



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 92102334.0

[51]Int.Cl⁶

B01D 12/00

[45]授权公告日 1996 年 7 月 10 日

[24]颁证日 96.3.30

[21]申请号 92102334.0

[22]申请日 92.3.31

[30]优先权

[32]91.4.19 [33]US[31]688,906

[73]专利权人 明尼苏达州采矿制造公司

地址 美国明尼苏达

[72]发明人 R·M·富林 D·A·约翰逊

J·G·欧文斯

B01F 17/38

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商
标事务所

F26B 5/16

代理人 唐伟杰

权利要求书 5 页 说明书 25 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 液体组合物

[57]摘要

含有 (a) 占大比例的液体的全氟化无氯惰性溶剂和 (b) 溶于该溶剂中的非离子氟化脂肪族表面活性剂的液体组合物, 从表面脱水的方法, 包括将本发明的脱水组合物与表面接触。

权 利 要 求 书

1. 含有(a)占大比例的、通常是液体的、全氟的无氟惰性溶剂和(b)溶解于上述溶剂中的非离子含氟脂肪族表面活性剂的液体组合物,其中表面活性剂从下列物质中选择:全氟脂肪酰胺链烷醇、全氟脂肪酰亚胺链烷醇,和全氟脂肪磺酰胺链烷醇。

2. 权利要求1的液体组合物,其中所述的全氟、无氟惰性溶剂为含5至18碳原子的全氟脂肪或全氟环脂肪族化合物。

3. 权利要求1的液体组合物,其中所述的全氟、无氟惰性溶剂为含有5至18碳原子且含有一或多个悬垂杂原子的全氟脂肪或全氟环脂肪族化合物,其中的杂原子为二价氧或三价氮。

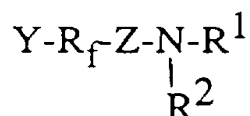
4. 权利要求3的组合物,其中的全氟、无氟惰性溶剂从下列物质中选择:全氟戊烷,全氟己烷,全氟庚烷,全氟辛烷,全氟-N-甲基吗啉,全氟-N-乙基吗啉,全氟-N-甲基吡咯烷,全氟-1,2-双(三氟甲基)六氟环丁烷,全氟-2-丁基四氢呋喃,全氟三乙基胺,全氟二丁基醚,全氟三丁基胺,全氟三戊基胺,及其混合物。

5. 权利要求1的液体组合物,其中的表面活性剂为非离子全氟脂肪酰胺链烷醇。

6. 权利要求5的液体组合物,其中表面活性剂相对于上述全

氟无氟惰性溶剂的浓度范围为 0.01~5% (重量)。

7. 权利要求 6 的液体组合物, 其中表面活性剂由下式表示:



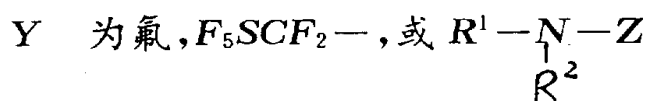
其中

R_f 为含有 3—20 碳原子的二价惰性全氟脂肪基, R_f 的骨架链为直链、支链、或环形(若足够长(或是其组合, 如烷基环脂基; 该骨架链还可含 有仅连接于碳原子上的一或多个悬垂二价氧或三价氮原子, 这类杂原子是含氟脂肪基中碳氟部分之间化学稳定性连接, 但不影响 R_f 基团的惰性;

R^1 为氢或含 1—6 碳原子的低级烷基, 其为直链、支链或环形, 或是其组合, 如烷基环脂肪基;

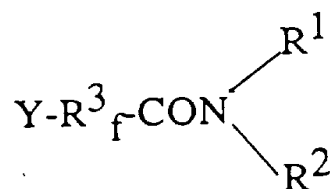
R^2 为含 2—8 碳原子的脂肪基, 且还可含有至少一个羟基(可处于末端), 因此该 R^2 的骨架链为直链、支链、或环形(若足够长), 或是其组合, 如烷基环脂基, 而且该骨架链还可含有一或多个悬垂杂原子, 如仅连接于碳上的二价氧,

Z 为羰基或磺酰基;



其中, R^1, R^2 和 Z 如前述定义。

8. 权利要求 6 的液体组合物, 其中的表面活性剂由下式表示:



其中:

R^3f 为含有 3—12 碳原子的二价惰性含氟脂肪基, R^3f 的骨架链为直链、支链、或环形(或足够长), 或是其组合, 其含有碳、氟和至少一个仅连接于碳原子上的悬垂二价氧或三价氮, 该杂原子是含氟脂肪基团的碳氟部分之间化学稳定性连接, 且不影响 R^3f 基团的惰性;

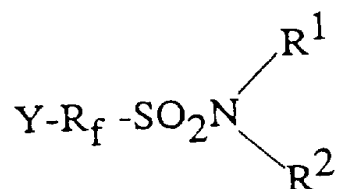
R^1 为氢或含有 1—6 碳原子的低级烷基, 其为直链、支链、环形或其组合物;

