



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0018268
 (43) 공개일자 2013년02월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 5/10 (2006.01) *C07C 225/06* (2006.01)
C07D 225/06 (2006.01) *B23K 35/02* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2012-7027543
 (22) 출원일자(국제) 2011년03월18일
 심사청구일자 없음
 (85) 번역문제출일자 2012년10월23일
 (86) 국제출원번호 PCT/US2011/028932
 (87) 국제공개번호 WO 2011/119421
 국제공개일자 2011년09월29일
 (30) 우선권주장
 12/732,688 2010년03월26일 미국(US)

(71) 출원인
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터
 (72) 발명자
플린 리처드 엠.
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
코스텔로 마이클 지.
 미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
김영, 양영준

전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 발명의 명칭 **고온 열전달용 플루오로에테르 다이케톤**

(57) 요약

열전달을 위한 디바이스 및 메커니즘을 포함하는 장치에서 유용할 수 있는 플루오로에테르 다이케톤이 제공된다. 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 175°C 초과 온도에서 안정하며, 환경 친화적이고, 제조가 경제적이다. 제공된 장치는 전자 디바이스의 증기상 납땜에 유용할 수 있다.

(72) 발명자

블린스키 마이클 제이.

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

비트카 다니엘 알.

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

튜마 필립 이.

미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오피스 박스 33427 쓰리엠 센터

특허청구의 범위

청구항 1

2개의 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기; 및

하나 이상의 사슬 내 2가 산소 원자를 함유하되, 단, 기 $-OC_2F_4O-$ 를 함유하지 않는, 4개 이상의 사슬 내 원자를 갖는 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트를 포함하며,

여기서 상기 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기들의 분지는 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 카르보닐 부분에 인접한 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 퍼플루오로알킬 부분의 탄소 원자에 있고,

화합물 중 탄소 원자의 총 개수는 12 이상인 플루오로에테르 다이케톤.

청구항 2

제1항에 있어서, 적어도 하나의 퍼플루오로알킬카르보닐기는 적어도 하나의 사슬 내 2가 산소 원자를 포함하는 플루오로에테르 다이케톤.

청구항 3

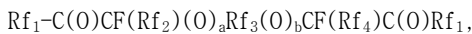
제1항에 있어서, 주위 압력에서 비등점이 170°C 이상인 플루오로에테르 다이케톤.

청구항 4

제1항의 플루오로에테르 다이케톤을 포함하는 열전달 유체.

청구항 5

하기 화학식을 갖는 화합물:



(여기서, Rf_1 은 적어도 하나의 사슬 내 산소 또는 질소 헤테로원자를 선택적으로 함유하는 분지형, 환형 또는 그 조합인 퍼플루오로알킬기이며,

Rf_2 및 Rf_4 는 $-F$ 또는 $-CF_3$ 이고,

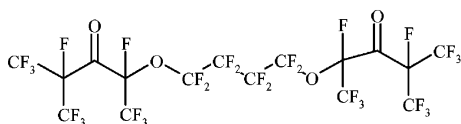
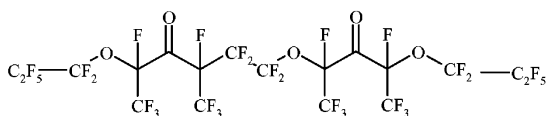
Rf_3 은 하나 이하의 사슬 내 2가 에테르 산소 원자가 개재될 수 있는 2 내지 9개의 탄소 원자를 갖는, 선형, 분지형 또는 환형일 수 있는 퍼플루오로알킬렌 부분이고, Rf_2 또는 Rf_4 중 적어도 하나는 CF_3 -이며,

a 및 b 는 독립적으로 0 또는 1이고 $a + b \geq 1$ 이되, 단, Rf_3 은

$-OCF_2CF_2O-$ 를 함유하지 않음).

청구항 6

제4항에 있어서, 하기로 이루어진 군으로부터 선택되는 화합물:



제7항에 있어서, 열을 전달하기 위한 메커니즘은 디바이스를 냉각시키기 위한 시스템 내의 구성요소이며, 상기 시스템은 PECVD 툴(tool) 내의 웨이퍼 척(chuck)을 냉각시키기 위한 시스템, 다이 성능 시험을 위한 시험 헤드 내의 온도를 제어하기 위한 시스템, 반도체 공정 설비 내의 온도를 제어하기 위한 시스템, 전자 디바이스의 열 충격 시험, 및 전자 디바이스의 일정 온도를 유지하기 위한 시스템으로부터 선택되는 장치.

청구항 14

제7항에 있어서, 디바이스는 납땀할 전자 부품 및 땀납을 포함하는 장치.

청구항 15

제14항에 있어서, 메커니즘은 증기상 납땀을 포함하는 장치.

청구항 16

디바이스를 제공하는 단계; 및

열전달 유체를 포함하는 메커니즘을 사용하여 열을 디바이스로 또는 디바이스로부터 전달하는 단계를 포함하고, 상기 열전달 유체는

2개의 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기; 및

하나 이상의 사슬 내 2가 산소 원자를 함유하되, 단, 기

-OC₂F₄O-를 함유하지 않는, 4개 이상의 사슬 내 원자를 갖는 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트를 포함하는 플루오로에테르 다이케톤을 포함하고,

상기 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기들의 분지는 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 카르보닐 부분에 인접한 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 퍼플루오로알킬 부분의 탄소 원자에 있으며, 화합물 중 탄소 원자의 총 개수는 12 이상인, 열전달 방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 적어도 하나의 퍼플루오로알킬카르보닐기는 적어도 하나의 사슬 내 2가 산소 원자를 포함하는 열전달 방법.

청구항 18

제16항에 있어서, 디바이스가 납땀할 전자 부품인 증기상 납땀 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 열전달 유체로서 플루오로에테르 다이케톤을 포함하는 장치 및 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 현재 다양한 유체가 열전달용으로 사용되고 있다. 열전달 유체의 적합성은 응용 공정에 좌우된다. 예를 들어, 몇몇 전자적 응용은 불활성이고, 높은 절연 내력을 가지며, 낮은 독성, 양호한 환경적 특성 및 넓은 온도 범위에 걸쳐 양호한 열전달 특성을 갖는 열전달 유체를 필요로 한다. 다른 응용은 정확한 온도 제어를 필요로 하고, 따라서 열전달 유체는 전체 공정 온도 범위에 걸쳐 단일상일 것이 요구되고 열전달 유체의 특성은 예측가능할 것이 요구되는데, 즉 점도, 비등점 등이 예측될 수 있어서 정확한 온도가 유지될 수 있고, 장비가 적절하게 설계될 수 있도록 조성이 상대적으로 일정하게 유지될 것이 요구된다.

