

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl<sup>6</sup>

C11D 7/50

C23G 5/00



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96193932.X

[43]公开日 1998年6月10日

[11] 公开号 CN 1184502A

[22]申请日 96.5.15

[30]优先权

[32]95.5.16 [33]US[31]08 / 441,960

[32]96.2.20 [33]US[31]08 / 604,002

[86]国际申请 PCT / US96 / 06902 96.5.15

[87]国际公布 WO96 / 36689 英 96.11.21

[85]进入国家阶段日期 97.11.14

[71]申请人 美国3M公司

地址 美国明尼苏达州

[72]发明人 R·M·弗林 D·S·米尔布拉斯

J·G·欧文斯 D·R·维塔克

H·亚诺么

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

代理人 白益华

权利要求书 8 页 说明书 19 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 共沸物状组合物及其应用

[57]摘要

一种共沸物状组合物, 主要包括  $R_fOCH_3$  和一种或多种有机溶剂。其中  $R_f$  是 4 个碳原子的支链或直链全氟烷基, 有机溶剂选自含 6—8 个碳原子的直链、支链和环状的烷烃; 含 4—6 个碳原子的环状和非环状醚; 含 3 个碳原子的酮; 含 1、3 或 4 个碳原子的氯化烷烃; 含 2 个碳原子的氯化烯烃; 含 1—4 个碳原子的醇; 含 2—3 个碳原子部分氟化的醇, 1-溴丙烷, 乙腈, HCFC-225ca (1, 1-二氯-2, 2, 3, 3-五氟丙烷) 和 HCFC-225cb (1, 3-二氯-1, 1, 2, 2, 3-五氟丙烷)。

(BJ)第 1456 号

# 权 利 要 求 书

---

1.一种共沸物状组合物,包括在约 734 毛沸点为 59 °C 的全氟丁基甲基醚和一种有机溶剂,其特征就在于共沸物状组合物选自:

(i)主要包括约 95-61 重量%全氟丁基甲基醚和约 5-39 重量%环己烷,在约 735 毛下沸点约 54-56 °C 的组合物;

(ii) 主要包括约 99-83 重量%全氟丁基甲基醚和约 1-17 重量%甲基环己烷,在约 729 毛下沸点约 58-60 °C 的组合物;

(iii) 主要包括约 99-86 重量%全氟丁基甲基醚和约 1-14 重量%庚烷,在约 732 毛下沸点约 58-60 °C 的组合物;

(iv) 主要包括约 99-88 重量%全氟丁基甲基醚和约 1-12 重量%异辛烷,在约 739 毛下沸点约 58-60 °C 的组合物;

(v) 主要包括约 97-66 重量%全氟丁基甲基醚和约 3-34 重量%二异丙醚,在约 736 毛下沸点约 56-58 °C 的组合物;

(vi) 主要包括约 79-22 重量%全氟丁基甲基醚和约 21-78 重量%甲基叔丁基醚,在约 723 毛下沸点约 50-52 °C 的组合物;

(vii) 主要包括约 92-42 重量%全氟丁基甲基醚和约 8-58 重量%四氢呋喃,在约 725 毛下沸点约 54-56 °C 的组合物;

(viii) 主要包括约 86-34 重量%全氟丁基甲基醚和约 14-66 重量%丙酮,在约 728 毛下沸点约 49-51 °C 的组合物;

(ix) 主要包括约 75-17 重量%全氟丁基甲基醚和约 25-83 重量%反式 1,2-二氯乙烯,在约 729 毛下沸点约 39-41 °C 的组合物;

(x) 主要包括约 98-68 重量%全氟丁基甲基醚和约 2-32 重量% 1,1,2-三氯乙烯,在约 736 毛下沸点约 57-59 °C 的组合物;

(xi) 主要包括约 97-68 重量%全氟丁基甲基醚和约 3-32 重量% 1-氯丁烷,在约 728 毛下沸点约 56-58 °C 的组合物;

(xii) 主要包括约 93-55 重量%全氟丁基甲基醚和约 7-45 重量% 2-氯丁烷,在约 737 毛下沸点约 54-56 °C 的组合物;

(xiii) 主要包括约 94-62 重量%全氟丁基甲基醚和约 6-38 重量%异丁基氯,在约 730 毛下沸点约 54-56 °C 的组合物;

(xiv) 主要包括约 72-13 重量%全氟丁基甲基醚和约 28-87 重量%叔丁基氯,在约 733 毛下沸点约 46-48 °C 的组合物;

(xv) 主要包括约 98-82 重量% 全氟丁基甲基醚和约 2-18 重量% 1,2-二氯丙烷, 在约 724 毛下沸点约 58-60 °C 的组合物;

(xvi) 主要包括约 92-57 重量% 全氟丁基甲基醚和约 8-43 重量% 2,2-二氯丙烷, 在约 735 毛下沸点约 55-57 °C 的组合物;

(xvii) 主要包括约 82-8 重量% 全氟丁基甲基醚和约 18-92 重量% 二氯甲烷, 在约 737 毛下沸点约 33-35 °C 的组合物;

(xviii) 主要包括约 97-52 重量% 全氟丁基甲基醚和约 3-48 重量% 甲醇, 在约 733 毛下沸点约 45-47 °C 的组合物;

(xix) 主要包括约 97-70 重量% 全氟丁基甲基醚和约 3-30 重量% 乙醇, 在约 728 毛下沸点约 51-53 °C 的组合物;

(xx) 主要包括约 98-66 重量% 全氟丁基甲基醚和约 2-34 重量% 1-丙醇, 在约 733 毛下沸点约 56-58 °C 的组合物;

(xxi) 主要包括约 99-75 重量% 全氟丁基甲基醚和约 1-25 重量% 2-丁醇, 在约 742 毛下沸点约 57-59 °C 的组合物;

(xxii) 主要包括约 99-72 重量% 全氟丁基甲基醚和约 1-28 重量% 异丁醇, 在约 730 毛下沸点约 57-59 °C 的组合物;

(xxiii) 主要包括约 98-78 重量% 全氟丁基甲基醚和约 2-22 重量% 叔丁醇, 在约 739 毛下沸点约 55-57 °C 的组合物;

(xxiv) 主要包括约 94-59 重量% 全氟丁基甲基醚和约 6-41 重量% 三氟乙醇, 在约 722 毛下沸点约 51-53 °C 的组合物;

(xxv) 主要包括约 95-58 重量% 全氟丁基甲基醚和约 5-42 重量% 五氟丙醇, 在约 732 毛下沸点约 56-58 °C 的组合物;

(xxvi) 主要包括约 89-50 重量% 全氟丁基甲基醚和约 11-50 重量% 1-溴丙烷, 在约 729 毛下沸点约 52-54 °C 的组合物;

(xxvii) 主要包括约 84-32 重量% 全氟丁基甲基醚和约 16-68 重量% 六氟-2-丙醇, 在约 729 毛下沸点约 51-53 °C 的组合物; 和

(xxviii) 主要包括约 39-10 重量% 全氟丁基甲基醚和约 61-90 重量% HCFC-225ca/cb, 在约 738 毛下沸点约 52-54 °C 的组合物。

2. 如权利要求 1 所述的共沸物状组合物, 其特征在于全氟丁基甲基醚主要包括约 95 重量% 全氟正丁基甲基醚和约 5 重量% 的全氟异丁基甲基醚, 且该组合物选自:

(i) 主要包括醚和环己烷的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 88 重量% 醚

和约 12 重量% 环己烷的共沸物馏分, 具该共沸物在约 726 千下沸点约 55 °C;

(ii) 主要包括醚和甲基环己烷的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 96 重量% 醚和约 4 重量% 甲基环己烷的共沸物馏分, 且该共沸物在约 729 千下沸点约 59 °C;

(iii) 主要包括醚和庚烷的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 95 重量% 醚和约 5 重量% 庚烷的共沸物馏分, 在约 733 千下沸点约 59 °C;

(iv) 主要包括醚和异辛烷的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 96 重量% 醚和约 4 重量% 异辛烷的共沸物馏分, 在约 734 千下沸点约 59 °C;

(v) 主要包括醚和二异丙醚的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 78 重量% 醚和约 22 重量% 二异丙醚的共沸物馏分, 在约 736 千下沸点约 57 °C;

(vi) 主要包括醚和甲基叔丁基醚的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 63 重量% 醚和约 37 重量% 甲基叔丁基醚的共沸物馏分, 在约 729 千下沸点约 52 °C;

(vii) 主要包括醚和四氢呋喃的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 79 重量% 醚和约 21 重量% 四氢呋喃的共沸物馏分, 在约 729 千下沸点约 56 °C;

(viii) 主要包括醚和丙酮的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 65 重量% 醚和约 33 重量% 丙酮的共沸物馏分, 在约 736 千下沸点约 51 °C;

(ix) 主要包括醚和反式-1,2-二氯乙烯的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 44 重量% 醚和约 56 重量% 反式-1,2-二氯乙烯的共沸物馏分, 在约 730 千下沸点约 41 °C;

(x) 主要包括醚和 1-氯丁烷的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 86 重量% 醚和约 14 重量% 1-氯丁烷的共沸物馏分, 在约 730 千下沸点约 57 °C;

(xi) 主要包括醚和 1,2-二氯丙烷的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 95 重量% 醚和约 5 重量% 1,2-二氯丙烷的共沸物馏分, 在约 732 千下沸点约 59 °C;

(xii) 主要包括醚和 2,2-二氯丙烷的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 77 重量% 醚和约 23 重量% 2,2-二氯丙烷的共沸物馏分, 在约 723 千下沸点约 56 °C;

(xiii) 主要包括醚和甲醇的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 96 重量% 醚和约 4 重量% 甲醇的共沸物馏分, 在约 735 千下沸点约 46 °C;