R^2 为含有 2—8 碳原子的脂肪基, R^2 的骨架链为直链、支链或环太, 或是其组合, 其还含有至少一个羟基(可处于末端), 和一或多个杂原子, 如仅连接于碳原子上的悬垂二价氧;

Y 为氟, F_5SCF_2- , 或 $R^1-\underset{\substack{| \\ R^2}}{N}-CO-$

其中, R^1, R^2 如前述定义。

9. 权利要求 6 的液体组合物, 其中表面活性剂由下式表示:



R_f 为含有 3—20 碳原子的二价惰性含氟脂肪基团, R_f 的骨架链为直链、支链、环形(若足够长), 或其组合, 如烷基环脂肪基, 该骨架可含有至少一个仅接于碳原子上的悬垂二价氧或三价氮, 这类杂原子是含氟脂肪基的碳氟部分之间化学稳定性连接, 且不影响 R_f 基的惰性;

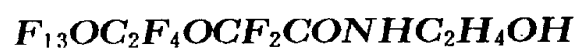
R^1 为氢或含 1—6 碳原子的低级烷基, 其可为直链、支链、环形, 或其组合, 如烷基环脂肪基;

R^2 为含 2—8 碳原子, 至少一个羟基(可处于末端)的脂肪基, R^2 的骨架链为直链、支链, 环形(若足够长)或其组合, 如烷基环脂肪基; 其还可含有一或多个杂原子, 如仅连接于碳原子上的悬垂二价氧;

Y 为氟, F_5SCF_2- 或 $R^1-\underset{\text{R}^2}{\underset{|}{N}}-\text{SO}_2-$

其中 R^1, R^2 如前述定义。

10. 含有(a)占大比例的氟己烷和(b)下列表面活性剂如 C_6



和



$OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 的脱水液体。

液体组合物

本发明涉及到碳氟化合物组合物及其做为脱水组合物在干燥潮湿制品时的应用。

从加工的制品中除水是金属精加工,装配和电子工业的一个生产过程。有几种方法可达到此目的。其中一些方法包括:蒸发、离心、吸附和溶剂干燥(见 E. I. Du Pont de Nemours & Co. (Inc) Technical Bulletin No. FS-19C (E-25798 5M, 1982))。这些方法均有明显的优缺点。

如 Du Pont Technical Bulletin 中所述,蒸发或热空气干燥,利用热通过蒸发除去残余水。该方法需要高温,即在水的沸点范围内,最后常有混悬或溶解在水中的非挥发性物质残留。但是留在小缝隙中的或残留的薄层水膜不能靠该法除去。离心干燥通常用做分散水分的粗法,一般只有自由排水制品中的水才可除去。存留的薄水膜必须用其它方法除去。对于精细电子制品,由离心力引起的应力增加是有害的。吸附干燥需要将水分从生产的制品转移到多孔的媒介物中。该方法引起一系列各种问题,如除去多孔媒介物,且在制品上留下细粉状残余物。吸附干燥适用于批量生产的材料,但不适用于精细的电子制品。

如进一步所述,对于电子制品,磁性介质及相关的设备如磁盘驱动器,所选择的方法为溶剂干燥。至少有两种方法可使溶剂从表面除

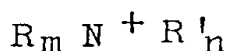
去水分。第一种方法是将水溶于溶剂，例如，将含水的制品置于含有可燃性极性溶剂如丙酮或乙醇的浴中（使用可燃性溶剂的实例记载于 EP 0 403 962 (Daikin) 中，其中脱水剂包括含氟醇或是包括含氟试剂和水的组合物用于给制品脱水）。

通常，溶剂很快被水饱和，使该方法效果较差，并且最终残留有溶剂或水残余物。一旦溶剂被饱和，必须将其蒸馏回收或弃去。使用时，该方法产生了有害的废物问题。另外，使用可燃性溶剂还产生了安全问题。

下面将介绍的另一种干燥方法，是通过先将制品表面浸润进行脱水。脱去的水随后从更浓的水不溶性溶剂中分离。

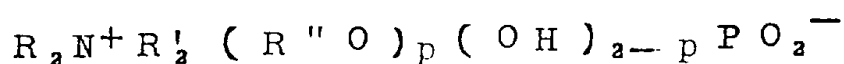
有许多脱水组合物可用于该方法，其包括含氯氟烃溶剂和表面活性剂。例如，见美国专利 4, 689, 170 (Zyhowski et al), 4, 655, 958 (Jung et al), 4, 307, 518 (Izumo et al), 4, 491, 531 (Bargigia et al) 和 3, 903, 012 (Brandreth)。