[0003] 퍼플루오로카본, 퍼플루오로폴리에테르(PFPE) 및 몇몇 하이드로플루오로에테르를 열전달용으로 사용하여 왔다. 퍼플루오로카본(PFC)은 절연 내력이 높고 저항률이 높을 수 있다. PFC는 불연성일 수 있고, 일반적으로 구성 물질과 기계적으로 상용성이어서 제한된 용해성을 나타낸다. 더욱이, PFC는 일반적으로 낮은 독성 및 양호한 조작자 친화성을 보인다. PFC는 분자량 분포가 좁은 생성물을 생성하는 그러한 방법으로 제조될 수 있다. 그러나, PFC 및 PFPE는 한 가지 중요한 단점을 나타낼 수 있으며, 이는 높은 지구 온난화 지수를 야기할 수 있는

긴 환경적 난분해성이다.

[0004] 퍼플루오로폴리에테르(PFPE)는 PFC에 대해 기재된 유리한 특성과 동일한 특성을 많이 나타낸다. 게다가, 이들 물질을 제조하기 위하여 개발된 방법은 일관된 분자량의 것이 아닌 생성물을 생성할 수 있으며, 그에 따라 성능이 가변적으로 될 수 있다.

발명의 내용

[0005] 예를 들어 증기상 납땜에서 사용하기 위한 것과 같이 시장의 고온에 대한 요구에 적합한 열전달 유체가 계속하여 필요하다. 또한, 사용 온도에서 열안정성을 갖는 그리고 짧은 대기중 수명을 가져서 온실 온난화 지수가 감소된 열전달 유체가 계속하여 필요하다. 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 제조가 용이하며, 고온에서 열전달 유체로서 잘 작용하고, 일관되게 만들어질 수 있는 제품을 생성한다. 부가적으로, 플루오로에테르 다이케톤은 사용 온도, 전형적으로 170°C 초과와 온도에서 열안정성이며, 대기중 수명이 종래의 재료보다 상대적으로 더 짧을 수 있다. 또한, 이들 플루오로에테르 다이케톤을 포함하는 고온 열전달을 위한 장치 및 방법에 대한 필요성이 있다.

[0006] 본 명세서에서,

[0007] "사슬 내 헤테로원자"는 탄소 사슬 내의 탄소 원자에 결합되어 탄소-헤테로원자-탄소 사슬을 형성하는 탄소 이외의 원자(예를 들어, 산소 및 질소)를 말하며;

[0008] "디바이스(device)"는 가열되거나, 냉각되거나 또는 소정의 온도에서 유지되는 물체 또는 수단(contrivance)을 말하고;

[0009] "퍼플루오로알킬카르보닐"은 카르보닐기 상에 퍼플루오로알킬 치환체를 포함하는 부분(moiety)을 말하며;

[0010] "불활성(inert)"은 일반적으로 정상 사용 조건 하에서 화학 반응성이 없는 화학 조성물을 말하고;

[0011] "메커니즘(mechanism)"은 기계 설비 또는 부품들의 시스템을 말하고, 열전달 유체를 포함할 수 있으며;

[0012] "퍼플루오로-" (예를 들어, "퍼플루오로알킬렌" 또는 "퍼플루오로알킬카르보닐" 또는 "퍼플루오르화된"의 경우)에서와 같은 기 또는 부분과 관련하여)는 완전히 플루오르화되어, 달리 지시될 수도 있는 경우를 제외하고는, 불소로 대체가능한 탄소 결합된 수소 원자가 전혀 존재하지 않음을 의미하고;

[0013] "말단"은 분자의 말단에 존재하거나 또는 그에 부착된 단지 하나의 기를 갖는 부분 또는 화학적 기를 말한다.

[0014] 일 태양에서, 적어도 하나의 사슬 내 2가 산소 원자를 선택적으로 포함하는 2개의 말단 분지형 퍼플루오로알킬 카르보닐기; 및 4개 이상의 사슬 내 원자를 갖는 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트를 포함하는 플루오로에테르 다이케톤이 제공되며, 상기 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 하나 이상의 사슬 내 2가 산소 원자를 함유하되, 단, 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 기 -OC₂F₄O-를 함유하지 않으며, 여기서 상기 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기들의 분지는 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 카르보닐 부분에 인접한 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 퍼플루오로알킬 부분의 탄소 원자에 있으며, 화합물 중 탄소 원자의 총 개수는 12 이상이다. 전형적으로, 제공된 플루오로에테르 다이케톤의 비등점은 주위 압력에서 170°C 이상일 수 있다.

[0015] 다른 태양에서, 디바이스; 및 열을 디바이스에 전달하거나 또는 디바이스로부터 전달하는 메커니즘을 포함하는 열전달 장치가 제공되며, 상기 메커니즘은 적어도 하나의 사슬 내 2가 산소 원자를 선택적으로 포함하는 2개의 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기; 및 4개 이상의 사슬 내 원자를 갖는 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트를 포함하는 플루오로에테르 다이케톤을 포함하는 열전달 유체를 포함하며, 상기 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 하나 이상의 사슬 내 2가 산소 원자를 함유하되, 단, 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 기 -OC₂F₄O-를 함유하지 않으며, 여기서 상기 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기들의 분지는 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 카르보닐 부분에 인접한 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 퍼플루오로알킬 부분의 탄소 원자에 있고, 화합물 중 탄소 원자의 총 개수는 12 이상이다. 본 디바이스는 전자 부품일 수 있다. 본 메커니즘은 열을 디바이스에 전달하거나 또는 디바이스로부터 전달하며, 플루오로에테르 다이케톤을 포함한다. 본 장치는 예를 들어 전자 부품들의 증기상 납땜에 사용될 수 있다.

[0016] 마지막으로, 다른 태양에서, 기구를 제공하는 단계 및 열전달 유체를 포함하는 메커니즘을 사용하여 열을 디바이스에 전달하거나 또는 디바이스로부터 전달하는 단계를 포함하는 열전달 방법이 제공되며, 여기서 열전달 유

체는 적어도 하나의 사슬 내 2가 산소 원자를 선택적으로 포함하는 2개의 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기; 및 4개 이상의 사슬 내 원자를 갖는 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트를 포함하는 플루오로에테르 케톤을 포함하고, 상기 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 하나 이상의 사슬 내 2가 산소 원자를 함유하되, 단, 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 기 $-OC_2F_4O-$ 를 함유하지 않으며, 상기 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기들의 분지는 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 카르보닐 부분에 인접한 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 퍼플루오로알킬 부분의 탄소 원자에 있으며, 화합물 중 탄소 원자의 총 개수는 12 이상이다.