(xiv) 主要包括醚和乙醇的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 97 重量% 醚和约 3 重量% 乙醇的共沸物馏分, 在约 736 千下沸点约 53 °C;

(xv) 主要包括醚和 1-丙醇的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 98 重量% 醚和约 2 重量% 1-丙醇的共沸物馏分, 在约 735 千下沸点约 57 °C;

(xvi) 主要包括醚和叔丁基氯的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 46 重量

% 醚和约 54 重量% 叔丁基氯的共沸物馏分，在约 723 托下沸点约 47 °C；和

(xvii) 主要包括醚和 HCFC-225ca/cb 的组合物，当分馏时，形成主要包括约 26 重量% 醚和约 74 重量% HCFC-225ca/cb 的共沸物馏分，在约 723 托下沸点约 53 °C；

而且，醚和有机溶剂在共沸物状组合物中的浓度与这些组分在相应的共沸物中的浓度相差不超过 10 %。

3. 如权利要求 1 所述的共沸物状组合物，其特征在于醚主要包括约 35 重量% 全氟正丁基甲基醚和约 65 重量% 全氟异丁基甲基醚，且该组合物选自：

(i) 主要包括醚和甲基环己烷的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 97 重量% 醚和约 3 重量% 甲基环己烷的共沸物馏分，且该共沸物在约 743 托下沸点约 59 °C；

(ii) 主要包括醚和庚烷的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 94 重量% 醚和约 6 重量% 庚烷的共沸物馏分，且该共沸物在约 732 托下沸点约 59 °C；

(iii) 主要包括醚和异辛烷的组合物，当分馏时，形成主要包括约 96 重量% 醚和约 4 重量% 异辛烷的共沸物馏分，在约 732 托下沸点约 59 °C；

(iv) 主要包括醚和反式-1,2-二氯乙烯的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 50 重量% 醚和 50 重量% 反式-1,2-二氯乙烯的共沸物馏分，在约 740 托下沸点约 41 °C；

(v) 主要包括醚和 1-氯丁烷的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 88 重量% 醚和约 12 重量% 1-氯丁烷的共沸物馏分，在约 732 托下沸点约 57 °C；

(vi) 主要包括醚和 2-氯丁烷的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 79 重量% 醚和约 21 重量% 2-氯丁烷的共沸物馏分，在约 740 托下沸点约 55 °C；

(vii) 主要包括醚和异丁基氯的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 80 重量% 醚和约 20 重量% 异丁基氯的共沸物馏分，在约 741 托下沸点约 55 °C；

(viii) 主要包括醚和叔丁基氯的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 47 重量% 醚和约 53 重量% 叔丁基氯的共沸物馏分，在约 743 托下沸点约 48 °C；

(ix) 主要包括醚和 1,2-二氯丙烷的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 94 重量% 醚和约 6 重量% 1,2-二氯丙烷的共沸物馏分，在约 745 托下沸点约 59 °C；

(x) 主要包括醚和 2,2-二氯丙烷的组合物，当分馏时，组合物形成主要包括约 81 重量% 醚和约 19 重量% 2,2-二氯丙烷的共沸物馏分，在约 727 托下沸点约 55 °C；

(xi) 主要包括醚和二氯甲烷的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 45 重量% 醚和约 55 重量% 二氯甲烷的共沸物馏分, 在约 743 千帕下沸点约 35 °C;

(xii) 主要包括醚和甲醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 90 重量% 醚和约 10 重量% 甲醇的共沸物馏分, 在约 733 千帕下沸点约 46 °C;

(xiii) 主要包括醚和乙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 93 重量% 醚和约 7 重量% 乙醇的共沸物馏分, 在约 732 千帕下沸点约 52 °C;

(xiv) 主要包括醚和 1-丙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 97 重量% 醚和约 3 重量% 1-丙醇的共沸物馏分, 在约 729 千帕下沸点约 56 °C;

(xv) 主要包括醚和 2-丁醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 98 重量% 醚和约 2 重量% 2-丁醇的共沸物馏分, 在约 742 千帕下沸点约 58 °C;

(xvi) 主要包括醚和异丁醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 99 重量% 醚和约 1 重量% 异丁醇的共沸物馏分, 在约 742 千帕下沸点约 58 °C;

(xvii) 主要包括醚和叔丁醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 94 重量% 醚和约 6 重量% 叔丁醇的共沸物馏分, 在约 741 千帕下沸点约 56 °C;

(xviii) 主要包括醚和三氟乙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 86 重量% 醚和约 14 重量% 三氟乙醇的共沸物馏分, 在约 740 千帕下沸点约 52 °C;

(xix) 主要包括醚和五氟丙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 89 重量% 醚和约 11 重量% 五氟丙醇的共沸物馏分, 在约 740 千帕下沸点约 57 °C;

(xx) 主要包括醚和 2-六氟丙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 58 重量% 醚和约 42 重量% 2-六氟丙醇的共沸物馏分, 在约 748 千帕下沸点约 52 °C;

(xxi) 主要包括醚和 1-溴丙烷的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 74 重量% 醚和约 26 重量% 1-溴丙烷的共沸物馏分, 在约 731 千帕下沸点约 53 °C;  
和

(xxii) 主要包括醚和 HCFC-225ca/cb 的组合物, 当分馏时, 形成主要包括约 31 重量% 醚和约 69 重量% HCFC-225ca/cb 的共沸物馏分, 在约 740 千帕下沸点约 53 °C;

(xxiii) 主要包括醚和 1,1,2-三氯乙烯的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 87 重量% 醚和约 13 重量% 1,1,2-三氯乙烯的共沸物馏分, 在约 744 千帕下沸点约 58 °C;

而且, 醚和有机溶剂在共沸物状组合物中的浓度与这些组分在相应的共沸物中的浓度相差不超过 10 %。

4. 如权利要求 2-3 中任何一项所述的共沸物状组合物, 其特征在于醚和有机

溶剂在共沸物状组合物中的浓度与这些组分在相应的共沸物中的浓度相差不超过 5 %。

5. 如权利要求 2-36 中任何一项所述的共沸物状组合物, 其特征在于该共沸物状组合物是一种共沸物。

6. 将涂料沉积在基材表面上的方法, 包括向基材的至少一个表面的至少一部分涂布包括下列组分的液态涂料组合物的步骤:

(A) 如权利要求 1-5 中任何一项所述的共沸物状组合物; 和

(B) 至少一种能溶解或分散在该共沸物状组合物中的涂料。

7. 一种主要由权利要求 1-5 中任何一项所述的共沸物状组合物和涂料组成的涂料组合物。

8. 从基材表面上除去污物的方法, 包括使基材与一种或多种如权利要求 1-5 中的任何一项所述的共沸物状组合物接触, 直至污物溶解、分散或移至共沸物状组合物中, 或被共沸物状组合物所置换, 随后从基材表面上除去含有溶解、分散或置换的污物的共沸物状组合物。

9. 如权利要求 8 所述的方法, 其特征在于共沸物状组合物还包括表面活性剂, 并且基材是织物。

10. 一种包括全氟丁基甲基醚和两种或多种有机溶剂的共沸物状组合物, 其特征在于醚主要包括约 65 重量 % 全氟异丁基甲基醚和约 35 重量 % 全氟正丁基甲基醚, 该共沸物状组合物选自:

(i) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和甲醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 51.9 重量 % 醚和约 43.0 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 5.1 重量 % 甲醇的共沸物馏分, 在约 732 毛下共沸物沸点约 36 °C;

(ii) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和乙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 52.7 重量 % 醚和约 44.6 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 2.7 重量 % 乙醇的共沸物馏分, 在约 731 毛下共沸物沸点约 40 °C;

(iii) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和 1-丙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 51.1 重量 % 醚和约 48.6 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 0.3 重量 % 1-丙醇的共沸物馏分, 在约 733 毛共沸物沸点约 40 °C;

(iv) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和 2-丙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 51.7 重量 % 醚和约 47.0 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 1.3 重量 % 2-丙醇的共沸物馏分, 在约 737 毛共沸物沸点约 40 °C;

(v) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和叔丁醇的组合物, 当分馏时, 组合物

形成主要包括约 53.5 重量 % 醚和约 45.9 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 0.6 重量 % 叔丁醇的共沸物馏分, 在约 730 毛共沸物沸点约 40 °C;

(vi) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和三氟乙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 43.8 重量 % 醚和约 46.8 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 9.4 重量 % 三氟乙醇的共沸物馏分, 在约 734 毛共沸物沸点约 39 °C;

(vii) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和五氟-1-丙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 47.4 重量 % 醚和约 46.8 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 5.8 重量 % 五氟-1-丙醇的共沸物馏分, 在约 734 毛共沸物沸点约 40 °C; ;

(viii) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和六氟-2-丙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 36.3 重量 % 醚和约 44.3 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 19.4 重量 % 六氟-2-丙醇的共沸物馏分, 在约 735 毛共沸物沸点约 39 °C;

(ix) 主要包括醚、反式-1,2-二氯乙烯和乙腈的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 51.6 重量 % 醚和约 48.1 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯和约 0.3 重量 % 乙腈的共沸物馏分, 在约 728 毛共沸物沸点约 40 °C;

(x) 主要包括醚、HCFC-225ca/cb 和甲醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 45.6 重量 % 醚和约 48.6 重量 % HCFC-225ca/cb 和约 6.6 重量 % 甲醇的共沸物馏分, 在约 734 毛共沸物沸点约 46 °C; 和

(xi) 主要包括醚、HCFC-225ca/cb 和乙醇的组合物, 当分馏时, 组合物形成主要包括约 42.5 重量 % 醚和约 53.2 重量 % HCFC-225ca/cb 和约 4.3 重量 % 乙醇的共沸物馏分, 在约 735 毛共沸物沸点约 51 °C;