美国专利 4, 182, 687 (Bartlett) 记载了液体脱水组合物，其包括含氯氟烃和四烷基铵化合物，其中铵类化合物的阳离子基团通式为：



其中 m 为 2 或 3，n 为 1 或 2，(m + n) 为 4，R 为 6 至 18 碳的烷基，R' 为 1 至 2 碳的烷基。

美国专利 4, 594, 177 (Lantz et al) 记载的脱水组合物含有含氯氟烃和某些季铵盐做为表面活性剂（如下式）



其中R为6至18碳的烷基，R₂'为1至2碳的烷基，R''为1至18碳的烷基，P值范围为从1到2。

美国专利4,491,531 (Bargigia et al) 记载的液体组合物含有含氯氟烃(CFC)溶剂和某些表面活性剂，这些表面活性剂含有脂肪二胺和磷酸的烷基—单一或二酯所成的盐。

在美国专利3,903,012 (Brandreth) 中，所述的液体脱水组合物包括含氯/氟化合物，和某些表面活性剂(从阳离子、阴离子和非离子/两性表面活性剂中选择)。

虽然上述参考的专利记载了有效的脱水组合物，但这些组合物中所用的溶剂为含氯氟烃(CFCs)。国际条约(如蒙特利尔草案中制订的)由环境保护协会(EPA)监督在美施行，其要求某些CFCs(包括1,1,2-三氯三氟乙烷(CFC-113)，(做为Freon™ 113来源于Du Pont, Wilmington, DE)和三氯氟甲烷(CFC-11)(做为Freon™ 11来源于Du Pont, Wilmmgton, DE))的产生在1998年以前要显著减少。CFCs在蒙特利尔草案中属于“可减少臭氧层的物质”。那些用于取代CFCs的方法，化学药品和技术还有待发现。许多含氢氟烃(HFCs)和含氢氯氟烃(HCFCs)可用做CFCs的替代物。但在Chemical & Engineering News中的一篇文章指出，HCFCs和HFCs不属于CFCs的替代物。见

“Producers, Users Grapple With Realities of CFC Phaseout”, Chem & Eng News, July 24, 1989, Pgs 7-13。在该文中，认为发展新的CFCs替代物的关键是要具有被取代的CFCs的物理性质。但是，要得到CFC溶剂的

H F C 或 H C F C 替代物，不仅是用氢取代氯或获到相应的物理性质，如密度或沸点。也可以用全氟烃溶剂取代 C F C s。有许多合成途径，可由许多物质起始，得到所需的替代物。各种可行的途径均伴有各种问题，因此使替代物的概念比其表面看来要复杂得多。

美国专利 4, 491, 531 (Bargigia et al) 记载了含有某些氟化烃溶剂和某些表面活性剂（包括脂肪二胺与磷酸烷基—单一或二酯的盐）的液体组合物。美国专利 3, 903, 012 (Brandreth) 记载了含有某些含氟化合物和至少一种表面活性剂（从阳离子、阴离子和非离子/两性表面活性剂中选择）的液体组合物。但是，在 Bargigia 等人 和 Brandreth 的专利说明的实例中，仅叙述了 C F C 溶剂的使用。

阳离子、阴离子和两性表面活性剂在如前所述的各种应用（包括无残余物干燥）中，具有广泛的用途。但是，这类强极性的、带电荷的物质需要相应的极性溶剂。含氯氟烃，特别是 C F C — 1 1 3 和 C F C — 1 1 对于许多这类表面活性剂都是适宜的溶剂。表面上看，使用其它全卤溶剂，如全氟己烷，具有与 C F C — 1 1 3 或 C F C — 1 1 类似的溶解性，可在无残余物干燥应用中做为 C F C — 1 1 3 或 C F C — 1 1 的替代物，但这并不对，阳离子、阴离子和两性表面活性剂在全氟己烷中完全不溶，且在脱水组合物中不起表面活化作用。

简而言之，本发明的内容之一是，脱水液体组合物含有（a）占较大比例的，通常为液体的全氟无氯的惰性溶剂，和（b）溶于溶剂中的非离子的，含氟脂肪类表面活性剂。该溶剂密度比水的密度大，使该组合物置换出潮湿制品表面的水，并使置换出的水上升，浮在组合物上表面。

该全氟溶剂为含有 5 至 18 个碳原子，且可含有一或多个悬垂杂原子如二价氧或三价氮的全氟脂肪类化合物，其包括全氟烷类（可被称为 PFCs）。这里所用的术语“全氟溶剂”包括全部（或基本上全部）氢原子被氟原子取代的有机化合物。

特别适用的全氟液体包括下列物质：全氟戊烷，全氟己烷，全氟庚烷，全氟辛烷，全氟三丁基胺，全氟三戊基胺，全氟-N-甲基吗啉，全氟-N-乙基吗啉，全氟-N-甲基吡咯烷，全氟-1,2-双（三氟甲基）六氟环丁烷，全氟-2-丁基四氢呋喃，全氟三乙基胺，全氟二丁基醚，及这些物质与其它全氟化液体的混合物。市售的可用做这类溶剂的全氟化溶剂包括：FluorinertTM FC-43，FluorinertTM FC-70，FluorinertTM FC-72，FluorinertTM FC-77，FluorinertTM FC-84 和 FluorinertTM FC-87（FluorinertTM 液体，产品目录（Product bulletin）98-0211-6086（212）NPI，2/91 发表，来源于 3M Co.，St. Paul, MN）。

