滑剂厚度的区域形成在磁碟表面上可目视检出的类似兔耳的图案。

[0104] 当使用浸涂将含氟润滑剂沉积到表面上时，拉起速度（磁碟从浴液中取出的速度）和含氟润滑剂密度以及表面张力对于确定所得含氟润滑剂薄膜厚度是有关联的。为获得所期望的薄膜厚度，需要了解这些参数。这些参数如何影响涂层的详情示于 1995 年 11 月“IEEE Transactions on Magnetics”第 31 卷第 6 期“Dip-Coating of Ultra-Thin Liquid Lubricant and its Control for Thin-Film Magnetic Hard Disks”中。

[0105] 如本文所用，术语“包含”、“包括”、“具有”或它们的任何其它变型均旨在涵盖非排他性的包括。例如，包括要素列表的工艺、方法、制品或设备不必仅限于那些要素，而是可以包括未明确列出的或该工艺、方法、制品或设备所固有的其他要素。此外，除非有相反的明确说明，“或”是指包含性的“或”，而不是指排他性的“或”。例如，以下任何一种情况均满足条件 A 或 B：A 是真实的（或存在的）且 B 是虚假的（或不存在的），A 是虚假的（或不存在的）且 B 是真实的（或存在的），以及 A 和 B 都是真实的（或存在的）。

[0106] 同样，使用“一个”或“一种”来描述本文所描述的要素和组分。这样做仅仅是为了方便，并且对本发明的范围提供一般性的意义。这种描述应被理解为包括一个或至少一个，并且该单数也包括复数，除非很明显地另指他意。

[0107] 对应于元素周期表内列的族序号的使用参见“CRC Handbook of Chemistry and Physics”，第 81 版（2000-2001）中所述的“新命名法”公约。

[0108] 除非另有定义，本文所用的所有技术和科学术语的含义均与本发明所属领域的普通技术人员通常理解的一样。尽管与本文所描述的方法和材料类似或等同的方法和材料也可用于本发明实施方案的实施或测试中，但是下文描述了合适的方法和材料。除非引用具体段落，本文提及的所有出版物、专利申请、专利以及其他参考文献均以全文引用方式并入本文。如发生矛盾，则以本说明书及其包括的定义为准。此外，材料、方法和实施例仅是示例性的，并不旨在进行限制。

实施例

[0109] 本文所描述的概念将在下列实施例中进一步描述，所述实施例不限制在权利要求中描述的本发明的范围。

[0110] 实施例 1

[0111] 实施例 1 展示了甲醇与全氟庚-3-烯的反应。

[0112] 使 250mL 的 3 颈 RB 烧瓶配备顶置式机械搅拌、回流冷凝器、加热套以及具有热电偶套管和 50mL 加料漏斗的 Claisen。将 200g (125mL, ~ 0.57 摩尔) 全氟庚-3-烯和 37.7g (0.67 摩尔) 粉状 KOH 加入到所述烧瓶中。用加料漏斗缓慢加入 18.3g (0.57 摩尔) 甲醇。发生微弱的放热反应。搅拌 30 分钟后，通过冷凝器加入少量水 (~ 20 mL)，并且发生显著的放热反应，使温度升至 60 和 70°C 之间。

[0113] 搅拌 2 小时后，将反应混合物真空 (100mmHg) 闪蒸到干冰冷却的烧瓶中。在 250mL

分离漏斗中使粗馏出液与水进一步分离,并且在硫酸镁上干燥。转带蒸馏获得~60mL 主要在 54 和 74℃之间沸腾的初馏物。收集自 95℃开始但是主要在 108 和 114℃之间沸腾的第二产物馏分(~40mL)。由 GC-MS 分析第二馏分,并且主要包含丙烯基甲基全氟庚烯醚和乙烯基甲基全氟庚烯醚的混合物。约 14%的饱和甲基一氢氟庚烷醚产物也是混合物的一部分。残余的全氟庚-3-烯占蒸馏过的混合物的约 1%。