而且, 其中醚和有机溶剂在共沸物状组合物中的浓度与这些组分在相应的共沸物中的浓度相差不超过 10 %。

11. 如权利要求 10 所述的共沸物状组合物, 其特征在于醚和有机溶剂在共沸物状组合物中的浓度与这些组分在相应的共沸物中的浓度相差不超过 5 %。

12. 如权利要求 10 所述的共沸物状组合物, 其特征在于所述组合物是一种共沸物。

13. 将涂料沉积在基材表面上的方法, 包括向基材的至少一个表面的至少一部分涂布包括下列组分的液态涂料组合物的步骤:

(A) 如权利要求 10-12 中任何一项所述的共沸物状组合物; 和

(B) 至少一种能溶解或分散在该共沸物状组合物中的涂料。

14. 一种主要由权利要求 10-12 中任何一项所述的共沸物状组合物和涂料组成的涂料组合物。



15. 从基材表面上除去污染物的方法，包括使基材与一种或多种如权利要求 10-12 中的任何一项所述的共沸物状组合物接触，直至污物溶解、分散或移至共沸物状组合物中，或被共沸物状组合物所置换，随后从基材表面上除去含有溶解、分散或置换的污物的共沸物状组合物。

# 说明书

## 共沸物状组合物及其应用

本发明涉及共沸物和使用共沸物清洗基材、沉积涂层和传热的方法。

含氯氟烃(CFCs)和氢氯氟烃(HCFCs)作为溶剂已用于各种用途中, 如干燥、清洗(如从印刷线路板上除去焊剂残余物)和蒸气脱脂。这种物质还被用于制冷和传热过程中。起初认为这些物质是无损环境的, 但是目前已把它们与臭氧的消耗联系起来。根据蒙特利尔条约及其附件, 必须停止 CFCs 的制造和使用(参见如 P.S.Zurer, “Looming Ban on Production of CFCs, Halons Spurs Switch to Substitutes”, Chemical & Engineering News, P12, Nov 15, 1993)。除了降低臭氧消耗外, 通常要求替代物具有沸点范围适合于各种溶剂清洗应用、可燃性小和毒性低的特性。溶剂替代物还应具有同时能溶解烃类和氟烃类污垢的能力。较好的是, 替代物还应低毒性、无闪点(根据 ASTM D3278-89 测定)、在清洗应用中具有合格的稳定性、大气寿命短并且全球变暖潜能低。

某些全氟化(PFCs)和高度氟化氢氟碳(HFCs)物质已被视为在溶剂应用中的 CFC 和 HCFC 的替代物。尽管这种化合物在用于溶剂用途时一般具有足够的化学稳定性、无毒并非可燃, 但 PFCs 会持续存在于大气中, 并且在溶解或分散烃物质方面 PFCs 和 HFCs 的效果要劣于 CFCs 和 HCFCs, 同时, 与单独的 PFCs 或 HFCs 相比, PFCs 或 HFCs 与烃的混合物往往是更好的烃溶剂和烃分散剂。

许多共沸物具有使之适合于作为溶剂的性能。例如, 具有恒定沸点的共沸物在处理和使用过程中避免沸点的迁移。另外, 当将大量共沸物用作溶剂时, 由于溶剂的组成保持不变而使溶剂的性能保持恒定。还能通过蒸馏方便地回收用作溶剂的共沸物。

目前需要能替代含 CFC 和 HCFC 溶剂的共沸物或共沸物状组合物。较好的是这些组合物非可燃, 具有良好的溶剂能力, 不危害臭氧层并具有较短的大气寿命, 使得它们不会明显地导致全球变暖。

本发明的一个方面是提供一种共沸物状组合物, 它主要包括氢氟碳醚和一种或多种有机溶剂。所述氢氟碳醚可用通式  $R_fOCH_3$  表示, 其中  $R_f$  是具有 4 个碳原子的支链或直链全氟烷基, 所述醚可以是单独的化合物或支链和直链醚化合物的混合物。所述有机溶剂选自含有 6-8 个碳原子的直链、支链和环状的烷

烃；具有 4-6 个碳原子的环状和非环状的醚；具有 3 个碳原子的酮；具有 1、3 或 4 个碳原子的氯化烷烃；具有 2-3 个碳原子的氯化烯烃，具有 1-4 个碳原子的醇，具有 2-3 个碳原子部分氟化的醇，1-溴丙烷，乙腈，HCFC-225ca(1,1-二氯-2,2,3,3,3-五氟丙烷)和 HCFC-225cb(1,3-二氯-1,1,2,2,3-五氟丙烷)。当在共沸物状组合物中氢氟碳醚和有机溶剂的浓度与它们形成的共沸物中的浓度有些不同，并仍是在本发明范围内的组合物时，该共沸物状组合物的沸点与它们相应的共沸物的沸点基本相同。较好的是，在环境压力中，共沸物状组合物的沸腾温度与在相同压力下它们相应的共沸物的沸腾温度相差约在 1 °C 之内。

本发明的另一方面是提供一种清洗物体的方法，它包括使需清洗的物体与一种或多种本发明共沸物状组合物或这种组合物的蒸气接触，直至物体上不希望有的污垢或污物溶解、分散或被置换并被漂清除去。

本发明的再一个方面是还提供一种将共沸物状组合物作为涂料的溶剂或载体涂覆基材的方法。该方法包括如下步骤：向基材的至少一个表面的至少一部分涂布液态涂料组合物，所述涂料组合物包括(a)共沸物状组合物和(b)至少一种溶解或分散在共沸物状组合物中的涂料。较好的是，该方法还包括从液态涂料组合物中除去共沸物状组合物的步骤(如通过蒸发)。

本发明还提供主要由共沸物状组合物和涂料组成的涂料组合物，它适用于前面提到的涂布方法。

本发明的另一方面是提供一种使用本发明共沸物状组合物作为传热流体(如主或次传热介质)传热的方法。

下面将参照附图 1(沸点对具有不同全氟正丁基甲基醚浓度、分别含有反式-1,2-二氯乙烯和氢氟碳醚的两种组合物的  $C_4F_9OCH_3$  的体积浓度图)进一步说明本发明。

共沸物状组合物是氢氟碳醚和一种或多种有机溶剂的混合物，如果对其进行分馏，可产生氢氟碳醚和(多种)溶剂的共沸物馏分。

共沸物状组合物的沸腾温度与它们相应的共沸物的沸点基本相同。较好的是，在环境压力共沸物状组合物的沸点与在相同压力下测得的其相应共沸物的沸点相差约在 1 °C 之内，最好的是，在环境压力下共沸物状组合物的沸点与在相同压力下测得的其相应共沸物的沸点相差约在 0.5 °C 之内。

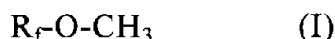
在具体共沸物状组合物中氢氟碳醚和一种或多种有机溶剂的浓度可与其在组合物相应的共沸物中的含量有很大的不同，这种允许的差异程度取决于用于制备共沸物状组合物的一种或多种有机溶剂。较好的是，在共沸物状组合物

中氢氟碳醚和有机溶剂的浓度与这些组分在环境压力下形成的共沸物中的浓度相差不超过约 10 %。更好的是, 所述浓度与这些组分在共沸物中的浓度相差不超过约 5 %。最好的是, 共沸物状组合物所含有的醚和溶剂的浓度与这些组分在环境压力形成的共沸物中的浓度相同。当醚和有机溶剂在共沸物状组合物中的浓度与在它们相应的共沸物中的浓度不同时, 在较好的组合物中醚的浓度要超过醚在共沸物中的浓度。这种组合物的易燃性可能要小于有机溶剂浓度超过其在共沸物中的浓度的共沸物状组合物的易燃性。最好的共沸物状组合物的溶剂能力不随时间而明显改变。

除了氢氟碳醚和有机溶剂以外, 本发明共沸物状组合物还可含有少量不影响形成共沸物的其它化合物。例如, 可在本发明共沸物状组合物中含有少量表面活性剂, 以改善物质(例如水、污垢或涂料如全氟聚醚润滑剂和含氟聚合物)在共沸物状组合物中的分散性或溶解性。含有 1,2-反式-二氯乙烯组分的共沸物或共沸物状组合物最好还含有约 0.25-1 重量% 硝基甲烷和约 0.05-0.4 重量% 环氧丁烷以防止 1,2-反式二氯乙烯的变质。最好的是, 这些组合物含有约 0.5 重量% 硝基甲烷和 0.1 重量% 环氧丁烷。

共沸物的特性详细描述见 Merchant 的美国专利 5,064,560(具体可参见第 4 栏, 第 7-48 行)。

用于本发明的氢氟碳醚可用下列通式表示:



在上面通式中,  $R_f$  选自具有 4 个碳原子的线型或支链全氟烷基。醚可以是具有线型或支链  $R_f$  全氟烷基的醚的混合物。例如, 含有约 95 重量% 全氟正丁基甲基醚和含有 5 重量% 全氟异丁基甲基醚和含有约 60-80 重量% 全氟异丁基甲基醚和含有 40-20 重量% 全氟正丁基甲基醚的全氟丁基甲基醚, 都适用于本发明。

可通过对  $CF_3CF_2CF_2CF_2O^-$ 、 $CF_3CF(CF_3)CF_2O^-$ 、 $C_2F_5C(CF_3)FO^-$ 、 $C(CF_3)_3O^-$  及其混合物的烷基化制备氢氟碳醚。前面提到的前三种全氟烷氧化物可通过  $CF_3CF_2CF_2C(O)F$ 、 $CF_3CF(CF_3)C(O)F$  和  $C_2F_5C(O)CF_3$  及其混合物与任何合适的无水氟离子源, 如无水碱金属氟化物(如氟化钾或氟化铯)或无水氟化银, 在无水极性、非质子性溶剂中, 在季铵化合物(如购自 Aldrich Chemical Company 的“ADOGEN 464”)的存在下反应制得。全氟烷氧化物  $C(CF_3)O^-$