[0017] 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 열전달 유체에서 유용할 수 있다. 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 열안정성이 놀랄 만큼 우수하다. 그들은 또한 넓은 온도 범위에 걸친 높은 비열용량, 높은 절연 내력, 낮은 전기 전도성, 화학적 불활성, 및 우수한 환경적 특성을 갖는다. 또한, 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 증기상 납땜에 있어서 구성요소로 유용할 수 있다.

[0018] 상기의 개요는 본 발명의 모든 구현예의 각각의 개시된 실시 형태를 기재하고자 하는 것은 아니다. 하기의 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용이 예시적인 실시 형태를 더 구체적으로 예시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 다음 설명에서, 다른 실시 형태가 고려되며 본 발명의 범주 또는 사상을 벗어나지 않고서 이루어질 수 있음이 이해되어야 한다. 따라서, 하기의 상세한 설명은 제한적인 의미로 취해져서는 안 된다.

[0020] 달리 나타내지 않는 한, 본 명세서 및 특허청구범위에서 사용된 특징부의 크기, 양 및 물리적 특성을 표현하는 모든 수는 모든 경우 용어 "약"에 의해 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 반대로 나타내지 않는 한, 전술한 명세서 및 첨부된 특허청구범위에 개시된 수치 파라미터는 본 명세서에 개시된 교시 내용을 이용하여 당업자가 알고자 하는 원하는 특성에 따라 달라질 수 있는 근사치이다. 종점(end point)에 의한 수치 범위의 사용은 그 범위 내의 모든 수(예를 들어, 1 내지 5는 1, 1.5, 2, 2.75, 3, 3.80, 4 및 5를 포함함) 및 그 범위 내의 임의의 범위를 포함한다.

[0021] 예를 들어 증기상 납땜에서와 같이 시장의 고온에 대한 요구에 특히 적합한 열전달 유체가 계속하여 필요하다. 이러한 응용에서, 170°C 내지 250°C의 온도가 전형적으로 사용되며, 이때 200°C가 납 기재의 납땜을 사용한 납땜 응용에 특히 유용하며 230°C가 더욱 높은 용점의 무연 납땜에 유용하다. 현재, 이 응용에 사용되는 재료는 퍼플루오로폴리에테르 부류의 것이다. 과거에는, 이 응용 분야에 있어서 소정 퍼플루오르화 아민이 시판되었다. 퍼플루오로폴리에테르는, 이용되는 온도에서 필요한 열안정성을 갖지만, 그의 높은 불소 함량으로 인하여 이것이 극도로 긴 대기중 수명 및 수반되는 높은 지구 온난화 지수와 함께 매우 환경적으로 난분해성이라는 것을 결점으로 또한 갖는다. 이와 같이, 대기중 수명이 훨씬 더 짧지만 증기상 납땜과, 다른 고온 열전달 응용에서 유용하기에 충분한 안정성을 여전히 보유하는 새로운 재료에 대한 필요성이 있다.

[0022] 몇몇 하이드로플루오로에테르가 열전달 유체로서 개시되었다. 예시적인 하이드로플루오로에테르는 2008년 11월 3일자로 출원되고 발명의 명칭이 "플루오르화 에테르의 제조 방법, 플루오르화 에테르 및 그 용도"(Methods of Making Fluorinated Ethers, Fluorinated Ethers and Uses Thereof)인 미국 특허 출원 제12/263,661호에서, 그리고 미국 특허 출원 공개 제2007/0267464호(비트카크(Vitcak) 등) 및 제2008/0139683호(플린(Flynn) 등)와 미국 특허 제7,128,133호 및 제7,390,427호(코스텔로(Costello) 등)에서 찾아질 수 있다. 그러나, 불활성이며, 높은 절연 내력, 낮은 전기 전도성, 화학적 불활성, 열적 안정성 및 효과적인 열전달을 가지며, 넓은 온도 범위에 걸쳐 액체이며, 넓은 온도 범위에 걸쳐 우수한 열전달 특성을 가지며, 또한 상당히 짧은 대기중 수명을 가져서 지구 온난화 지수가 상대적으로 낮게 되는 열전달 유체에 대한 필요성이 존재한다.

[0023] 비등점이 170°C 이상인 적합한 구조의 퍼플루오르화 다이케톤은 이들이 이들의 고온 열전달 응용에 있어서 실행 가능한 후보가 되게 하도록 필요한 짧은 대기중 수명과 그에 따른 낮은 지구 온난화 지수뿐만 아니라 필요한 안정성을 보유하는 것으로 믿어진다. 예를 들어, 저분자량 케톤, $C_2F_5COCF(CF_3)_2$ 는 미국 미네소타주 세인트폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니(3M Company)로부터 노벡(NOVEC) 649로 입수가 가능하며, 이는 더욱 낮은 대기압에서 광화학적 활성을 갖고, 대기중 수명이 약 5일이다. 더욱 높은 분자량의 퍼플루오르화 다이케톤은 UV 스펙트럼에서 흡광도가 유사하여서 그의 구조로 인하여 단지 약간의 변화가 예상되면서 광화학적 수명이 유사해지게 될 것으로 예상될 것이다.

[0024] 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 적어도 하나의 사슬 내 2가 산소 원자를 선택적으로 포함하는 2개의 말단 분

지형 퍼플루오로알킬카르보닐기; 및 4개 이상의 사슬 내 원자를 갖는 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트를 포함하며, 상기 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 하나 이상의 사슬 내 2가 산소 원자를 함유 하되, 단, 선형, 분지형 또는 환형의 개재 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 기 -OC₂F₄O-를 함유하지 않으며, 여기서 상기 말단 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기들의 분지는 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 카르보닐 부분에 인접한 상기 퍼플루오로알킬카르보닐기의 퍼플루오로알킬 부분의 탄소 원자에 있으며, 화합물 중 탄소 원자의 총 개수는 12 이상이다. 화합물 중 탄소 원자수는 30만 큼 크거나, 24만 큼 크거나, 18만 큼 크거나, 또는 심지어 16 만 큼 클 수 있다. 분지형 퍼플루오로알킬카르보닐기는 3개 이상의 탄소 또는 산소 원자를 포함하는, 그리고 6 개만 큼 많이, 9개만 큼 많이, 12개만 큼 많이, 또는 심지어 24개만 큼 많이 가질 수도 있는 알킬기를 갖는다. 분 지형 퍼플루오로알킬 카르보닐기의 예에는 (CF₃)₂FCO-, C₃F₇OCF(CF₃)CO- 및 C₄F₉OCF(CF₃)CF₂OCF(CF₃)CO-가 포함된 다. 퍼플루오로알킬카르보닐기는 퍼플루오르화되며, 여기서 모(parent) 알킬기 또는 모 알킬 치환체의 탄소-수 소 결합의 사실상 전부가 탄소-불소 결합으로 대체된다.