[0114] 实施例 2

[0115] 实施例 2 展示了甲醇与全氟庚-3-烯的反应。

[0116] 以基本上与实施例 1 相同的方式进行甲醇与全氟庚-3-烯的第二反应。将 200g(125mL, ~0.57 摩尔)的全氟庚-3-烯、35.3g(0.63 摩尔)的粉状 KOH、20mL 的水、和约~1g 的 Aliquat®336 加入到烧瓶中。加入甲醇立即发生显著的放热反应,这使温度升至 60 和 70℃之间。加料后,搅拌并且加热至 60 和 70℃之间,持续 2 小时。冷却至接近环境温度后,将反应混合物倒入到分液漏斗中。上层水层中存在显著量的沉淀出的盐。分离出底层(~120mL)并且在硫酸镁上干燥。

[0117] 实施例 3

[0118] 甲醇与全氟庚-3-烯的反应

[0119] 以基本上与实施例 1 相同的方式进行甲醇与全氟庚-3-烯的第三反应。将 200g(125mL, ~0.57 摩尔)的全氟庚-3-烯、78.3g(0.63 摩尔)的 45% KOH 含水溶液、和 1g 的 Aliquat®336 加入到 500mL 烧瓶中。加入甲醇立即发生显著的放热反应,这使温度升至 60 和 70℃之间。加料后,搅拌并且加热至 60 和 70℃之间,持续 2 小时。冷却至接近环境温度后,将反应混合物倒入到分液漏斗中。水层中不存在沉淀出的盐。分离出底层(~120mL)并且在硫酸镁上干燥。

[0120] 实施例 4

[0121] 甲基全氟庚烯醚的蒸馏

[0122] 将得自实施例 2 和 3 的粗制甲基全氟庚烯醚产物合并、过滤并且转带蒸馏。收集 18mL 介于 54 和 74℃之间的第一馏分。收集 4mL 介于 74℃和 106℃之间的中间馏分。收集 180mL 自 106℃开始,主要在 108℃和 114℃之间蒸馏出的主馏分。稍后经由 GC-MS 辨识剩余的 35mL 蒸馏釜馏分,发现主要由高级甲醇加成产物构成。主馏分中存在小于 0.1%的全氟庚烯。

[0123] 由简单的蒸馏再次蒸馏 25mL 样本。观察到的蒸汽温度范围为 107 至 112℃。观察到的蒸馏釜温度范围为 110 至 112℃。

[0124] 实施例 5

[0125] 甲醇与全氟戊-2-烯的反应

[0126] 使 1L 的 3 颈 RB 烧瓶配备顶置式机械搅拌、水-冰回流冷凝器、加热套以及具有热电偶套管和 125mL 加料漏斗的 Claisen。将 382g(~240mL, ~1.53 摩尔)的全氟戊-2-烯和 219g(1.76 摩尔)45%的 KOH 含水溶液、和~1g 的 Aliquat®336 加入到烧瓶中。用加料漏斗缓慢加入 53.8g(1.68 摩尔)甲醇。发生放热反应,致使反应混合物回流。在甲醇加入期间,反应温度从约 24℃逐渐升至 60℃。加入后,持续搅拌 2 小时。冷却至接近环境温度后,将反应混合物倒入到分液漏斗中,并且两层在 0.5h 内缓慢分离。分离出底层(~240mL)并且在硫酸镁上干燥。