可通过  $C(CF_3)_3OH$  与碱如 KOH 在无水极性、非质子性溶剂中在季铵化合物的存在下反应制得。所述醚类的一般制备方法的描述还可见法国专利 2,287,432 和德国专利 1,294,949 中。

用于制备的合适的烷基化试剂包括硫酸二烷酯(如硫酸二甲酯)、烷基卤(如甲基碘)、对甲苯磺酸烷酯(如对甲苯磺酸甲酯)、全氟链烷磺酸烷酯(如全氟甲磺酸甲酯)等。合适的极性、非质子性溶剂包括非环状的醚如乙醚、乙二醇二甲醚和二乙二醇二甲醚; 羧酸酯如甲酸甲酯、甲酸乙酯、乙酸甲酯、碳酸二乙酯、碳酸丙二酯和碳酸乙二酯; 烷基腈如乙腈; 烷基酰胺如 N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二乙基甲酰胺和 N-甲基吡咯烷酮; 烷基亚砷如二甲亚砷; 烷基砷如二甲砷、四氢噻吩和其它四氢噻吩砷类; 噁唑烷酮类如 N-甲基-2-噁唑烷酮; 及它们的混合物。

可使用无水氟化氢(Simons ECF)或  $KF \cdot 2HF$ (Phillips ECF)作为电解质由相应的烃羧酸(或其衍生物)通过电化学氟化(ECF)制得全氟化酰基氟(用于制备氢氟碳醚)。全氟化酰基氟和全氟化酮也可由全氟化羧酸酯(可用氟气直接氟化相应的烃或部分氟化的羧酸酯制得)离解制得。可在反应条件下通过全氟化酯和氟离子源的接触(参见美国专利 3,900,372(Childs)和美国专利 5,466,877(Moore)所述的方法)或者通过全氟化酯与至少一种选自气态非羟基亲核试剂、液态非羟基亲核试剂、以及至少一种非羟基亲核试剂(气态、液态或固态)和至少一种对酰化试剂惰性的溶剂的混合物的引发剂混合进行离解。

可用于离解的引发剂是那些能与全氟化酯进行亲核反应的气态或液态非羟基亲核试剂和气态、液态或固态和非羟基亲核试剂与溶剂的混合物(下面称之为溶剂混合物)。存在少量羟基亲核试剂是容许的。合适的气态或液态非羟基亲核试剂包括二烷基胺、三烷基胺、酰胺、烷基亚砷、氧化胺、噁唑烷酮、吡啶等及其混合物。合适的用于溶剂混合物中的非羟基亲核试剂包括气态或液态非羟基亲核试剂以及固态非羟基亲核试剂, 如氟化物、氰化物、氰酸盐、碘化物、氯化物、溴化物、醋酸盐、硫醇盐、烷氧化物、硫氰酸盐、叠氮化物、二氟化三甲基甲硅烷、亚硫酸氢盐和二氟化合物阴离子, 它们可以是碱金属盐、铵盐、烷基取代(单、二、三或四取代的)的铵盐、或季磷鎓盐及其混合物。这种盐一般可通过市售购得, 但是如有必要, 可用已知的方法(例如可参见 M.C.Sneed 和 R.C.Brasted 在 *Comprehensive Inorganic Chemistry*, Volume Six(The Alkali Metal),P61-64, D. Van Nostrand Company, Inc., New York(1957) 和 H.Kobler 等在 *Justus Liebigs Ann. Chem.* 1978, 1937 中所述的方法)制备之。

1,4-二氮杂二环[2,2,2]辛烷等也是合适的固体亲核试剂。

用于制备本发明共沸物状组合物的氢氟碳醚不会消耗大气中的臭氧，而且大气寿命短得惊人，从而将其对全球变暖的影响减至最小。表 1 是按照 Y.Tang, Atmospheric Fate of Various Fluorocarbons, M.S.Thesis, Massachusetts Institute of Technology(1993)所述的方法算得的氢氟碳醚的大气寿命。计算结果列于“大气寿命(年)”这一栏中。还用最高占据的分子轨道能和已知的氢氟烃和氢氟碳醚的大气寿命之间的关联(该关联类似于 Cooper 等在 Atmos. Environ. 26A, 7, 1331(1992)所述的关联)来计算氢氟碳醚和其相应的氢氟碳烷烃的大气寿命。计算结果列于表 1 中“估计的大气寿命”这一栏。使用在 Intergovernmental Panel's Climate Change: The IPCC Scientific Assessment, Cambridge University Press(1994)中所述的方程式计算氢氟碳醚的全球变暖潜能。该计算结果列于表 1 中“全球变暖潜能”这一栏。由表 1 数据可见氢氟碳醚的估计的大气寿命较短和全球变暖潜能较小。令人惊奇的是，与相应的氢氟碳烷烃相比，氢氟碳醚的估计的大气寿命亦短得多。

表 1

化合物	估计的大气寿命(年)	大气寿命(年)	全球变暖潜能(100 年 ITH)
C <sub>4</sub> F <sub>9</sub> -CH <sub>3</sub>	7.0	--	--
C <sub>4</sub> F <sub>9</sub> -O-CH <sub>3</sub>	1.9	4.1	500

适用于本发明的一般的有机溶剂包括具有 6-8 个碳原子的直链、支链和环状的烷烃(如环己烷、甲基环己烷、己烷、庚烷和异辛烷); 具有 4-6 个碳原子的环状或非环状醚类(如叔丁基甲基醚、四氢呋喃和二异丙醚); 具有 3 个碳原子的酮(如丙酮); 具有 1、3 或 4 个碳原子氯代烷烃(如二氯甲烷、1,2-二氯丙烷、2,2-二氯丙烷、叔丁基氯、异丁基氯、2-氯丁烷和 1-氯丁烷); 具有 2-3 个碳原子的氯化烯烃(如顺式-1,2-二氯乙烯、1,1,2-三氯乙烯、反式-1,2-二氯乙烯和 2,3-二氯-1-丙烯); 具有 1-4 个碳原子的醇类(如甲醇、乙醇、1-丙醇、2-丙醇、异丁醇、叔丁醇、2-丁醇); 具有 2-3 个碳原子的氟化醇类(如三氟乙醇、五氟丙醇和六氟-2-丙醇)、1-溴丙烷、乙腈和分别为 55 重量%/45 重量%的 HCFC-225ca 和 HCFC-225cb 的混合物。

可将一种或多种有机溶剂与全氟丁基甲基醚混合来制备共沸物或共沸物状组合物。这些共沸物或共沸物状组合物的各种例子将在实施例中描述。

当将具有 1-3 个碳原子的非卤化醇(即甲醇、乙醇、1-丙醇和异丙醇)与醚混合制备共沸物或共沸物状组合物时，醚的异构体组分会对共沸物组合物产生

一些影响。但是，即使在这些混合物中，由这些组分形成的共沸物的沸点也是基本相同的。

较好的是，共沸物状组合物是均匀的。也就是说，在环境条件(即室温和大气压力)下它们形成单相。

共沸物状组合物是用常规混合方法将要求量的氢氟碳醚、一种或多种有机溶剂和任何其它微量的组分(如表面活性剂)混合后制得的。

本发明的清洗方法是通过将本发明共沸物状组合物中的一种与受污染的基材接触，直至基材上的污物溶解、分散或移至共沸物状组合物中，或被共沸物状组合物所置换，随后从基材上除去含有溶解、分散或置换的污物的共沸物状组合物(例如，用新的未受污染的共沸物状组合物漂清基材，或取出浸在共沸物状组合物浴中的基材并使受污染的共沸物状组合物从基材上流走)而得到实施的。可使用蒸气状或液态(或液浴)的共沸物状组合物，并可采用任何已知的对基材进行“接触”的技术。例如，可将液态的共沸物状组合物喷于或刷涂于基材上，可将共沸物状组合物蒸气吹过基材，或者将基材浸入共沸物状组合物的蒸气或液体中。可使用升温、超声波和/或搅拌来便于清洗。各种不同的溶剂清洗方法可参见 B.N.Ellis 的 *Cleaning and Contamination of Electronics Components and Assemblies*, Electrochemical Publications Limited, Ayr, Scotland, P182-94(1986)。

有机和无机基材都可用本发明方法进行清洗。基材的代表性例子包括金属；陶瓷；玻璃；聚合物如聚碳酸酯、聚苯乙烯、和丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物；天然纤维(及其织物)如棉、绸、亚麻、羊毛、苧麻；毛皮；皮革和小山羊皮；合成纤维(及其织物)如聚酯、胶粘纤维、丙烯酸类、尼龙、聚烯烃、醋酸酯类、三醋酸酯类及其混纺物；含有天然和合成纤维混纺物的织物；和前面所述材料的复合物。本方法特别适用于电子元件(如线路板)、光或磁介质以及医疗仪器和医用制品(如注射器、外科设备、植入装置和假肢)的精密清洗。

可使用本发明清洗方法从基材表面上溶解或除去大部分污物。例如，可清除轻质烃污物；高分子量烃污物如矿物油、油脂、切割和冲压油和蜡；氟碳污染物如全氟聚醚类、溴三氟乙烯低聚物(回转流体)、和氯三氟乙烯低聚物(水力流体，润滑剂)；硅油和油脂；焊剂；颗粒；和在精密、电子、金属和医用装置的清洗中遇到的其它污物。本方法特别适用于除去烃污物(特别是轻质烃油)、氟烃污物、颗粒和水(参见下一段的描述)。