[0025] 일부 실시 형태에서, 퍼플루오로알킬렌 세그먼트는 CF₂CF₂OCF₂CF₂-, CF(CF₃)C₂F₄OCF(CF₃)-, CF(CF₃)OC₄F₈OCF(CF₃)-, C₃F₆OCF(CF₃)-, C₃F₆OCF(CF₃)CF₂OCF(CF₃)-, 및 -CF₂CF₂CF₂OCF₂CF₂CF₂-를 포함할 수 있다.

[0026] 일부 실시 형태에서, 제공된 다이케톤은 A-B-A 구조의 대칭형 분자이며, 여기서 A는 퍼플루오로알킬카르보닐기 이고, B는 퍼플루오로알킬렌 세그먼트이다. 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 하기 화학식 I에 따른 화학 구 조를 갖는다:

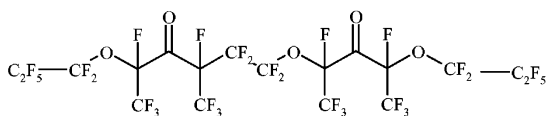
[0027] [화학식 I]

[0028] Rf₁-C(O)CF(Rf₂)(O)_aRf₃(O)_bCF(Rf₄)C(O)Rf₁

[0029] 여기서, "C(O)"는 카르보닐기를 나타내며, Rf₁은 적어도 하나의 사슬 내 산소 또는 질소 헤테로원자를 선택적으 로 함유하는 분지형, 환형 또는 그 조합인 퍼플루오로알킬기이고, Rf₂ 및 Rf₄는 -F 또는 -CF₃이며, Rf₃은 하나 이하의 사슬 내 2가 에테르 산소 원자가 개재될 수 있는 2 내지 9개의 탄소 원자를 갖는, 선형, 분지형 또는 환 형일 수 있는 퍼플루오로알킬 부분이고, Rf₂ 또는 Rf₄ 중 적어도 하나는 CF₃이며, a 및 b는 독립적으로 0 또는 1 이고, a+b>=1이되, 단, -OCF₂CF₂O- 기는 존재하지 않는다. 예시적인 Rf₁ 기에는 퍼플루오로아이소프로필 및 퍼 플루오르화 알킬기의 유도체, 예를 들어 C₃F₇OCF(CF₃)-, C₃F₇OCF(CF₃)CF₂OCF(CF₃)-, CF₃OCF(CF₃)⁻ CF₃OC₃F₆OCF(CF₃)⁻ 및 C₄F₉OCF(CF₃)⁻가 포함된다.

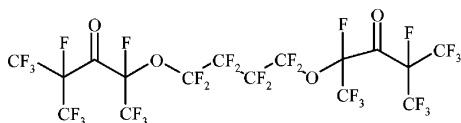
[0030] 일부 실시 형태에서, 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 하기 화학식 II, 화학식 III, 화학식 IV, 화학식 V 및 화학식 VI의 화합물:

[0031] [화학식 II]



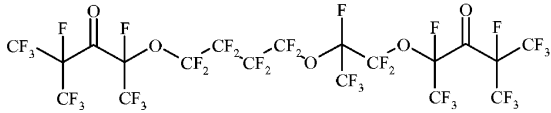
[0032]

[0033] [화학식 III]



[0034]

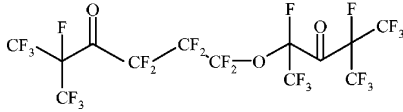
[0035] [화학식 IV]



[0036]

[0037]

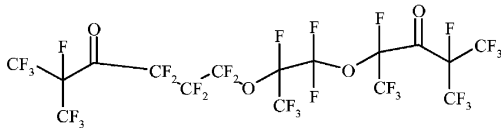
[화학식 V]



[0038]

[0039]

[화학식 VI]



[0040]

[0041]

및 이들의 조합을 포함한다.

[0042]

일부 실시 형태에서, 열전달을 필요로 하는 장치가 제공된다. 본 장치는 디바이스와, 열전달 유체를 사용하여 디바이스로 또는 디바이스로부터 열을 전달하기 위한 메커니즘을 포함한다. 열전달 유체는 상기에 기재된 바와 같이 플루오로에테르 케톤일 수 있다. 예시적인 장치에는 냉동 시스템, 냉각 시스템, 시험 장비, 및 기계 가공 장비가 포함된다. 다른 예에는 반도체 다이스의 성능을 시험하기 위한 자동 시험 장비에 사용되는 시험 헤드; 애싱기(asher), 스텝퍼(stepper), 에칭기, PECVD 툴(tool)에서 규소 웨이퍼를 고정하기 위해 사용되는 웨이퍼 척(wafer chuck); 항온조 및 열충격 시험조가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 또 다른 실시 형태에서, 제공된 장치에는 냉동 수송 차량, 열 펌프, 수퍼마켓 식품 쿨러(cooler), 상업용 디스플레이 케이스(case), 보관 창고 냉동 시스템, 지열 난방 시스템 태양열 난방 시스템, 유기 랭킨(Rankine) 사이클 디바이스, 및 그 조합이 포함될 수 있다.

[0043]

소정 실시 형태에서, 제공된 장치에는 디바이스가 포함된다. 본 명세서에서 디바이스는 냉각되거나 가열되거나 선택된 온도로 유지되는 구성요소, 가공물, 조립품 등으로 정의된다. 그러한 디바이스는 전기적 구성요소, 기계적 구성요소 및 광학적 구성요소를 포함한다. 본 발명의 디바이스의 예에는 마이크로프로세서, 반도체 디바이스를 제조하기 위하여 사용되는 웨이퍼, 전력 제어 반도체, 배전 스위치 기어, 전력 변압기, 회로 기판, 멀티-칩 모듈, 패키징되거나 또는 패키징되지 않은 반도체 디바이스, 레이저, 화학 반응기, 연료 전지, 및 전기화학 전지가 포함되지만, 이로 한정되지 않는다. 일부 실시 형태에서, 디바이스에는 칠러, 히터 또는 그 조합이 포함될 수 있다. 다른 실시 형태에서, 디바이스에는 납땀할 전자 부품 및 납땀이 포함될 수 있다. 전형적으로, 납땀에 필요한 열은 온도가 170°C 초과, 200°C 초과, 230°C 초과, 또는 그보다 더욱 더 높은 온도인 증기상에 의해 공급될 수 있다.