密度大于 1 g/cc （且优选至少为 1.6 g/cc ）的全氟溶剂，使置换出的水（密度为 1 g/cc ）浮到溶剂表面。溶剂优选沸点范围在 $30^{\circ} - 260^{\circ}\text{C}$ ，更优选在 $50^{\circ} - 100^{\circ}\text{C}$ ，且通常在室温下为液体。通常溶剂的溶度参数低于 7。

用于本发明中的一类表面活性剂为至少含有三个氟原子的非离子、含氟脂肪类化合物。该含氟脂肪基含有 3 至 20 个碳原子，优选 6 至 12 个碳原子。含氟脂肪基的骨架链为直链、支链，如足够长，还可以是环状的，或是各种链型的组合，如烷基环脂肪基。骨架链可含有一或多个悬垂的二价氧或三价氮连接于碳原子上，该杂原子成为

含氟脂肪基氟碳部分之间的化学稳定性的连接，但不影响该含氟脂肪基的惰性。

表面活性剂可溶解于溶剂中，直到溶剂的沸点，且不能被水从溶剂中提取出来。由于不能在干燥制品上遗留表面活性剂残余物，脱水制品通常要浸于纯净（“纯”）溶剂中，通常该纯溶剂与脱水组合物中所用的溶剂相同，但是也可使用其它溶剂。为了减少脱水制品表面的残余物，本发明的脱水组合物中所用的表面活性剂的浓度必须足以使脱水组合物具有水置换作用。相对于溶剂的量，其浓度范围通常为 0.01%~5%（重量比），优选 0.05~0.2%。但是，表面活性剂的溶解度可能高于上述的浓度上限。不必要求表面活性剂在室温下溶解于溶剂中，由于脱水干燥的操作温度可以是室温到溶剂沸点之间的任意温度，只需本发明的表面活性剂在操作温度下溶于溶剂。

用于本发明的优选的一类表面活性剂为非离子的、全氟脂肪族酰氨基链烷醇，其可由下列通式 I 表示：



R_f 为含 3 至 20 个（优选 6 至 12 个碳原子）碳原子的二价、惰性全氟脂肪基。

R_f 的骨架链可以是直链、支链、及环形（如足够长），或是各种链型的组合，如烷基环脂基。骨架链可含有一或多个仅接于碳原子上的二价氧或三价氮原子，这些杂原子是含氟脂基的氟碳部

分之间的化学稳定性键，且不影响 R_f 基的惰性。

R^1 为氢或是含 1 至 6 个碳原子的低级烷基，其为直链、支链，或环状，或其组合，如烷基环脂基。优选 R^1 为氢或是 1 或 2 个碳原子的低级烷基。

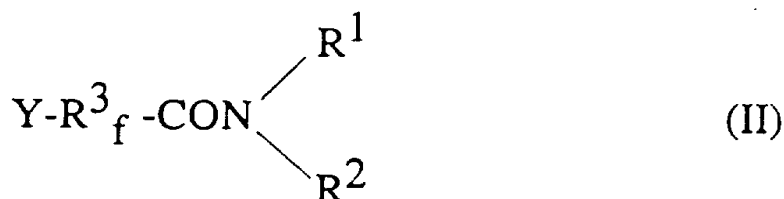
R^2 为含有 2 至 12 个碳原子（优选 2 至 8 个碳原子），且含有至少一个羟基（其中一个在末端）的脂肪基。 R^2 的骨架链为直链、支链、环状（如足够长），或是其组合，如烷基环脂基。骨架链可含有一或多个悬垂杂原子，如仅连于碳原子上的二价氧。

Z 为羰基或磺酰基

Y 为氟， F ， S ， C ， F_2 —，或 $R^1 - \underset{\substack{| \\ R^2}}{N} - Z -$

其中 R^1 ， R^2 ，和 Z 如前述定义。

本发明的第一组表面活性剂为全氟脂肪烃羧酰氨基链烷醇。该组的具体实例如下列通式 II 所示：

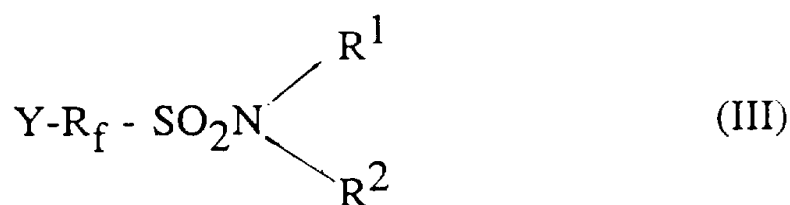


R^3_f 为含 3 至 20 个碳原子的二价惰性全氟脂肪基。

R^3_f 的骨架链为直链、支链、环状（如足够长）或是其组合，如烷基环脂基。该骨架链包括碳、氟，和至少一个仅连接于碳原子上的悬垂二价氧原子，该杂原子在含氟脂基的氟碳部分之间起化学稳定性键的作用，且不影响 R^3_f 的惰性。