为了从基材表面置换或除去水，可按 Flynn 等的美国专利 5,125,978 所述，

使制品的表面与最好含有非离子含氟脂族表面活性剂的共沸物状组合物接触，以实施本发明清洗方法。将湿的制品浸入液态共沸物状组合物中，并进行搅拌，从共沸物状组合物中分离被置换的水，并从液体共沸物状组合物中取出最终的无水制品。另外，所述方法和可被处理的制品的进一步描述可参见所述的美国专利 5,125,978，还可根据美国专利 3,903,012(Brandreth)所述的方法实施本方法。

还可将共沸物状组合物用于涂料沉积应用中，此时将共沸物状组合物作为载体，使涂料能沉积在基材表面上。因此本发明还提供一种包括共沸物状组合物的涂料组合物，和使用共沸物状组合物将涂料沉积在基材表面上的方法。所述方法包括向基材的至少一个表面的至少一部分涂布液体涂料组合物的涂层的步骤，所述涂料组合物包括(a)共沸物状组合物，和(b)可溶解或可分散于所述共沸物状组合物中的至少一种涂料。所述涂料组合物还可包括一种或多种添加剂(如表面活性剂、着色剂、稳定剂、抗氧剂、阻燃剂等)。较好的是，本方法还包括通过例如蒸发(加热或真空有助于蒸发)从沉积的涂层中除去共沸物状组合物的步骤。

可用本方法沉积的涂料包括颜料、润滑剂、稳定剂、粘合剂、抗氧剂、染料、聚合物、药剂、剥离剂、无机氧化物等及其混合物。较好的涂料包括全氟聚醚、烃和硅氧烷润滑剂；四氟乙烯的无定形共聚物；聚四氟乙烯及其混合物。适用于本方法涂料的代表性例子有二氧化钛、氧化铁、氧化镁、全氟化聚醚、聚硅氧烷、硬脂酸、丙烯酸粘合剂、聚四氟乙烯、聚四氟乙烯的无定形共聚物和它们的混合物。上面(在清洗应用中)提到的任何基材都可用本发明方法进行涂覆。本方法特别适用于用全氟聚醚润滑剂涂覆磁性硬盘或电气插头，或者用硅氧烷润滑剂涂覆医疗仪器。

为了形成涂料组合物，可使用用于溶解、分散或者乳化涂料的任何常规的混合方法(如机械搅拌、超声波搅拌、人工搅拌等)混合组合物的组分(即所使用的共沸物状组合物、一种或多种涂料和一种或多种任何添加剂)。可根据要求的涂层厚度以任何比例混合共沸物状组合物和一种或多种涂料，但是在大部分涂料应用中所述一种或多种涂料最好约占涂料组合物的 0.1-10 重量%。

可使用任何常规的方法将涂料组合物涂布至基材上来实施本发明的沉积方法。例如，可将组合物刷涂或喷涂(如作为气溶胶)在基材上，或者旋转涂覆基材。较好的是，将基材浸渍在组合物中进行涂覆。可使用任何合适的温度和以任何方便的浸渍时间进行浸渍。如果基材是管子(如导液管)，要求保证用组



合物涂覆内腔壁，则最好通过减压将组合物吸入内腔。

将涂料涂布在基材上以后，可通过蒸发从沉积的涂层上除去共沸物状组合物。如有必要，可通过减压或温热来加快蒸发速率。涂层可以是任何常规的厚度，在实践中，厚度是由诸如涂料的粘度、涂布涂料的温度和取出时的速度(如果使用浸渍方法)这些因素决定的。

通过下列实施例将进一步说明本发明的目的和优点，但是在这些实施例中的具体材料和用量以及其它条件和细节不应被视为对本发明的过分限制。除非另有说明，否则所有的重量都以克为单位，所有的百分数都是重量百分数。

## 实施例

### 实施例 1-2

用于制造后面实施例中描述的共沸物状组合物的全氟丁基甲基醚的制备如下。

制备醚“ A ” 用于制备某些下面实施例中的共沸物状组合物的醚 A 制备如下。

在美国专利 2,713,593(Brice 等)和在 Preparation, Properties and Industrial Applications of Organofluorine Compounds, R.E.Banks, ed, John Wiley and son s, New York, 1982, pp19-43 所述类型的 Simons ECF 槽中, 电化学氟化正丁酰氟(纯度>99 %)制得全氟化正丁酰氟(用于制备醚 A 的反应试剂)。

将由 Simons 槽中获得的气体产物冷却至-62 °C (-80°F), 产生分相。将上层 HF 相再循环至 ECF 槽, 收集下层产物相。

产物相是一种约大于 73.5%全氟正丁酰氟、 3.5%全氟异丁酰氟和 23 % 全氟化的惰性环状化合物的混合物。该产物相不必进一步纯化即用于随后的烷基化。

在装有搅拌器和冷却系统的 20 加仑的 Hastalloy C 反应器中加入 6kg(103.1mol)喷雾干燥的氟化钾。将该反应器密封, 并使反应器内部的压力减小至低于 100 托。然后向该反应器中加入无水二甲基甲酰胺(25.1kg), 在持续搅拌下将反应器冷却至 0 °C 以下。向反应器中加入上述全氟丁酰氟 产物(25.1kg, 67.3mol)。当反应器的温度达到-20 °C 时, 在约两小时期间向反应器中加入硫酸二甲酯(12.0kg, 95.1mol)。然后使得到的混合物在持续搅拌下保持 16 小时, 升温至 50 °C 再保持四小时, 促使反应完成, 随后冷却至 20 °C。然后在三小时期间从反应器中排出挥发物(主要是存在于原料全氟丁酰氟中的全氟氧

杂环戊烷)。然后打开反应器，向反应器中缓慢加入水(6.0kg)。水和未反应的全氟丁酰氟的放热反应减弱之后，将反应器冷却至 25 °C，并将反应器内的物料搅拌 30 分钟。缓慢释放反应器的压力，排出含生成的产物的下层有机相，得到 22.6kg 产物。粗产物用 68 % KOH 水溶液在 60 °C 处理过夜，加入水并共沸蒸馏产物。得到的馏出液分相，将产物相用 2 英尺(61cm)Oldershaw 柱分馏。分析显示该产物为约 95 重量 % 全氟正丁基甲基醚和 5 重量 % 全氟异丁基甲基醚。产物在 734.3 毛时沸点为 59 °C。用 GCMS 和 <sup>1</sup>H、<sup>19</sup>F NMR 及 IR 确认产物。

制备醚“B” 在如上所述的 Simons ECF 槽中，氟化异丁酸酐(纯度>99 %)制备全氟化异丁酰氟(用于制备醚 B 的反应试剂)。形成约含 56 重量 % 全氟异丁酰氟、24 重量 % 全氟正丁酰氟和 20 重量 % 氟化惰性产物的全氟丁酰氟产物。

向 100 加仑的 Hastalloy 反应器中加入喷雾干燥的氟化钾(48 磅，375mol)、无水二甘醇二甲醚(307 磅)、Adogen™464(3.4 磅，3.2mol)、三乙胺(12 磅，53.9mol)和上述全氟丁酰氟产物(190 磅，319mol，过量)。在 75°F 搅拌的同时，向反应器中泵入硫酸二甲酯(113 磅，407mol)。将反应器在 104°F 保持约 2 小时，随后加热至 140°F 并使之反应过夜。

然后向反应器中加入 20 重量 % 氢氧化钾水溶液(123 磅)以中和未反应的硫酸二甲酯，在 70°F 在溶液 pH 大于 13 时将溶液搅拌 30 分钟。向溶液中加入氟化氢水溶液直至 pH 达到 7 至 8。从反应混合物中蒸馏出产物全氟丁基甲基醚馏分。馏出物用水洗涤以除去甲醇，随后分馏以进一步纯化所需的产物。该方法形成约 65 % 全氟异丁基甲基醚和 35 % 全氟正丁基甲基醚的产物，在 734.2 毛下沸点约 59 °C。产物用 GCMS、<sup>1</sup>H 和 <sup>19</sup>F NMR 及 IR 得到确认。

### 实施例 3-48

#### 共沸组合物的制备和鉴定：沸点升高计方法

用沸点升高计或沸点测定器(具体型号为 MBP-100，购自 Cal-Glass for Research, Inc., Costa Misa California)筛选氢氟碳醚和各种有机溶剂混合物以对本发明共沸物进行初步鉴定。将试验混合物的低沸点组分(通常为 25 至 30ml)加入沸点测定器中，加热，并在其沸点达到平衡(通常约为 30 分钟)。达到平衡之后，记录沸点，向该沸点测定器中加入 1.0ml 等分的高沸点组分，使形成的混合物平衡约 30 分钟，此时记录沸点。基本上按上述方法继续进行测定，每

隔 30 分钟向试验混合物中加入 1.0ml 高沸点组分, 直至加入 15 至 20ml 高沸点组分。当试验混合物的沸点低于试验混合物中最低沸点组分的沸点时, 表明存在共沸物。测定对应于上述沸点的组成。然后以组合物中有机溶剂组成(体积%)对沸点作图。然后从图中确定出在其相应的共沸物的沸点 1 °C 以内的温度下沸腾的共沸物状组合物, 该组成数据(以重量%计)以及对应于该组成的沸点范围(以组合物沸点和共沸物沸点之差表示)列于表 2。

用于制备在这些实施例中所述的共沸物状组合物的有机溶剂购自 Aldrich Chemical Company 和 Fluka Chemical Company, 但是 HCFC-225ca/cb 以 AK-225 的商品名(45 重量% HCFC-225ca, 即  $C_2F_5CHCl_2$ , 和 55 重量% HCFC-225cb, 即  $CF_2ClCF_2CHClF$ )购自旭硝子 Company。