[0044]

소정 실시 형태에서, 본 발명은 열을 전달하기 위한 메커니즘을 포함한다. 열은 열전달 메커니즘을 디바이스와 열 접촉되도록 위치시킴으로써 전달된다. 열전달 메커니즘은 디바이스와 열 접촉되도록 위치되었을 때 디바이스로부터 열을 제거하거나 디바이스에 열을 공급하거나 디바이스를 선택된 온도로 유지시킨다. (디바이스로부터 또는 디바이스로의) 열 흐름의 방향은 디바이스와 열전달 메커니즘 사이의 상대 온도차에 의해 결정된다.

[0045]

열전달 메커니즘은 열전달 유체를 관리하기 위한 설비를 포함할 수 있는데, 이에겐 펌프, 밸브, 유체 보관 시스템, 압력 제어 시스템, 응축기, 열 교환기, 열원, 히트 싱크(heat sink), 냉동 시스템, 능동 온도 제어 시스템, 및 수동 온도 제어 시스템이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 적합한 열전달 메커니즘의 예는 PECVD 툴 내의 온도 제어형 웨이퍼 척, 다이 성능 시험용의 온도 제어형 시험 헤드, 반도체 공정 장비 내의 온도 제어 작업 영역, 열충격 시험조용 액체 저장소, 및 항온조를 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 일부 시스템, 예를 들어 에칭기, 애싱기, PECVD 챔버, 증기상 납땀 디바이스, 및 열충격 시험기에서, 원하는 작업 온도의 상한치는 170°C 만큼 높거나, 200°C만큼 높거나, 또는 그보다 더욱 더 높을 수 있다.

[0046]

열전달 메커니즘은 제공된 열전달 유체를 포함한다. 제공된 열전달 유체는 하기 화학식 I에 따른 화학 구조로

나타낼 수 있다:

- [0047] [화학식 I]
- [0048] $Rf_1-C(O)CF(Rf_2)(O)_aRf_3(O)_bCF(Rf_4)C(O)Rf_1$
- [0049] 여기서, "C(O)"는 카르보닐기를 나타내며, Rf_1 은 적어도 하나의 사슬 내 산소 또는 질소 헤테로원자를 선택적으로 함유하는 분지형, 환형 또는 그 조합인 퍼플루오로알킬기이고, Rf_2 및 Rf_4 는 -F 또는 $-CF_3$ 이며, Rf_3 은 하나 이하의 사슬 내 2가 에테르 산소 원자가 개재될 수 있는 2 내지 9개의 탄소 원자를 갖는, 선형, 분지형 또는 환형일 수 있는 퍼플루오로알킬렌 부분이고, Rf_2 또는 Rf_4 중 적어도 하나는 CF_3 이며, a 및 b는 독립적으로 0 또는 1이고, $a+b \geq 1$ 이되, 단, $-OCF_2CF_2O-$ 기는 존재하지 않는다.
- [0050] 제공된 장치 및 열전달 유체는 고온 열전달 유체에 대한 시장 요구를 충족시킨다. 제공된 플루오로에테르 다이케톤은 안정한 고온 열전달 유체를 제공한다.
- [0051] 일 실시 형태에서, 디바이스에는 반도체 다이스의 성능 시험에 사용되는 장비가 포함될 수 있다. 다이스는 반도체 기관의 웨이퍼로부터 절단된 개개의 "칩"이다. 다이스는 반도체 파운드리(foundry)에서 공급되며, 이들이 기능성 요건 및 프로세서 속도 요건을 충족하는 것을 보장하기 위하여 반드시 점검되어야 한다. 시험은 "공지의 양호한 다이스(known good dice; KGD)를 성능 요건을 충족하지 못하는 다이스로부터 분류하기 위하여 사용된다. 이 시험은 일반적으로 약 $-80^\circ C$ 내지 약 $100^\circ C$ 범위의 온도에서 수행된다.
- [0052] 몇몇 경우에는, 다이스가 하나씩 시험되며 개개의 다이가 척(chuck)에 고정된다. 상기 척은 그 설계의 일부로서 다이를 냉각하는 설비를 제공한다. 다른 경우에는, 여러 다이스가 척에 고정되고 순차적으로 또는 동시에 시험된다. 이러한 상황에서, 척은 시험 과정 중 여러 다이스를 냉각시킨다. 고온 조건 하에서의 그 성능 특성을 결정하기 위하여 고온에서 다이스를 시험하는 것이 유리할 수 있다. 이 경우, 실온보다 꽤 더 높은 온도에서 냉각 특성이 우수한 열전달 유체가 유리하다. 몇몇 경우, 다이스가 매우 낮은 온도에서 시험된다. 예를 들어, 특히 상보성 금속 산화막 반도체(complementary metal-oxide semiconductor; "CMOS") 디바이스는 더 낮은 온도에서 더 신속하게 작동한다. 만약 자동 시험 장비(automated testing equipment; ATE)가 영구 논리 하드웨어의 부품으로서 "기관 상의(on board)" CMOS 디바이스를 이용한다면, 논리 하드웨어를 저온으로 유지하는 것이 유리할 수 있다.
- [0053] 따라서, ATE에 최대 다능성(versatility)을 주기 위해서, 열전달 유체는 전형적으로 저온 및 고온 둘 모두에서 잘 작동하고(즉, 전형적으로 넓은 온도 범위에 걸쳐 양호한 열전달 특성을 가지고), 불활성이고(즉, 불연성이고, 독성이 낮으며, 화학적으로 비반응성이고), 높은 절연 내력을 가지고, 환경적 영향이 낮으며, 전체 작동 온도 범위에 걸쳐 예측가능한 열전달 특성을 갖는다.
- [0054] 다른 실시 형태에서, 본 디바이스에는 에칭기가 포함될 수 있다. 에칭기는 약 $70^\circ C$ 내지 약 $150^\circ C$ 범위의 온도에 걸쳐 작동할 수 있다. 전형적으로, 에칭 동안, 반응성 플라즈마를 이용하여 특징부를 반도체 내로 이방성 에칭을 한다. 반도체는 규소 웨이퍼를 포함하거나 또는 II-VI족 또는 III-V족 반도체를 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 예를 들어 반도체 재료는 예를 들어 GaAs, InP, AlGaAs, GaInAsP, 또는 GaInNAs와 같은 III-V족 반도체 재료를 포함할 수 있다. 다른 실시 형태에서, 제공된 방법은, 예를 들어 카드뮴, 마그네슘, 아연, 셀레늄, 텔루륨, 및 그들의 조합을 포함할 수 있는 재료와 같은 II-VI족 반도체 재료를 에칭하기에 유용하다. 예시적인 II-VI족 반도체 재료는 CdMgZnSe 합금을 포함할 수 있다. CdZnSe, ZnSSe, ZnMgSSe, ZnSe, ZnTe, ZnSeTe, HgCdSe 및 HgCdTe와 같은 다른 II-VI족 반도체 재료는 또한 제공된 방법을 이용하여 에칭될 수 있다. 가공될 반도체는 전형적으로 일정한 온도에서 유지된다. 따라서, 전체 온도 범위에 걸쳐 단일 상을 가질 수 있는 열전달 유체가 전형적으로 사용된다. 부가적으로, 온도가 정확히 유지될 수 있도록 하기 위하여 전형적으로 열전달 유체는 전체 범위에 걸쳐 예측가능한 성능을 갖는다.
- [0055] 다른 실시 형태에서, 디바이스에는 약 $40^\circ C$ 내지 약 $150^\circ C$ 범위의 온도에 걸쳐 작동하는 애싱기가 포함될 수 있다. 애싱기는 포지티브 또는 네거티브 포토레지스트로 만들어진 감광성 유기 마스크를 제거할 수 있는 디바이스이다. 이들 마스크는 에칭된 반도체 상에 패턴을 제공하기 위하여 에칭 동안 사용된다.
- [0056] 일부 실시 형태에서, 디바이스에는 약 $40^\circ C$ 내지 약 $80^\circ C$ 범위의 온도에 걸쳐 작동할 수 있는 스테퍼가 포함될 수 있다. 스테퍼는 반도체 제조에서 사용되는 포토리소그래피의 필수 구성요소이며, 여기서 제조에 필요한 레티클이 생성된다. 레티클은 전체 웨이퍼 또는 마스크를 노출시키기 위하여 스테퍼를 사용하여 스테핑되고 반복

