(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0117350
(43) 공개일자 2015년10월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
*C11D 3/386* (2006.01) *C11D 3/22* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0042481
(22) 출원일자 2014년04월09일
심사청구일자 2014년04월09일

(71) 출원인
**인하대학교 산학협력단**
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
**김은기**
서울 양천구 목동서로 38, 131동 506호 (목동, 목동신시가지아파트1단지)
**안창하**
울산 북구 달천로 95, 304동 102호 (달천동, 그린카운티3차)
(74) 대리인
**김순웅**

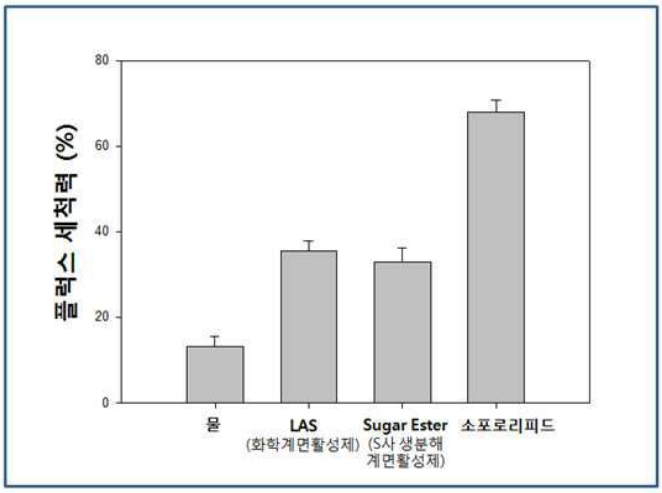
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 **소포로리피드를 유효성분으로 함유하는 산업 세정액 조성물**

## (57) 요 약

본 발명은 소포로리피드를 유효성분으로 함유하는 산업 세정액 조성물에 관한 것이다. 본 발명의 세정액 조성물은 미생물 계면활성제를 사용한 저독성, 친환경 세정액 조성물로 세정 효과가 우수하여 반도체 및 전자회로, 금속 및 고분자 재료 분야의 제조, 가공, 후처리 등의 공정에서 유성, 기타 오염물질 및 플럭스 등의 제거에 폭넓게 적용될 수 있으며, 특히, 반도체 PCB 기판의 세정용으로 사용될 수 있다.

*대 표 도* - 도1



# 명 세 서

## 청구범위

### 청구항 1

소포로리피드를 유효성분으로 함유하는 세정액 조성물.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 소포로리피드는 칸디다봄비콜라(Candida bombicola)를 생산 균주로 하는 것을 특징으로 하는, 세정액 조성물.

### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 소포로리피드는 탄소수 10~18개인 지방산으로부터 생산되는 것을 특징으로 하는, 세정액 조성물.

### 청구항 4

제3항에 있어서, 상기 지방산은 카프르산(Capric acid)(C10), 라우르산(Lauric acid)(C12), 미리스트산(Myristic acid)(C14), 팔미트산(Palmitic acid)(C16), 스테아르산(Stearic acid)(C18) 또는 올레산(Oleic acid)인 것을 특징으로 하는, 세정액 조성물.

### 청구항 5

제3항 또는 제4항에 있어서, 상기 지방산은 배양 전 메틸에스테르화(methyl esterification)되는 것을 특징으로 하는, 세정액 조성물.

### 청구항 6

제1항에 있어서, 상기 조성물은 반도체 및 전자회로 세정에 사용되는 것을 특징으로 하는, 세정액 조성물.

### 청구항 7

제6항에 있어서, 상기 조성물은 반도체 PCB 기판용 세정액 조성물인 것을 특징으로 하는, 세정액 조성물.

## 발명의 설명

### 기 술 분 야

[0001] 본 발명은 소포로리피드를 유효성분으로 함유하는 산업 세정액 조성물에 관한 것이다.

### 배 경 기 술

[0002] 계면활성제는 분자 내에 친수기와 소수기를 함께 갖는 양친매성 분자로서, 계면에 선택적으로 흡착하여 계면의 성질을 변화시키는 것과 함께 매질 중에 배양한 분자 집합체를 형성한다. 이 때문에 습윤, 침투, 기포, 유화, 가용화, 분산, 응집이나 세정의 작용 이외에 대전방지, 윤활, 항균제 등의 역할을 한다. 지금까지의 계면활성제는 성능향상을 목적으로 연구되어 왔다. 그 결과 여러 응용 분야에 사용될 수 있는 우수한 계면활성제를 만들어 낼 수 있으나 석유에 의해 생산되기 때문에 독성, 환경문제 등을 유발할 수 있어 환경에 관심이 많아진 현재에는 문제로 대두되고 있다. 따라서, 호모, 곰팡이, 박테리아 등 미생물에 의해 생산 되는 생분해성 계면활성제의 관심이 증가되고 있다.