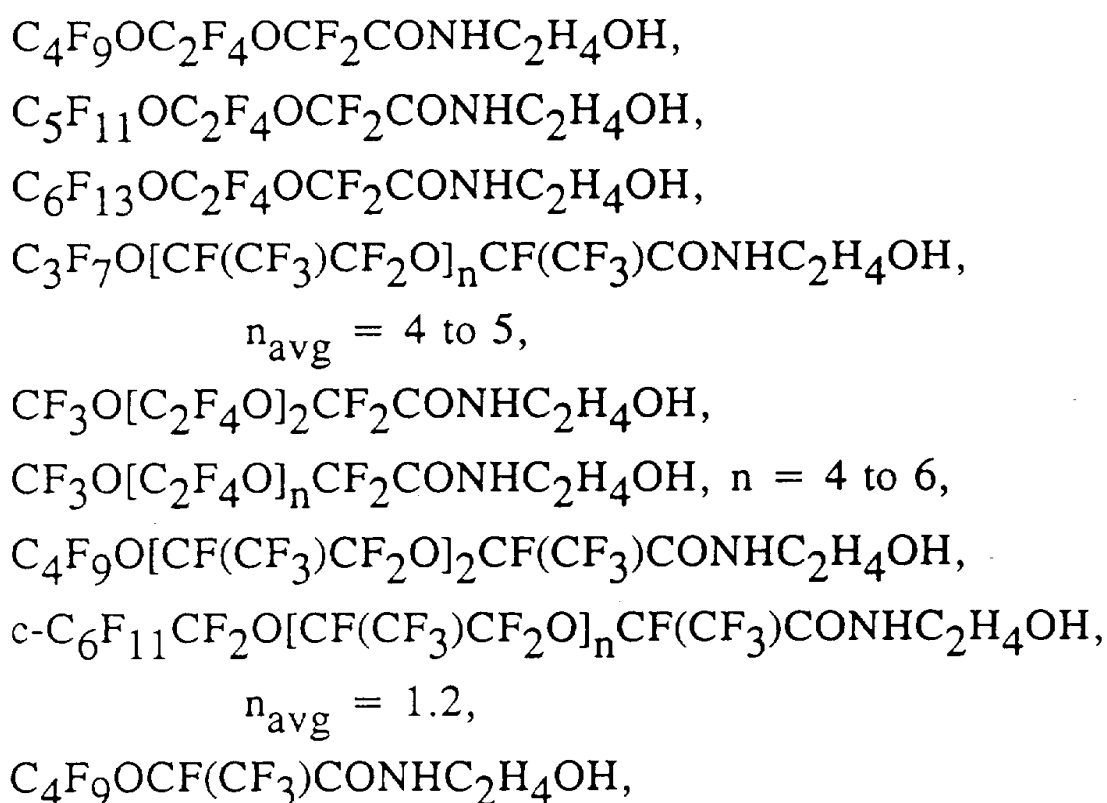
R^1 ， R^2 ，和 Y 如前述定义。

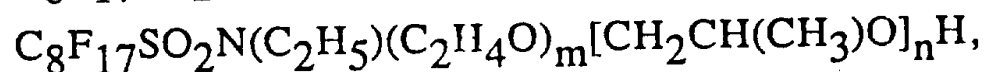
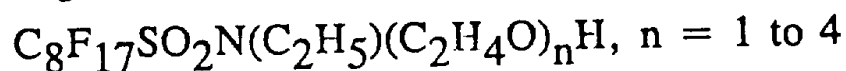
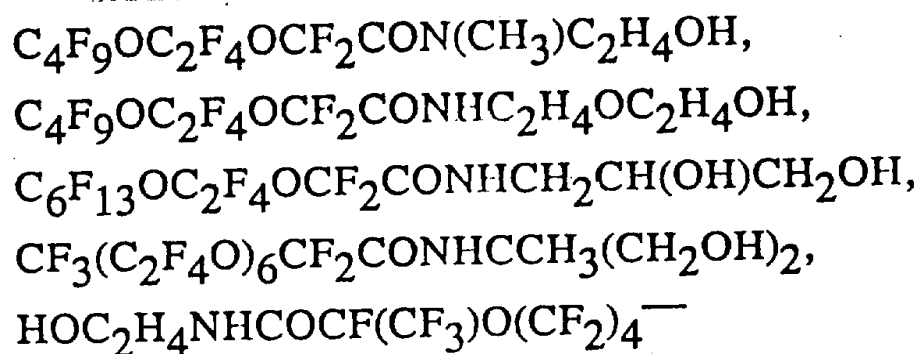
- 本发明中所用的第二组表面活性剂为全氟脂肪烃磺酰氨基链烷醇。
该组的具体实例如下列通式 III 所示：