될 필요가 있는 패턴 이미지를 포함하는 틀이다. 레티클은 감광 마스크를 노출시키는 데 필요한 명암의 패턴을 생성하기 위하여 사용된다. 스테퍼에서 사용되는 필름은 전형적으로 완성된 레티클의 양호한 성능을 유지하기 위하여 +/- 0.2°C의 온도 범위 내에서 유지된다.

[0057] 또 다른 실시 형태에서, 디바이스에는 약 50°C 내지 약 150°C 범위의 온도에 걸쳐 작동할 수 있는 플라즈마 강화 화학 증착(plasma enhanced chemical vapor deposition; PECVD) 챔버가 포함될 수 있다. PECVD 공정에서는, 산화규소, 질화규소 및 탄화규소 필름이 규소 및 1) 산소; 2) 질소; 또는 3) 탄소 중 어느 하나를 함유하는 시약 가스 혼합물 내에서 개시되는 화학 반응에 의해 웨이퍼 상에서 성장할 수 있다. 웨이퍼가 놓인 적은 각 선택된 온도에서 균일하고 일정한 온도로 유지된다.

[0058] 또 다른 실시 형태에서, 디바이스에는 마이크로프로세서를 비롯하여 프로세서와 같은 전자 디바이스가 포함될 수 있다. 이들 전자 디바이스가 더 강력하게 될수록, 단위 시간당 발생하는 열의 양이 증가한다. 따라서, 열 전달 메커니즘은 프로세서 성능에서 중요한 역할을 한다. 전형적으로 열전달 유체는 낮은 독성, 난연성(또는 불연성) 및 낮은 환경적 영향 뿐만 아니라 양호한 열전달 성능, 양호한 전기적 상용성(냉각관을 사용하는 것과 같은 "간접 접촉" 응용에 사용되더라도)을 갖는다. 양호한 전기적 상용성은 열전달 유체 후보 물질이 높은 절연 내력, 높은 부피 저항 및 극성 물질에 대한 불량한 용해성을 나타낼 것을 필요로 한다. 부가적으로, 열전달 유체는 양호한 기계적 상용성을 나타내어야 하며, 즉 열전달 유체 후보 물질은 전형적인 구성 물질에 불리한 방식으로 영향을 주지 말아야 한다.

[0059] 제공된 디바이스는 본 명세서에서 냉각되거나 가열되거나 또는 선택된 온도로 유지되는 구성요소, 가공물, 조립품 등으로 정의된다. 그러한 디바이스는 전기적 구성요소, 기계적 구성요소 및 광학적 구성요소를 포함한다. 본 발명의 디바이스의 예에는 마이크로프로세서, 반도체 디바이스를 제조하기 위하여 사용되는 웨이퍼, 전력 제어 반도체 배전 스위치 기어, 전력 변압기, 회로 기판, 멀티-칩 모듈, 패키징되거나 또는 패키징되지 않은 반도체 디바이스, 화학 반응기, 연료 전지 및 레이저가 포함되지만, 이로 한정되지 않는다.

[0060] 제공된 장치에는 열전달 메커니즘이 포함된다. 열은 열전달 메커니즘을 디바이스와 열 접촉되도록 위치시킴으로써 전달된다. 열전달 메커니즘은 디바이스와 열 접촉되도록 위치되었을 때 디바이스로부터 열을 제거하거나 디바이스에 열을 공급하거나 디바이스를 선택된 온도로 유지시킨다. (디바이스로부터 또는 디바이스로의) 열 흐름의 방향은 디바이스와 열전달 메커니즘 사이의 상대 온도차에 의해 결정된다. 제공된 장치에는 냉동 시스템, 냉각 시스템, 시험 장비, 및 기계 가공 장비가 또한 포함될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 제공된 장치는 항온조 또는 열충격 시험조일 수 있다.