表 2

实施 例	有机溶剂	溶剂浓度 (重量%)	醚浓度 (重量%)	沸点 (°C)	压力 (托)
3	环己烷:醚 A	4.9-38.8	95.1-61.2	55.0	735.2
4	环己烷:醚 B	4.9-38.8	95.1-61.2	-	-
5	甲基环己烷:醚 A	1.0-16.6	99-83.4	58.6	728.6
6	甲基环己烷:醚 B	1.0-16.6	99.0-83.4	-	-
7	己烷:醚 A	7.3-55.6	92.7-44.4	52.1	735.8
8	庚烷:醚 A	1.0-14.4	98.6-85.6	58.7	732.3
9	庚烷:醚 B	1.0-14.4	98.6-85.6	-	-
10	异辛烷:醚 A	0.9-11.5	99.1-88.5	58.9	738.5
11	异辛烷:醚 B	0.9-11.5	99.1-88.5	-	-
12	二异丙醚:醚 A	3.0-34.4	97.0-65.6	57.0	736.5
13	甲基叔丁基醚:醚 A	21.0-78.3	79.0-21.7	51.2	723.2
14	四氢呋喃:醚 A	7.5-58	92.5-42.0	55.3	725.4
15	丙酮:醚 A	13.6-66.5	86.4-33.5	50.3	728.5
16	反式-1,2-二氯乙烯:醚 A	24.6-83.8	75.4-16.2	40.7	727.5
17	反式-1,2-二氯乙烯:醚 B	24.6-82.6	75.4-17.4	40.3	729.3
18	顺式-1,2-二氯乙烯:醚 B	28.0*-70.8	72.0-29.2	52.2	741.0
19	1,1,2-三氯乙烯:醚 B	2.0-31.5	98.0-68.5	57.8	736.5
20	1-氯丁烷:醚 A	3.0-31.7	97.0-68.3	57.0	728.4

21	1-氯丁烷:醚 B	3.0-31.7	97.0-68.3	-	-
22	2-氯丁烷:醚 B	6.7-44.6	93.3-55.4	55.0	736.9
23	异丁基氯:醚 B	6.1-38	93.9-62.0	54.6	730.3
24	叔丁基氯:醚 A	28.3-86.7	71.7-13.3	47.0	732.8
25	叔丁基氯:醚 B	28.3-86.7	71.7-13.3	-	-
26	1,2-二氯丙烷:醚 A	1.5-17.9	98.5-82.1	58.9	724.1
27	1,2-二氯丙烷:醚 B	1.5-17.9	98.5-82.1	-	-
28	2,2-二氯丙烷:醚 A	8.2-42.9	91.8-57.1	55.9	734.6
29	2,2-二氯丙烷:醚 B	8.2-42.9	91.8-57.1	-	-
30	二氯甲烷:醚 B	17.5-92.1	82.5-7.9	34.5	736.6
31	甲醇:醚 A	3.3-48.4	96.7-51.6	-	-
32	甲醇:醚 B	3.3-48.4	96.7-51.6	45.8	732.8
33	乙醇:醚 A	2.7-30.0	97.3-70.0	-	-
34	乙醇:醚 B	2.7-30.0	97.3-70.0	51.8	727.6
35	2-丙醇:醚 A	1.6-39.0	98.4-61.0	-	-
36	2-丙醇:醚 B	1.6-39.0	98.4-61.0	54.4	724.9
37	1-丙醇:醚 A	1.9-34.0	98.1-66.0	-	-
38	1-丙醇:醚 B	1.9-34.0	98.1-66.0	56.6	732.7
39	2-丁醇:醚 B	1.1-24.8	98.9-75.2	58.3	742.3
40	异丁醇:醚 B	1.1-27.7	98.9-72.3	58.1	729.5
41	叔丁醇:醚 B	1.6-22.1	98.4-77.9	56.4	739.4
42	三氟乙醇:醚 B	5.5-40.8	94.5-59.2	52.1	721.6
43	五氟丙醇:醚 B	5.0-42.1	95.0-57.9	56.8	731.5
43a	六氟-2-丙醇:醚 B	15.7-68.5	84.3-31.5	52.1	729.1
44	1-溴丙烷:醚 B	11.0-50.4	89.0-49.6	53.3	728.9
45	乙腈:醚 A	2.1-22.0	97.9-78.0	-	-
46	乙腈:醚 B	2.1-22.0	97.9-78.0	55.7	730.7
47	HCFC-225ca/cb:醚 A	60.8-90.3	39.2-9.7	-	-
48	HCFC-225ca/cb:醚 B	60.8-90.3	39.2-9.7	53.1	738.3

\*端点是估计值，估计时假定曲线是对称的。

## 实施例 49-94

### 用蒸馏方法制备共沸物状混合物及其特性

对在沸点升高计方法中沸点下降的氢氟碳醚和一种或多种有机溶剂的混合物再进行评价以更精确测定共沸物的组成。制得这些氢氟碳和有机溶剂的混合物并在同轴管蒸馏柱(9333 型, 购自 Ace Glass, Vibeland New Jersey), 在完全回流下使蒸馏至少平衡 60 分钟。在各次蒸馏中, 使蒸馏柱在液体回流比为 20:1 的条件下操作, 截取 6 份连续的馏出液试样, 每份约为液体总量的 5 体积 %。随后用带 30m HP-5 毛细管柱(交联的 5 % 苯基甲基硅橡胶固定相)、30m Stabilwax DA™柱(Alltech Assoc)或 30m Carbograph I™(Alltech Assoc)和火焰离子探测器的 HP-5890 系列 II Plus 气相色谱仪(惠普)分析馏出液试样的组成。用精度约为 1 °C 的热电偶测定馏出液的沸点。组成数据、沸点和测量沸点时的环境压力列于表 3。

在某些情况下, 分别使用醚 A 和醚 B 与相同的有机溶剂一起制备共沸物。在这种情况下, 使用 t 试验(95 % 置信水平)计算和分析共沸物组分的平均浓度和标准偏差, 以测定用醚 A 和醚 B 制得的共沸物组合物是否具有明显的统计偏差, 或是否可认为来自同一组。t 试验表明组合物来自同一组, 对整个组(即醚 A 和醚 B 共沸物的数据)计算平均值和标准偏差, 该平均值也列于表中。

将小部分共沸物置于敞口铝碟上, 用火源与铝碟上方的共沸物蒸气接触以试验共沸物的可燃性。在蒸气中火焰蔓延表明共沸物是易燃的。易燃性数据列于表 3 中“可燃性”这一栏。使用类似于 ASTM D3278-89 试验方法 B 的方法测定所选择组分的闪点。用固态 CO<sub>2</sub> 代替试验方法 B 中用于冷却试样的铝冷却块冷却试样。评价结果列于表 3 中“闪点”这一栏。

表 3

实施例	有机溶剂:醚	醚浓度 (重量 %)	有机溶剂 浓度(重量 %)	沸点 (°C)	环境压力 (托)	可燃 性	闪点
49	环己烷:醚 A	88.0	12.0±3.6	54	737.5	是	-
50	甲基环己烷:醚 A	95.9	4.1±0.9	58	734.4	不	无
51	甲基环己烷:醚 B	96.9	3.1±0.3	59	737.5	不	无
52	己烷:醚 A	78.9	21.1±1.5	51	730.5	是	-
53	庚烷:醚 A	95.2	4.8±0.9	57	724.8	不	无
54	庚烷:醚 B	94.4	5.6±0.3	59	729.4	是	-

55	异辛烷:醚 A	96.1	3.9±1.2	58	724.8	不	无
56	异辛烷:醚 B	96.3	3.7±0.9	58	730.6	不	无
57	二异丙醚:醚 A	78.3	21.7±2.1	56	730.5	是	-
58	甲基叔丁基醚:醚 A	63.2	36.8±3.3	51	738.2	是	-
59	四氢呋喃:醚 A	79.4	20.6±1.8	55	738.2	是	-
60	丙酮: 醚 A	65.0	35.0±1.5	51	736.2	是	-
61	反式-1,2-二氯乙烯:醚 A	44.1	55.9±12.3	40	732.9	不	无
62	反式-1,2-二氯乙烯:醚 B	50.3	49.7±1.2	40	729.3	不	无
63	顺式-1,2-二氯乙烯:醚 B	65.7	34.3±0.6	50	741.2	不	无
64	1,1,2-三氯乙烯:醚 B	86.8	13.2±0.6	58	743.5	不	无
65	1-氯丁烷:醚 A	86.4	13.6±1.5	56	738.0	是	-
66	1-氯丁烷:醚 B	87.8	12.2±1.5	56	734.2	是	-
67	2-氯丁烷:醚 B	79.3	20.7±0.3	56	740.6	是	-
68	异丁基氯:醚 B	80.0	20.0±0.1	55	741.2	是	-
69	叔丁基氯:醚 A	46.2	53.8±0.6	47	732.6	是	-
70	叔丁基氯:醚 B	47.3	52.7±0.6	47	729.3	是	-
71	1,2-二氯丙烷:醚 A	95.0	5.0±0.6	58	734.4	不	无
72	1,2-二氯丙烷:醚 B	94.5	5.5±0.3	59	744.7	不	无
73	2,2-二氯丙烷:醚 A	77.2	22.8	55	735.6	不	无
74	2,2-二氯丙烷:醚 B	81.2	18.8±0.3	55	727.4	不	无
75	二氯甲烷:醚 B	44.9	55.1±0.6	35	742.3	不	无
76	甲醇:醚 A	96.3	3.7±0.9	45	738.6	不	无
77	甲醇:醚 B	89.6	10.4±1.2	45	729.4	是	-
78	乙醇:醚 A	97.0	3.0±0.3	51	726.0	不	无
79	乙醇:醚 B	93.4	6.6±0.6	53	740.0	是	-
80	2-丙醇:醚 A	96.8	3.2±0.6	54	723.3	不	无
81	2-丙醇:醚 B	93.3	6.7±0.9	54	730.6	不	无
82	1-丙醇: 醚 A	98.4	1.6±0.1	56	738.9	不	无
83	1-丙醇:醚 B	97.4	2.6±0.3	58	739.8	不	无
84	2-丁醇: 醚 B	98.0	2.0±0.6	60	728.6	不	无
85	异丁醇:醚 B	98.8	1.2±0.3	60	728.6	不	无