其中 R_f , R^1 , R^2 和 Y 如前述定义。

可用做本发明的表面活性剂的、由式 II 和 III 所表示的具体的含氟脂肪取代的化合物包括：





$n = 0 \text{ to } 5, m = 0 \text{ to } 4$, 使 $(m+n)$ 大于
零小于 7。

通常，由于所得到的一些表面活性剂是异构体的混合物且是均一化合物，因此可形成类似组成的一系列物质，本发明中所用的表面活性剂可以是这些化合物的混合物，其平均组成如上述分子式所示。同时，本发明中还可以用二或多种表面活性剂的混合物。上式所表示的表面活性剂在下列文章中有过介绍，如：美国专利 2, 803, 656 (Ahlbrecht et al), 2, 915, 554 (Ahlbrecht et al), 3, 450, 755 (Ahlbrecht), 3, 792, 977 (Guenthner), 和 4, 289, 892 (Soch) 和美国专利申请 07/486, 115, 1990 年 2 月 28 日申请。带有聚氧化烯基团的表面活性剂可以用几种方法制备，如烷氧基化或是将环氧乙烷和环氧丙烷与至少含有一个活泼氢原子的含氟化合物（如： $\text{R}_f\text{SO}_2\text{N}(\text{R}')\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$ ，其中 R' 为

低级烷基或是氢)进行缩合。该烷氧化可按美国专利 2, 9 1 5, 5 5 4 (Ahlbrecht et al) 中所已知方法进行。

本发明的脱水组合物用于对金属加工、装配和电子工业中的加工制品进行溶剂干燥, 如成套线路板、磁盘驱动器、磁盘、磁盘驱动室。溶剂干燥遵照置换原理, 用脱水组合物浸润制品的表面, 使其中液体的水及其它水溶性杂物从制品表面被置换出去。该方法利用了本发明脱水组合物的高密度和低表面张力的特点。

使用脱水组合物的干燥方法包括: (1) 将潮湿的制品于本发明的液体组合物中浸泡一段时间, 以使其充分置换潮湿制品表面的水分; (2) 加热使脱水组合物沸腾, 或利用外加搅动装置, 如超声振动或机械搅动, 使潮湿制品搅拌; (3) 从脱水组合物中分离出置换水; (4) 从脱水组合物中取出无水制品。优选将无水制品浸于纯溶剂中, 以便除去可能吸附在制品上的残留的表面活性剂。从溶剂中取出后, 制品是干燥的, 即无水且无残余物。该干燥方法可在从室温到脱水组合物所用溶剂的沸点之间的任意温度下进行。

脱水干燥设备 (如 Corpane Industries, Inc., Louisville, KY 所生产的) 可提供有效的除水, 和浸润作用, 并使其达到满意的无残余物干燥作用。该方法包括下列步骤:

(1) 将制品置于开孔筛中或装置架中, 降低支架, 使其进入含有本发明的脱水组合物的第一个池中;

(2) 搅动脱水组合物, 使制品各空隙中所存留的水分充分释出, 可使脱水组合物沸腾或通过外加搅动, 如超声或机械搅动完成;

(3) 将盛有制品的支架经一定时间浸泡后, 从池中取出, 并在该池上方静置使过量的组合物流回第一池中;

(4) 将支架浸入含有溶剂的第二池中，使其中的制品浸润；

(5) 还可以将盛制品的支架浸于含有溶剂的第三池中。

本发明可由下列实例进一步说明。但是，这些实例目的在于说明本发明，不以任何形式限制本发明的范围。除特别指出者所有材料均为市售品。表1到表4中所用的脱水符号解释如下：

- + 在60秒内脱水~75%
- ++ 在60秒内脱水~100%
- 少量脱水(3~5分钟)
- 基本上不脱水(超过15分钟)

实施例 1

脱水组合物从潮湿表面脱水的效果由下列方法测定：

将含有0.15% (重量) $C_{18}F_{17}SO_2N(C_2H_5)(C_2H_4O)_nH$ (其中 $n=1\sim4$) 的FC-72脱水组合物，置于Corpane Industries, Louisville, KY生产的脱水器的第一池中。脱水器温度置于或接近溶剂的沸点，因此在整个过程中均有饱和溶剂蒸汽区存在。潮湿制品(3.5英寸磁盘驱动室)进行下列各步操作：

- (1) 将潮湿制品通过蒸汽区，浸入含有脱水组合物的池中约60秒；
- (2) 将制品转到盛有纯溶剂的第二池中，不退出蒸汽区，使其在第二池中浸约60秒；
- (3) 将制品从脱水器中取出，检查制品的残余水分和残余污点。