[0061] 열전달 메커니즘에는 제공된 열전달 유체가 포함된다. 부가적으로, 열전달 메커니즘은 열전달 유체를 관리하기 위한 설비를 포함할 수 있는데, 이에겐 펌프, 밸브, 유체 보관 시스템, 압력 제어 시스템, 응축기, 열 교환기, 열원, 히트 싱크, 냉동 시스템, 능동 온도 제어 시스템, 및 수동 온도 제어 시스템이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 적합한 열전달 메커니즘의 예는 PECVD 튜 내의 온도 제어형 웨이퍼 척, 다이 성능 시험용의 온도 제어형 시험 헤드, 반도체 공정 장비 내의 온도 제어 작업 영역, 열충격 시험조용 액체 저장소, 및 항온조를 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 항온조는 전형적으로 넓은 온도 범위에 걸쳐 작동된다. 따라서, 바람직한 열전달 유체는 넓은 액체 범위 및 양호한 저온 열전달 특성을 갖는 것이 바람직하다. 그러한 특성을 갖는 열전달 유체는 항온조에 대하여 매우 넓은 작동 범위를 허용한다. 전형적으로, 대부분의 시험 유체는 넓은 온도 극한치에 대해서는 유체 교환(fluid change-out)을 필요로 한다. 또한, 양호한 온도 제어는 열전달 유체의 물리적 특성을 정확히 예측하는 데 필수적이다.

[0062] 다른 태양에서, 디바이스를 제공하는 단계 및 메커니즘을 이용하여 열을 디바이스에 전달하거나 또는 디바이스로부터 전달하는 단계를 포함하는 열전달 방법이 제공된다. 메커니즘에는 본 명세서에 개시된 플루오로에테르 다이케톤과 같은 열전달 유체가 포함될 수 있다. 제공된 방법은 증기상 납땜을 포함할 수 있으며, 여기서 디바이스는 납땜할 전기적 구성요소이다.

[0063] 본 발명의 목적 및 이점은 하기의 실시예에 의해 추가로 예시되지만, 이들 실시예에 인용된 특정 재료 및 그 양뿐만 아니라 기타 조건이나 상세 사항은 본 발명을 부당하게 제한하는 것으로 해석되어서는 안된다.

[0064] 실시예

[0065] 달리 나타내지 않는다면, 모든 용매 및 시약을 미국 위스콘신주 밀워키 소재의 알드리치 케미칼 컴퍼니(Aldrich Chemical Co.)로부터 입수할 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "노백-7200"은 에틸 퍼플루오로부틸 에테르를 말하며, 미국 미네소타주 세인트폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니로부터 입수가능하다. 또한 본 명세서에 사용되

는 바와 같이, "HFPO"는 헥사플루오로프로펜 옥사이드를 말하며, "HFP"는 헥사플루오로프로펜을 말한다. "다이글라임(Diglyme)"은 다이에틸렌 글리콜 다이메틸 에테르를 말한다.

- [0066] 실시예 1: 1,1,1,2,4,5,5,6,6-노나플루오로-2-헵타플루오로프로필옥시-6-(1,3,4,4,4-펜타플루오로-3-헵타플루오로프로필옥시-2-옥소-1-트라이플루오로메틸-부톡시)-4-트라이플루오로메틸-헥산-3-온의 제조.
- [0067] 2,2,3-트라이플루오로-3-트라이플루오로메틸-부탄다이오일 다이플루오라이드를 본질적으로 미국 특허 제 2,713,593호(브라이스(Brice) 등) 및 문헌[R.E. Banks, Preparation, Properties and Industrial Applications of Organofluorine Compounds, pages 19-43, Halsted Press, New York (1982)]에 기재된 유형의 시몬스(Simons) ECF 셀 내에서 다이메틸 이타코네이트의 전기화학적 플루오르화에 의해 제조하였다. 이러한 이산 플루오라이드(107.3 g, 0.44 mol), 플루오르화칼륨(5.4 g, 0.093mol, 알드리치) 및 다이글라임(30 g, 알드리치)을 600 ml 파르(Parr) 반응기에서 배합하였다. 헥사플루오로프로필렌 옥사이드(73.75 g, 0.44 mol, 듀폰(DuPont))는 온도가 12°C 미만으로 남아있도록 그리고 압력이 68.9 kPa(10 psig) 미만으로 남아있도록 하는 속도로 반응기에 가스로서 첨가하였다. HFPO의 첨가는 2시간 후에 완료하였다. 첨가 후 1시간 동안 혼합물을 교반시켰다. 이어서 불균질 생성물 용액을 여과시키고, 하부의 플루오로에테르 생성물 상을 다이글라임 상으로부터 분리하였다. 총 103.8 g의 2,3,3,4,4-헵타플루오로-4-(1,2,2,2-테트라플루오로-1-플루오로카르보닐-에톡시)-2-트라이플루오로메틸-부틸릴 플루오라이드 $FC(O)CF(CF_3)CF_2CF_2OCF(CF_3)C(O)F$ 를 단리하였다. 이어서, 600 ml 파르 반응기에서 70 g의 단리된 산 플루오라이드(0.17 mol)를 1,1,1,2,2,3,3-헵타플루오로-3-트라이플루오로비닐옥시-프로판(95.7 g, 0.36 mol, 다이네온(Dyneon)), 플루오르화세슘(12.8 g 0.085 mol) 및 100 g의 다이글라임 용매와 배합하였다. 혼합물을 24시간 동안 75°C로 가열하였다. 이어서 반응 혼합물을 여과하고, 하부의 플루오로에테르 생성물 상을 용매로부터 분리하였다. 생성물을 동심관 컬럼을 이용하여 분별 증류에 의해 정제하였다. 생성물 질량을 GC/MS로 확인하였다.
- [0068] 실시예 2: $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)OCF_2CF_2CF_2OCF(CF_3)C(O)CF(CF_3)_2$ (III) 및 그 이성체 (VI)의 제조.
- [0069] 전구체 $FOCCF_2CF_2COF$ 의 제조.
- [0070] 미국 특허 제2,713,593호(브라이스 등) 및 문헌[R.E.Banks, Preparation, Properties and Industrial Applications of Organofluorine Compounds, pages 19-43, Halsted Press, New York (1982)]에 기재된 유형의 시몬스 ECF 셀에서 부티로락톤의 전기화학적 플루오르화에 의해 테트라플루오로석시닐 플루오라이드를 제조하였다. 분별 증류에 의한 정제에 의해, GC-FID, GC/MS, 1H -NMR 및 ^{19}F -NMR 분석으로 결정할 경우 94.3%의 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 및 4.92%의 퍼플루오로부티로락톤인 물질을 제공하였다.
- [0071] 중간체 $FOCCF(CF_3)OCF_2CF_2CF_2OCF(CF_3)COF$, 이성체 및 더욱 고급의 올리고머의 제조.
- [0072] 청결한 건조 400 ml 스테인리스강 재킷형(jacketed) 파르 가압 반응기에 스프레이 건조 플루오르화칼륨(1.6 g) 및 무수 다이글라임(27 g)을 충전시켰다. 용기를 밀봉하고, -25°C로 설정된 FTS 시스템 냉동 순환조를 사용하여 냉각시켰다. 테트라플루오로석시닐 플루오라이드(191.5 g)를 충전 실린더로부터 액체로 밀봉 반응기에 첨가하였다. 냉동 순환조는 HFPO(314 g)의 8시간 첨가 동안 16°C로 설정하였다. 첨가 동안의 반응물의 온도는 대략 18-21°C의 범위였다. 반응물을 16시간 동안 주위 온도에서 유지하고, 그 후 냉동 유닛을 다시 켜고, 반응기를 16°C로 냉각시키고, 나머지 HFPO(53.2 g)를 2.5시간에 걸쳐 첨가하였다. 1시간의 반응 및 상들을 분리시키는 1시간의 유지 시간 후, 하부의 HFPO 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물 상을 배출시켰다(530 g). GC 및 GC/MS 분석은 하기 성분들을 보여주었다.
- [0073] 물질 GC 면적 %
- [0074] 1-1 HFPO 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물 4.15
- [0075] 2-1 HFPO 대칭형 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물 47.61
- [0076] 2-1 HFPO 비대칭형 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물 16.68
- [0077] 3-1 HFPO 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물 19.90
- [0078] 4-1 HFPO 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물 6.00
- [0079] 기타 화합물 5.66