86	叔丁醇:醚 B	93.8	6.2±0.1	58	743.2	不	无
87	三氟乙醇:醚 B	85.6	14.4±0.6	40	738.3	不	无
88	五氟丙醇:醚 B	88.6	11.4±0.3	42	738.3	不	无
89	六氟-2-丙醇:醚 B	57.5	42.5±0.6	54	741.8	不	无
90	1-溴丙烷:醚 B	74.2	25.8±0.1	54	730.8	不	无
91	乙腈:醚 A	92.0	8.0±0.3	57	732.9	不	无
92	乙腈:醚 B	93.3	6.7±0.1	57	742.9	不	无
93	HCFC-225ca/cb:醚 A	26.4	73.6	53	735.6	不	无
94	HCFC-225ca/cb:醚 B	30.6	69.4±4.2	53	734.2	不	无

#### 实施例 95-140

根据美国专利 5,275,669(Van Der Puy 等)所述的方法试验一系列共沸物对高分子量烃的溶解能力。通过测定在具体共沸物中具有 50 体积% 溶解程度的最大的正烷烃, 获得表 4 所列的数据。在室温和共沸物的沸点下测定烃在共沸物中的溶解度。数据列于表 4。在表 4 中在“烃@RT”和“烃@BP”栏下方的数字分别表示在室温和在共沸物的沸点下, 溶解于各种共沸物中的最大的正烷烃的碳原子数。

制备共沸物并用耐温探测器测量其沸点。这些测量的精度在约 0.2 °C 之内, 数据列于表 4。

由表 4 的数据可见烷烃易溶于本发明共沸物状组合物中, 因此所述共沸物状组合物是本发明清洗方法的优良溶剂。这些组合物还可作为溶剂用于将烃涂层(如润滑剂涂层)沉积在基材表面上。

表 4

实 施 例	有机溶剂:醚	醚的 浓度 (重量%)	有机溶剂 浓度 (重量%)	烃@RT (#碳原子)	烃@BP (#碳原子)	共沸物 沸点 (°C)	环境 压力 (托)
95	环己烷:醚 A	88.0	12.0±3.6	10	13	54.6	725.6
96	甲基环己烷:醚 A	95.9	4.1±0.9	9	12	58.7	728.8
97	甲基环己烷:醚 B	96.9	3.1±0.3	9	12	58.5	743.1
98	己烷:醚 A	78.9	21.1±1.5	11	15	52.2	729.1
99	庚烷:醚 A	95.2	4.8±0.9	10	12	58.8	733.2

100	庚烷:醚 B	94.4	5.6±0.3	10	13	58.5	731.9
101	异辛烷:醚 A	96.1	3.9±1.2	10	13	59.4	734.2
102	异辛烷:醚 B	96.3	3.7±0.9	10	12	58.6	732.0
103	二异丙醚:醚 A	78.3	21.7±2.1	12	18	57.4	736.0
104	甲基叔丁基醚:醚 A	63.2	36.8±3.3	19	>24	51.6	728.8
105	四氢呋喃:醚 A	79.4	20.6±1.8	14	>17	55.6	729.4
106	丙酮: 醚 A	65.0	35.0±1.5	14	18	50.7	735.6
107	反式-1,2-二氯乙烯:醚 A	44.1	55.9±12.3	18	19	40.9	729.9
108	反式-1,2-二氯乙烯:醚 B	50.3	49.7±1.2	16	19	40.8	739.5
109	顺式-1,2-二氯乙烯:醚 B	65.7	34.3±0.6	14	19	54.9	740.6
110	1,1,2-三氯乙烯:醚 B	86.8	13.2±0.6	10	14	57.9	743.5
111	1-氯丁烷:醚 A	86.4	13.6±1.5	11	14	57.1	730.1
112	1-氯丁烷:醚 B	87.8	12.2±1.5	11	14	56.7	731.5
113	2-氯丁烷:醚 B	79.3	20.7±0.3	12	16	55.1	740.3
114	异丁基氯:醚 B	80.0	20.0±0.1	12	15	54.9	740.7
115	叔丁基氯:醚 A	46.2	53.8±0.6	20	>24	47.2	722.6
116	叔丁基氯:醚 B	47.3	52.7±0.6	20	>24	47.6	743.2
117	1,2-二氯丙烷:醚 A	95.0	5.0±0.6	10	13	59.2	731.5
118	1,2-二氯丙烷:醚 B	94.5	5.5±0.3	10	13	58.9	744.7
119	2,2-二氯丙烷:醚 A	77.2	22.8	12	16	55.9	723.0
120	2,2-二氯丙烷:醚 B	81.2	18.8±0.3	12	15	55.4	727.4
121	二氯甲烷:醚 B	44.9	55.1±0.6	19	24	34.7	743.3
122	甲醇:醚 A	96.3	3.7±0.9	10	11	46.5	734.9
123	甲醇:醚 B	89.6	10.4±1.2	10	11	45.8	732.9
124	乙醇:醚 A	97.0	3.0±0.3	10	12	52.6	735.6
125	乙醇:醚 B	93.4	6.6±0.6	10	13	52.0	732.5
126	2-丙醇:醚 A	96.8	3.2±0.6	10	12	55.5	735.8
127	2-丙醇:醚 B	93.0	7.0±0.9	10	13	54.7	737.3
128	1-丙醇: 醚 A	98.4	1.6±0.3	10	12	57.4	734.8
129	1-丙醇:醚 B	97.4	2.6±0.3	10	12	56.2	729.2
130	2-丁醇: 醚 B	98.0	2.0±0.6	10	12	58.1	741.6



131	异丁醇:醚 B	98.8	1.2±0.3	9	12	58.3	742.5
132	叔丁醇:醚 B	93.8	6.2±0.1	10	13	55.8	741.2
133	三氟乙醇:醚 B	85.6	14.4±0.6	8	10	52.5	740.4
134	五氟丙醇:醚 B	88.6	11.4±0.3	8	11	56.6	740.2
135	六氟-2-丙醇:醚 B	57.5	42.5±0.6	7	9	52.5	747.6
136	乙腈:醚 A	92.0	8.0±0.3	9	12	54.4	728.8
137	乙腈:醚 B	93.3	6.7±0.1	9	13	55.7	740.5
138	HCFC-225ca/cb:醚 A	26.4	73.6	19	>24	53.1	723.3
139	HCFC-225ca/cb:醚 B	30.6	69.4±4.2	19	>24	53.3	740.4
140	1-溴丙烷:醚 B	74.2	25.8±0.1	12	15	53.0	723.9

### 实施例 141-151

下列实施例描述含有醚 B 和两种有机溶剂的共沸物的制备。

用实施例 49-94 所述的蒸馏方法测定共沸组合物, 用实施例 95-140 所述的方法测量它们的沸点并用实施例 95-140 所述的方法测量它们的清洗能力。结果列于表 5。

所含的各种组分与表 5 共沸物所含组分相差约在 10 % 之内的共沸物状组合物是本发明可用的共沸物状组合物, 并且具有许多用途, 如作为清洗溶剂、涂料组合物的溶剂和干燥剂。

表 5

实施 例	组分	重量 %	沸点 (°C)	压力 (托)	烃@RT (#碳原子)	烃@BP (#碳原子)	可燃 性
141	醚 B	51.9	36.3	732.2	15	18	是
	1,2-反式二氯乙烯	43.0±2.4					
	甲醇	5.1±2.4					
142	醚 B	52.7	39.6	731.2	15	18	不
	1,2-反式二氯乙烯	44.6±2.4					
	乙醇	2.7±0.6					
143	醚 B	51.1	40.5	732.9	15	18	不
	1,2-反式二氯乙烯	48.6±2.7					
	1-丙醇	0.3±0.9					

144	醚 B 1,2-反式二氯乙烯 2-丙醇	51.7 47.0±2.4 1.3±0.6	40.5	736.7	15	18	不
145	醚 B 1,2-反式二氯乙烯 叔丁醇	53.5 45.9±11.7 0.6±0.6	40.3	729.5	15	19	不
146	醚 B 1,2-反式二氯乙烯 三氟乙醇	43.8 46.8±0.3 9.4±0.3	38.9	734.1	9	12	不
147	醚 B 1,2-反式二氯乙烯 五氟-1-丙醇	47.4 46.8±1.5 5.8±1.8	40.4	733.7	14	18	不
148	醚 B 1,2-反式二氯乙烯 六氟-2-丙醇	36.3 44.3±0.3 19.4±11.7	39.2	735.2	11	15	不
149	醚 B 1,2-反式二氯乙烯 乙腈	51.6 48.1 0.3	40.3	728.2	15	19	不
150	醚 B HCFC-225ca/cb 甲醇	45.6 48.6±1.8 6.6±0.3	45.8	733.5	14	17	不
151	醚 B HCFC-225ca/cb 乙醇	42.5 53.2±1.2 4.3±0.1	51.0	735.0	16	21	不