[0127] 实施例 6

[0128] 乙醇与全氟庚-3-烯的反应

[0129] 使 250mL 的 3 颈 RB 烧瓶配备顶置式机械搅拌、回流冷凝器、加热套以及具有热电偶套管和 50mL 加料漏斗的 Claisen。将 40g (0.32 摩尔) 的 KOH 含水溶液和 100g (0.29 摩尔) 的全氟庚-3-烯加入到所述烧瓶中。搅拌下将所述混合物加热到至多 50℃。在该温度下,由加料漏斗将 16.4g (0.36 摩尔) 的乙醇缓慢加入到烧瓶中。发生放热反应,致使反应混合物温度升至~70℃。加入乙醇后,将反应混合物进一步加热一小时,以保持温度为或接近 70℃。1 小时后停止加热,然后在搅拌下使反应冷却至接近环境温度。

[0130] 将反应混合物倒入到分液漏斗中。分离出底层 (~120mL) 并且在硫酸镁上干燥。

[0131] 实施例 7:

[0132] 乙基全氟庚烯醚的蒸馏

[0133] 将得自实施例 6 的粗制乙基全氟庚烯醚产物过滤并且转带蒸馏。收集 7.5g 介于~70 和 72℃之间的第一馏分。收集 73.5g 自 110℃开始,主要在 120℃和 122℃之间蒸馏出的主馏分。剩余 5.2g 蒸馏釜馏分。主馏分的 GC-MS 分析表明,它由~62.8%的丙烯基乙基全氟庚烯醚、~29.7%的乙烯基乙基全氟庚烯醚、7.2%的乙基-氢全氟庚烷醚、和 0.3%的全氟庚-3-烯构成。

[0134] 实施例 8

[0135] 乙醇与全氟庚-3-烯的反应

[0136] 以基本上与实施例 6 相同的方式进行乙醇与全氟庚-3-烯的第二反应,不同的是使用 26.3g (0.57 摩尔) 的乙醇,并且在加入乙醇前不加热所述反应。加入乙醇立即发生显著的放热反应,这使温度升至 60 和 70℃之间。加料后,搅拌并且加热至 60 和 70℃之间,持续 2 小时。冷却至接近环境温度后,将反应混合物倒入到分液漏斗中。分离出底层并且在硫酸镁上干燥。

[0137] 实施例 9

[0138] 乙基全氟庚烯醚的蒸馏

[0139] 将得自实施例 8 的粗制乙基全氟庚烯醚产物和得自实施例 7 的蒸馏产物合并、过滤、并且转带蒸馏。收集自 118℃开始,最多至 123℃的主馏分。GC-MS 分析表明,它由 60.0%的丙烯基乙基全氟庚烯醚、33.1%的乙烯基乙基全氟庚烯醚、6.4%的乙基-氢全氟庚烷醚、0.4%的未知物、和 0.05%的全氟庚-3-烯构成。

[0140] 实施例 10

[0141] 甲醇与全氟辛-2-烯的反应

[0142] 使 250mL 的 3 颈 RB 烧瓶配备顶置式机械搅拌、回流冷凝器、加热套、具有热电偶套管的 Claisen 转接器、以及连接 25cc 玻璃注射器和注射器泵的 PFA 含氟聚合物挠性针。将 64.6g (162mmol) 全氟辛-2-烯、5.18g (162mmol) 甲醇、和 0.5g 的 Aliquat®336 加入到烧瓶中。以 400rpm 速率搅拌,使用 0.5mL/min 速率的注射器泵缓慢加入 45% 的 KOH 含水溶液 (20.15g, 162mmol)。反应放热,并且反应温度攀升至约 50℃。完成 KOH 的加入后,外部施热 2 小时以将内容物加热并且保持在约 85℃。然后将反应冷却至接近环境温度,并且在 50mL 漏斗中分离出粗产物 (底层, 64.7g)。粗产物的气相色谱结合质谱检测 (GC/MS) 表明,所述组合物为 6.3%的全氟辛-2-烯、92.3%的不饱和醚和饱和醚、和 1.4%的高级甲醇加合物。