- [0080] $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)OCF_2CF_2CF_2OCF(CF_3)C(O)CF(CF_3)_2$ 및 그 이성체 (III) 및 (VI)의 제조.
- [0081] 청결한 건조 600 ml 스테인리스강 파르 가압 반응기에 스프레이 건조 플루오라이드칼륨(13 g), 무수 다이글라임 (156 g), 노백-7200(185.6 g) 및 HFPO 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물(105 g)을 충전시켰다. 이 용기를 밀봉하고, 75°C로 가열하였다. HFP(73.8 g)를 5시간에 걸쳐 첨가하고, 16시간 동안 반응시켰다. HFP(40.6 g)의 두 번째 충전물을 추가의 3시간에 걸쳐 첨가하고, 3시간의 유지 후 반응을 완료하였다. 혼합물을 실온으로 냉각시키고, 5.33 kPa(40 mm Hg) 진공 1플레이트 증류용으로 셋업한 1리터 둥근 바닥 플라스크로 옮겼다. 혼합물을 75°C로 가열하여 노백-7200을 제거하였다. 플라스크 내용물을 주위 온도로 냉각시키고, 500 ml 분리 깔때기로 옮겼다. 약 1시간 후, 하부의 플루오로에테르 상을 분리하고, 대략 동일한 부피의 2 N HCl 용액으로 1회 세척하여 하부의 플루오로에테르 상 145 g을 회수하였다. 원하는 물질들의 두 이성체는 GC-FID 및 GC/MS 분석으로 결정할 경우 50.9%의 순도로 얻었다. 다양한 HFPO 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물에 상응하는 다른 다이케톤들은 나머지 물질을 구성하였다. 다이케톤 이성체 혼합물을 증류에 의해 추가로 정제하고, 조성물을 GC-FID, GC/MS, 1H -NMR 및 ^{19}F -NMR 분석으로 확인하였더니 이는 비등점이 211.6°C인 하기의 두 이성체를 함유하였다.
- [0082] $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)OCF_2CF_2CF_2OCF(CF_3)C(O)CF(CF_3)_2$ 대략
- [0083] 74.9% $(CF_3)_2CFC(O)CF_2CF_2CF_2OCF(CF_3)CF_2OCF(CF_3)C(O)CF(CF_3)_2$ 대략 20.9%
- [0084] 실시예 3: $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)OCF_2CF_2CF_2OCF(CF_3)CF_2OCF(CF_3)C(O)CF(CF_3)_2$ (IV)의 제조.
- [0085] 실시예 2의 반응 혼합물로부터의 더욱 높은 비등점의 분획물의 재분별에 의해 3-1 HFPO 테트라플루오로석시닐 플루오라이드 부가물로부터 유도된 다이케톤 30 g을 생성하였으며, 이는 GC 및 GC/MS 분석으로 결정할 경우 대략 96.1 %의 3-1 다이케톤을 함유하였고, 비등점은 대략 243°C였다.
- [0086] 실시예 4: $(CF_3)_2CFC(O)CF_2CF_2CF_2OCF(CF_3)C(O)CF(CF_3)_2$ (V)의 제조.
- [0087] 청결한 건조 600 ml 스테인리스강 파르 가압 반응기에 플루오르화세슘(6 g) 및 무수 다이글라임(20 g)을 충전시켰다. 용기를 밀봉하고, -25°C로 설정된 FTS 시스템 냉동 순환조를 사용하여 냉각시켰다. 테트라플루오로석시닐 플루오라이드(95.4 g, 81.3%의 순도)를 충전 실린더로부터 반응기에 첨가하였다. 헥사플루오로프로펜 옥사이드(73.8 g)의 19시간 첨가 동안 냉동 순환조를 -11°C로 설정하였다. 이어서 반응기를 80°C로 가열하고, 헥사플루오로프로펜(153 g)을 24시간에 걸쳐 첨가하였다. 반응기 내용물을 주위 온도로 냉각시키고, 500 ml 분리 깔때기로 옮겼다. 하부의 플루오로에테르 상을 분별하여, GC-FID 및 GC/MS 분석으로 결정할 경우 96.4%의 원하는 물질을 함유하는 24 g을 생성하였다.
- [0088] 본 발명의 범주 및 사상으로부터 벗어나지 않고도 본 발명에 대한 다양한 변형 및 변경이 당업자에게 명백하게 될 것이다. 본 발명은 본 명세서에 개시된 예시적 실시 형태 및 실시예로 부당하게 제한하고자 하는 것이 아니며, 그러한 실시예 및 실시 형태는 단지 예시의 목적으로 제시되고, 본 발명의 범주는 이하의 본 명세서에 개시된 특허청구범위로만 제한하고자 함을 이해하여야 한다. 본 개시 내용에 인용된 모든 참고 문헌은 전체적으로 본 명세서에 참고로 포함된다.