制品上可见的水被全部脱除。该方法可以充分从制品上除去剩余的表面活性剂，并且在试验制品表面无可见残余物。

实施例 2-11

用第一组的表面活性剂和表 1 a 和 1 b 中所列的溶剂，制备一系列脱水组合物。表面活性剂的百分浓度和组合物的脱水结果也列于表中。

将表面活性剂与全氟化的溶剂混合，制备脱水组合物，评价表 1 a 和 1 b 中所列脱水组合物的应用。

首先，将制品，如印刷线路板（50 mm × 66 mm 的 14 针孔陶制双向管线内组件的 FR4 板（DIP），14 针表面镶嵌塑料 DIP 和 20 引线陶制木支架）用去离子水浸湿。将潮湿的制品浸到盛有表 1 a 和 1 b 中脱水组合物的容器中，加热组合物至其沸点，与脱水组合物所含溶剂相同的饱和蒸汽区浮在沸腾组合物上方。将制品在脱水组合物中搅动约 30 到 120 秒，使吸附的所有水分除去，随后，将制品从沸腾溶液中提起，进入饱和蒸汽区，并停留 30 到 60 秒，使多余的溶液流回容器，减少液体损失。随后从蒸汽区取出制品，肉眼检查残余水分。

表 1 a 和 1 b 介绍了各种酰胺表面活性剂的应用。

表 1 a

实施例号	表面活性剂	溶剂	表面活性剂浓度 (重量%)	脱水作用
2a	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$	FC-72	0.1	+
2b	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$	FC-72	0.2	++
3	$C_5F_{11}OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$	FC-72	0.1	++
4	$C_6F_{13}OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$	FC-72	0.1	++
5	$C_3F_7O[CF(CF_3)CF_2O]_nCF(CF_3)CONHC_2H_4OH,$ ($n_{avg} = 4 \text{ to } 5$)	FC-72	0.1	++
6	$CF_3O[C_2F_4O]_2CF_2CONHC_2H_4OH$	FC-72	0.1	+
7	$CF_3O[C_2F_4O]_nCF_2CONHC_2H_4OH,$ ($n = 4 \text{ to } 6$)	FC-72	0.1	+
8	$C_4F_9O[CF(CF_3)CF_2O]_2CF(CF_3)CONHC_2H_4OH$	FC-72	0.15	++

表 1 b

实施例号	表面活性剂	溶剂	表面活性剂 浓度 (重量%)	脱乳作用
9	c-C ₆ F ₁₁ CF ₂ O[CF(CF ₃)CF ₂ O] _n CF(CF ₃)CONHC ₂ H ₄ OH, ($n_{avg} = 1.2$)	FC-72	0.15	+
10	C ₄ F ₉ OCF(CF ₃)CONHC ₂ H ₄ OH	FC-72	<0.15	+
11	C ₄ F ₉ OC ₂ F ₄ OCF ₂ CON(CH ₃)C ₂ H ₄ OH	FC-72	0.15	++
12	C ₄ F ₉ OC ₂ F ₄ OCF ₂ CONHC ₂ H ₄ OC ₂ H ₄ OH	FC-72	0.15	++
13	C ₆ F ₁₃ OC ₂ F ₄ OCF ₂ CONHC ₂ H(OH)CH ₂ OH	FC-72	0.15	++
14	CF ₃ O(C ₂ F ₄ O) ₆ CF ₂ CONHCCH ₃ (CH ₂ OH) ₂	FC-72	<0.15	++
15	HOC ₂ H ₄ NHCOCF(CF ₃)O(CF ₂) ₄ — OCF(CF ₃)CF ₂ OCF(CF ₃)CONHC ₂ H ₄ OH	FC-72	<0.15	++

参照实施例 C 1 — C 7

用表 a 中所列的表面活性剂和溶剂制备另一系列的脱水组合物。表面活性剂的百分浓度和组合物的脱水结果也列于表 2 中。

将表面活性剂与全氟化溶剂混合，制备脱水组合物，评价表 2 中脱水组合物效果。试验和评价列于实施例 2 — 15 中。

表 2 表明，并不是所有的全氟脂肪族酰胺链烷醇都适于做表面活性剂。除了要求该类表面活性剂要有酰胺基和至少一个羟基外，表 2 表明该表面活性剂在操作温度下在全氟化溶剂中的溶解度也是一个必要因素。实施例 C 1 — C 5 在全氟化溶剂 FC — 72 中不溶，因此应用时无效。实施例 C 6 和 C 7 表明利用全氟脂肪族酰胺链烷醇做表面活性剂时羟基是关键。这两种化合物均有酰胺基，但无羟基，可溶于 FC — 72 中，但不能起表面活性剂的作用。

表 2

实施例号	表面活性剂	溶剂	表面活性剂 浓度 (重量%)	脱水作用
C1	$C_7F_{15}CONHC_2H_4OH$	FC-72	不溶	--
C2	$C_{12}F_{25}(OC_2F_4)_3OCF_2CONHC_2H_4OH$	FC-72	"	--
C3	$C_{12}F_{25}(OC_2F_4)_3OCF_2CONHC_2H_4OH$	FC-72	"	--
C4	$C_8F_{17}OC_2F_4CONHC_2H_4OH$	FC-72	"	--
C5	$C_3F_7CONHC_2H_4OH$	FC-72	"	--
C6	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OCH_3$	FC-72	0.2	--
C7	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CON O$	FC-72	0.15	--