[0143] 实施例 11

[0144] 甲基全氟辛烯醚的蒸馏

[0145] 将得自实施例 10 的粗产物在硫酸镁上干燥,并且使用聚丙烯滤布过滤到 250mL 蒸馏釜中。使用具有手动阀控制的小转带柱蒸馏所述粗产物。收集~ 5mL 介于 85℃和 115℃之间的第一馏分,然后收集自 115℃开始但快速升至 130℃并且主要在 133℃和 135℃之间沸腾的主馏分(48.7g)。GC/MS 显示,主馏分为 98.2%的混合物,所述混合物主要为不饱和醚以及一些饱和醚。1.8%为全氟辛-2-烯。¹H NMR 表明,饱和醚含量为 4.0%。¹⁹F NMR 表明,不饱和醚主要为反式-2-甲氧基全氟辛-2-烯(44.8%)、2-甲氧基全氟辛-3-烯(34.5%)、和顺式-2-甲氧基全氟辛-2-烯(5.9%)。

[0146] 实施例 12

[0147] 用于沉积含氟润滑剂的溶剂包含约 45%的 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OCH}_3)\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、25%的 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{OCH}_3)=\text{CFCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ 和 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}=\text{C}(\text{OCH}_3)\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、15%的 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OCH}_3)\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、和 15%的 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}(\text{OCH}_3)\text{CFHCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ 。该混合物被称为溶剂 #1。

[0148] 通过将一定量的油加入到溶剂中直至混合物变混浊或分离成两相,来测定溶剂 #1 溶解氟化油的能力。表 1 中的结果显示,溶剂 #1 具有优异的溶解氟化油的能力。此外,制备包含 0.5 重量%所述油的溶液。将预先称过的金属试块浸于所述溶液中,蒸发溶剂,并且再次称量所述试块。表 1 示出由该浸涂方法获得的平均涂层。报告的涂层重量是三个样品的平均值。因此,溶剂 #1 可用作载液以将氟化油沉积到基板上。

[0149] 表 1

[0150]

氟化油	溶剂中的溶解度	获得的涂层重量
Krytox GPL 102 油	可混溶	2.1. ug/cm ²
Krytox GPL 106 油	可混溶	19.3ug/cm ²

[0151] 实施例 13

[0152] 清洁溶剂包含约 40%的 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、35%的 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)=\text{CFCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ 和 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}=\text{C}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、18%的 $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CFCF}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ 、和 7%的 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)\text{CFHCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ 。该混合物被称为溶剂 #2。

[0153] 通过准备涂覆 Krytox GPL 106 油的金属试块,然后清洁所述试块,来测定溶剂 #2 从基板上清洁氟化油的能力。用油涂覆所述试块之后,在约 120C 的温度下将所述试块在溶剂 #2 中浸没 5 分钟。测量清洁前后的试块重量,并且计算所去除的油%。表 2 中的结果示出溶剂去除油的能力,因此所述溶剂将是有效的清洁剂。

[0154] 表 2

[0155]

试块	涂覆之前试块的重量 (g)	涂覆之后试块的重量 (g)	在溶剂#2 中清洁之后试块的重量 (g)	去除的油%
1	10.5213	10.6852	10.5215	99.9
2	10.1318	10.2801	10.1318	100
3	10.4262	10.6011	10.4267	99.7

[0156] 实施例 14

[0157] 通过逐渐增加加入到 MPHE 中的油量,直至混合物变混浊或分离成两相,测定甲基全氟庚烯醚 (MPHE) 溶解氟化油的能力。测试表明,油可以所有比例混溶于所述溶剂中,并且未观察到混浊现象。这示于表 3 中。此外,制备 5 重量%油的 MPHE 溶液。将预先称重的表面积为 38.7cm^2 的金属试块浸没于所述溶液中,蒸发溶剂,并且将试块再次称重。表 3 示出了由该浸涂方法获得的 3 个涂层的平均值。因此,MPHE 可用作载液以将氟化油沉积到基板上。

[0158] 表 3

[0159]