### 实施例 152

下列实施例说明使用本发明共沸组合物中的一种作为溶剂或萃取介质。

将根据美国专利 4,726,989 的实施例 10 所述方法制得的充有矿物油的聚丙烯微孔膜片切割成 1.5 × 3.0cm 的试条并称量。

随后将充满油的试条浸入约 30ml 醚 B，或者浸入约 30ml 由 50 重量 % 醚 B 和 50 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯组成的共沸物状组合物中。将试样分别在各自的溶剂或萃取介质中轻轻搅拌约 1 分钟，随后取出风干。接着称重试样以测

定用醚 B 和含醚 B 的共沸物状组合物所除去的油量。在每克膜片上醚 B 除去  $0.026 \pm 0.006$ g 油，而在每克膜片上共沸物状组合物除去  $0.379 \pm 0.015$ g 油。这个数据证明与单独使用醚 B 相比，一些本发明的共沸物状组合物是更有效的溶剂或萃取介质。

### 实施例 153

本实施例说明本发明共沸物状组合物可被用于工业干洗方法中。

向四个 30ml 的玻璃螺旋盖小瓶中加入如下物料：

(1) 约 40g 醚 B 和 10 滴(0.24g)SECAPUR DRY-MASTER™ 干洗剂(一种阳离子干洗剂，市售购自 Buesing & Fasch GmbH & Co-Reinigungs-u. Veredelungstechnik of Oldenburg, Germany)；

(2) 约 40g 醚 B 和 10 滴(0.24g)SECAPUR PERFECT™ 干洗剂(一种阴离子干洗剂，市售购自 Buesing & Gasch GmbH)；

(3) 40g 50 重量 % 醚 B 和 50 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯的混合物，和约 10 滴(0.24g)SECAPUR DRY-MASTER™ 干洗剂；和

(4) 40g 50 重量 % 醚 B 和 50 重量 % 反式-1,2-二氯乙烯的混合物，和约 10 滴(0.24g)SECAPUR PERFECT™ 干洗剂。

用手振摇这些小瓶并肉眼观察以确定洗涤剂在醚或共沸物状组合物中的溶解度。醚 B 对任何一种洗涤剂都不溶解，而共沸物状组合物可溶解两种洗涤剂。加入 10 滴 SECAPUR DRY-MASTER™ 洗涤剂可使含有共沸物状组合物和 SECAPUR DRY-MASTER™ 洗涤剂的瓶子稍浑浊。但是，5 滴(0.12g)SECAPUR DRY-MASTER™ 洗涤剂可完全溶解在共沸物状组合物中。

对上述洗涤剂/共沸物状组合物的溶液作为用于被脏电动机油弄脏的白色棉纤维样布的干洗剂进行评价。将脏电动机油倒在几块  $1.5 \times 1.5$ cm 棉织物样布上，随后将这些样布在 500g 重物下放置 3 小时使机油完全渗入该织物。接着将这些被弄脏的样布放入分别含有上述洗涤剂/共沸物状组合物的多个容器中，将这些容器盖上盖子并振摇约 2 分钟。取出样布并风干，将它们与未弄脏的样布进行目测比较。观察到两种含洗涤剂的组合物都能从样布上完全除去油污。

### 实施例 154-156

在下列实施例中，测定由反式 1,2-二氯乙烯和具有不同全氟化正丁基甲基

醚和全氟化异丁基甲基醚相对比例的氢氟碳醚制成的共沸物的组合物。

制得 25ml 反式-1,2-二氯乙烯和具有表 6 所规定的全氟化正丁基甲基醚和全氟化异丁基甲基醚相对比例的氢氟碳醚的混合物。使用具有 40 理论塔板数(宣称的)的 Ace Glass 9333 同轴管蒸馏柱对各种混合物进行蒸馏。在各次蒸馏中,在完全回流下使蒸馏柱平衡 1 小时。随后将回流比调整至 20:1,接着,从接受器中提取六个 1ml 蒸馏液试样。使用带惠普 HP-5 毛细管色谱柱的惠普 5890GC 通过气相色谱法分析各个试样,测定共沸物中反式-1,2-二氯乙烯和氢氟碳醚的相对浓度。全氟正丁基甲基醚和全氟异丁基甲基醚在氢氟碳醚中的相对浓度和反式-1,2-二氯乙烯和氢氟碳醚在共沸物中的浓度列于表 6。

表 6

试样	全氟正丁基甲基醚在氢氟碳醚中的浓度(重量%)	全氟异丁基甲基醚在氢氟碳醚中的浓度(重量%)	反式-1,2-二氯乙烯在共沸物中的浓度(重量%)	氢氟碳醚在共沸物中的浓度(重量%)
154	95	5	55.9	44.1
155	62.5	37.5	51.5	48.5
156	30	70	49.7	50.3

表 6 的数据表明,尽管在氢氟碳醚中支链和直链异构体的浓度变化,但是与反式-1,2-二氯乙烯形成的共沸物组成变化不大。

#### 实施例 157-158

下列实施例说明氢氟异构体浓度对氢氟碳醚和反式-1,2-二氯乙烯共沸组合物的沸点曲线的影响。

使用实施例 3-48 所述的方法,绘制醚 A 与反式-1,2-二氯乙烯和醚 B 与反式-1,2-二氯乙烯的混合物的沸点(°C)~组成(体积%)图。该曲线示于图 1。

数据表明两条曲线非常相似,尽管醚 A 和醚 B 中的全氟正丁基甲基醚的浓度存在差异。由醚 A 制得的沸点较恒定的组合物(由沸点曲线的平坦部分表示)含有约 16.2-75.4 重量%的醚 A,而由醚 B 制得的沸点较恒定的组合物含有约 17.4-75.4 重量%醚 B。在 727.5 毫醚 A 的沸点为 40.7 °C,在 729.3 毫醚 B 的沸点为 40.3 °C。

在不偏离本发明范围和精神的情况下,对本领域中的熟练技术人员来说对本发明进行各种改进和变化是显而易见的。

# 说明书附图

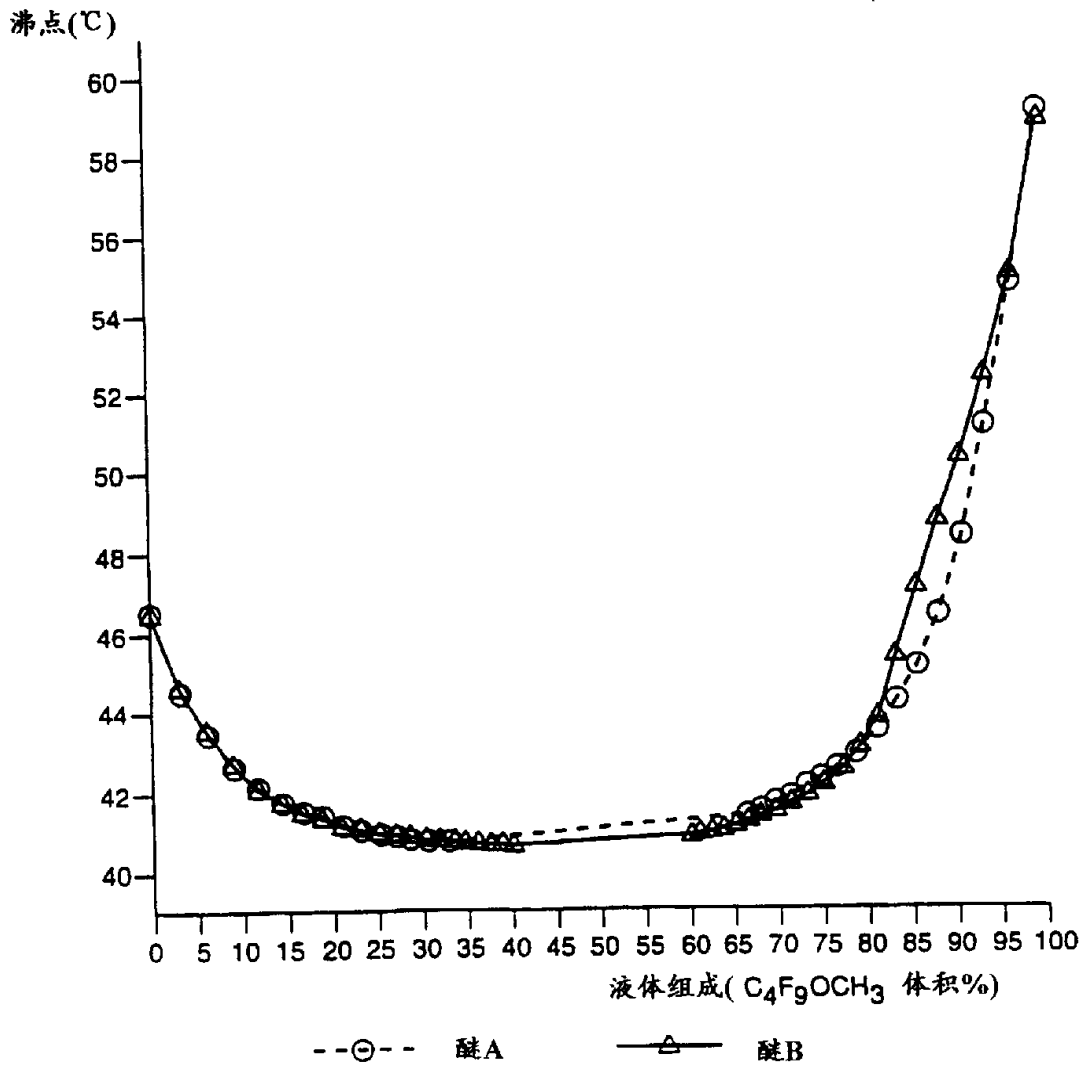


图 1