实施例 1 6—2 0

用第二组表面活性剂与表 3 中所列的溶剂，制备一系列脱水组合物。表面活性剂的百分浓度和组合物的脱水结果也列于表 3 中。

将表面活性剂与全氟化溶剂混合，制备脱水组合物，评价表 3 中脱水组合物的效果。试验和评价均列于实施例 2—1 5 中。

表 3 介绍了第二组表面活性剂，即全氟脂肪族磺酰胺链烷醇的应用。含有环氧乙烷或环氧丙烷的表面活性剂的低聚混合物的应用见实施例 1 6—2 0。

表 3

实验序号	表面活性剂	溶剂	表面活性剂 浓度 (重量%)	脱水作用
16	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4)	FC-72	0.1	++
17	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4)	FC-84	0.15	++
18a	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4)	FC-77	0.15	++
18b	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4)	FC-87	0.15	--
19a	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4)	FC-87	0.5	+
19b	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_n\text{H}$ ($m = 1, n = 0$ to 1)	FC-72	0.1	--
20	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_n$ ($m = 1, n = 0$ to 5)	FC-72	0.1	+

参照实施例 C 8 — C 1 2

用表 4 中所列的表面活性剂和溶剂制备另一系列的脱水组合物。表面活性剂的百分浓度和组合物的脱水结果也列于表 4 中。

将表面活性剂与全氟化溶剂混合，制备脱水组合物，评价表 4 中的脱水组合物的效果。试验和评价列于实施例 2 — 1 5 中。

参照实施例 C 8 — C 1 2 表明，对于含有酰胺基的表面活性剂，其在全氟化溶剂中的溶解度是脱水作用所必需的。

表 4

实施例号	表面活性剂	溶剂	表面活性剂 浓度 (重量%)	脱水作用
C8	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_2\text{H}_4\text{O}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_n\text{H}$ ($n_{\text{avg}} = 8$)	FC-72	Insoluble	--
C9	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_5\text{H}$	FC-72	<0.1	--
C10	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n_{\text{avg}} = 7.5$)	FC-72	<0.1	-
C11	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_3[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_n\text{H}$ ($n_{\text{avg}} = 7.5$)	FC-72	<0.1	--
C12	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n(\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3)_m$ ($n = 1$ $m = 0$ (66%)) ($n = 1$ $m = 1$ (34%))	FC-72	0.1	--

实施例 2 1—2 3

用第二组表面活性剂和各种溶剂（列于表 5 a—5 c 中）制备一系列脱水组合物。表面活性剂的百分浓度和组合物的脱水结果也列于表中。

将表面活性剂与全氟化溶剂混合，制备脱水组合物，评价表 5 a—5 c 中脱水组合物的效果。试验和评价见实施例 2—1 5。

表 5 a

实施例号	表面活性剂 和溶剂	表面活性剂 的浓度 (重量%)	脱水作用
21	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4) 和 全氟辛烷	0.15	++
22	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4) 和 全氟-N-甲基吗啉	0.15	++
23	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4) 和 全氟-N-乙基吗啉	0.15	++
24	$\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n = 1$ to 4) 和 全氟-1, 2-双(三氟甲基)六氟环丁烷	0.15	++ (稍低)

表 5 b

实施例号	表面活性剂和溶剂	表面活性剂的浓度 (重量%)	脱水作用
25	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 FC-87	0.15	+
26	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 FC-87	0.5	+ to ++ (~90%)
27	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 FC-72	0.15	++
28	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 FC-84	0.15	++

表 5 c

实施例号	表面活性剂和溶剂	表面活性剂的浓度 (重量%)	润水作用
29	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 全氟辛烷	0.15	++
30	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 FC-77	0.15	++
31	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 全氟-N-甲基吗啉	0.15	++
32	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 全氟-1, 2-双(三氟甲基)-六氟环丁烷	0.15	++ (-90%)
33	$C_4F_9OC_2F_4OCF_2CONHC_2H_4OH$ 和 全氟-N-乙基吗啉	0.15	++

前述的实施例介绍了本发明的范围。除表明了有效的脱水组合物所需的 R_f 基的范围外，还证明表面活性剂在全氟化溶剂中的溶解度是脱水组合物起作用的重要因素，不溶性的或溶解度很低的表面活性剂使脱水组合物无效。含有碳酰胺和磺酰胺的表面活性剂均有效，当含有多于一个羟基时也使脱水组合物有效。所含的两个酰胺链烷醇基被一个二价全氟脂链分开的化合物也有效。

行家们显而易见，本发明的各种修改和变化并未超出本发明的范围和主旨。而且本发明并不仅限于前述内容。