氟化油	MPHE 中的溶解度	获得的涂层重量 (3 个的平均值)
Krytox GPL 106 油	可混溶	$115\mu\text{g}/\text{cm}^2$

[0160] 实施例 15

[0161] 通过逐渐增加加入到 MPPE 中的油量,直至混合物变混浊或分离成两相,测定甲基全氟戊烯醚 (MPPE) 溶解氟化油的能力。测试表明,油可以所有比例混溶于所述溶剂中,并且未观察到混浊现象。这示于表 4 中。此外,制备 5 重量%油的 MPPE 溶液。将预先称重的表面积为 38.7cm^2 的金属试块浸没于所述溶液中,蒸发溶剂,并且将试块再次称重。表 4 示出了由该浸涂方法获得的 3 个涂层的平均值。因此,MPPE 可用作载液以将氟化油沉积到基板上。

[0162] 表 4

[0163]

氟化油	MPPE 中的溶解度	获得的涂层重量 (3 个的平均值)
Krytox GPL 106 油	可混溶	$162\mu\text{g}/\text{cm}^2$

[0164] 实施例 16

[0165] 用 MPPE 清洁金属

[0166] 用拭子将 Krytox GPL 106 油擦拭到已知重量的干净金属试块上。记录试块的重量,然后通过室温下将所述试块浸没于 MPPE 中来清洁所述试块。将试块浸没 1 分钟,然后风干。接着将试块再次称重,并且测定去除的油的百分比。表 5 中的这些结果表明,溶剂在清洁氟化油方面具有优异的功效。

[0167] 表 5

[0168]

试块	皮重 (g)	载重 (g)	清洁过的重量 (g)	去除的油 (%)
----	--------	--------	------------	----------

1	21. 2749	21. 3448	21. 2751	99. 7
2	21. 4979	21. 6613	21. 4979	100. 0
3	21. 2876	21. 4226	21. 2877	99. 9

[0169] 实施例 17

[0170] 用 MPHE 清洁金属

[0171] 用拭子将 Krytox GPL 106 油擦拭到已知重量的干净金属试块上。记录试块的重量,然后通过室温下将所述试块浸没于 MPHE 中来清洁所述试块。将试块浸没 1 分钟,然后风干。接着将试块再次称重,并且测定去除的油的百分比。表 6 中的这些结果表明,溶剂在清洁氟化油方面具有优异的功效。

[0172] 表 6

[0173]

试块	皮重 (g)	载重 (g)	清洁过的重量 (g)	去除的油 (%)
1	21. 2751	21. 3352	21. 2754	99. 5
2	21. 4971	21. 6585	21. 5003	98. 0
3	21. 2872	21. 4339	21. 2898	98. 2

[0174] 应注意到,上文一般性描述或实施例中所描述的行为不是所有都是必需的,一部分具体行为不是必需的,并且除了所描述的那些以外,可进一步实施一个或多个其他行为。此外,所列行为的顺序不必是实施它们的顺序。

[0175] 在上述说明书中,已参考具体的实施方案描述了不同概念。然而,本领域的普通技术人员认识到,在不脱离如下文权利要求中所述的本发明范围的情况下,可进行各种修改和变化。因此,说明书和附图应被认为是示例性而非限制性的,并且所有此类修改形式均旨在包括于本发明的范围内。

[0176] 上文已结合具体的实施方案描述了有益效果、其他优点以及问题的解决方案。然而,有益效果、优点、问题的解决方案、以及可致使任何有益效果、优点或解决方案产生或变得更显著的任何特征不可解释为是任何或所有权利要求的关键、必需或基本特征。

[0177] 应当认识到,为清楚起见,本文不同实施方案的上下文中所描述的某些特点也可在单个实施方案中以组合方式提供。反之,为简化起见,在单个实施方案上下文中所描述的多个特点也可以分别提供,或以任何子组合的方式提供。此外,范围内描述的相关数值包括所述范围内的每个值。