[0003] 미생물 계면활성제는 화학적 계면 활성제와 비교하여, 낮은 독성(lower toxicity), 높은 분해성(higher biodegradability), 환경 친화성(better environmental compatibility), 표면장력 저하능력, 온도, 압력 및 pH에 대한 안정성 등 큰 장점을 가지고 있어 화장품, 의약품, 원유의2차 회수, 환경정화 등 광범위하게 응용될 수 있다. 미생물 계면활성제의 소수성 부분은 대게 선형 포화 탄화수소로 이루어지며 친수성 부분은 당 또는 아미노산으로 구성된다. 미생물 계면활성제의 구분은 생산 균주에 의해 ① bacterial surfactants, ② yeast

surfactants, ③ fungal surfactants로 크게 구분할 수 있으며 친수기 및 소수기의 구성에 따라 ① glycolipids, ② lipopeptides, ③ fatty acids, ④ neutral lipids, ⑤ phospholipids, ⑥ polymeric surfactants, ⑦particulate surfactants로 나뉠 수 있다. 소포로리피드(sophorolipid)는 이당류인 소포로스(sophorose)에 지방이 결합된 형태로서 일차 탄소원인 글루코오스가 소포로스를 제공하고 이차탄소원인 오일(oil)이 리피드 부분을 생성한다. 소포로리피드와 같은 당지질 계면활성제는 추출공정 후, 점도가 매우 높은 반고체성의 물질로 취급이 매우 어렵고 제품으로서의 사용성이 좋지 않은 단점이 있다. 이러한 단점을 해결하고자 여러 문헌에서는 소포로리피드에 polyhydric alcohol을 다량 첨가함으로써 소포로리피드 유도체를 합성하였다. 또한, 소포로리피드에서 수분을 제거하거나, 지방산에스터를 만드는 방법, 당지질 에스터 생산방법 등 생산 이후에 화학적 변화를 통해서 물성을 향상시키는 방법 등이 특허화 되어있다. 이러한 소포로리피드 유도체들은 세제 및 유화제로서 흡수성과 친수성이 뛰어나게 좋은 성질을 갖고 있어 화장품을 비롯하여 화장비누, 치약 및 기타 세제제품에 생체계면활성제 또는 보습제로서 이용되고 있으며 일반 화학합성 계면활성제와는 달리 사용할 때 인체에 대한 부작용이 거의 없으며 생분해가 뛰어난 우수한 특성을 지닌 물질이다. 그리고 소포로리피드는 다양한 기질에서 다양한 범위의 수율로 생산되어진다. soybean, corn, canola, safflower, sunflower, olive 그리고 hyfrocarbon 등을 기질로 사용되어 최대 200g/l의 수율을 얻을 수 있음이 보고되었다. 생산단가는 SDS, LAS의 약 2배에 해당하지만, 최근에는 식품부산물인 폐유 등의 값싼 기질을 이용하여 높은 수율로 생산됨이 연구되어 경제적으로 화학 계면활성제와 가격 면에서 뛰어난 경쟁력을 가지고 있다

[0004] 한편, 산업 세정은 제품의 품질, 가치, 성능, 기능, 순도를 향상시키기 위한 목적으로, 거의 모든 산업 분야에 적용된다. 산업세정에 사용되는 대부분의 화학합성 계면활성제는 사용 후, 낮은 생분해성, 높은 독성 등을 보여 환경을 오염시키고 있으며, 이러한 이유로, 국제적으로 화학 세정제들의 사용을 규제하는 추세이다.

[0005] 본 발명자들은 미생물 계면활성제를 이용한 산업 세정액 조성물을 개발하기 위하여 연구하던 중, 소포로리피드를 계면활성제로 이용한 세정액 조성물의 세정효과가 우수함을 확인하고, 본 발명을 완성하였다.

## *발명의 내용*

### *해결하려는 과제*

[0006] 본 발명의 목적은 소포로리피드를 유효성분으로 함유하는 산업 세정액 조성물을 제공하는 것이다.

### *과제의 해결 수단*

[0007] 본 발명은 소포로리피드를 유효성분으로 함유하는 산업 세정액 조성물을 제공한다.

### *발명의 효과*

[0008] 본 발명의 세정액 조성물은 미생물 계면활성제를 사용한 저독성, 친환경 세정액 조성물로 세정 효과가 우수하여 반도체 및 전자회로, 금속 및 고분자 재료 분야의 제조, 가공, 후처리 등의 공정에서 유성, 기타 오염물질 및 플럭스 등의 제거에 폭넓게 적용될 수 있으며, 특히, 반도체 PCB 기판의 세정용으로 사용될 수 있다.

### *도면의 간단한 설명*

[0009] 도 1은 본 발명에 따른 세정액 조성물의 플럭스 세척력을 나타낸 도이다.

### *발명을 실시하기 위한 구체적인 내용*

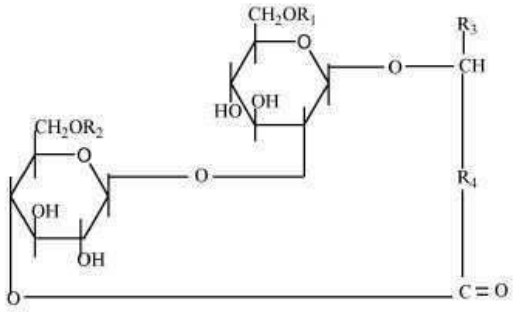
[0010] 본 발명은 소포로리피드를 유효성분으로 함유하는 산업 세정액 조성물을 제공한다.

[0011] 이하 본 발명에 관하여 상세히 설명한다.

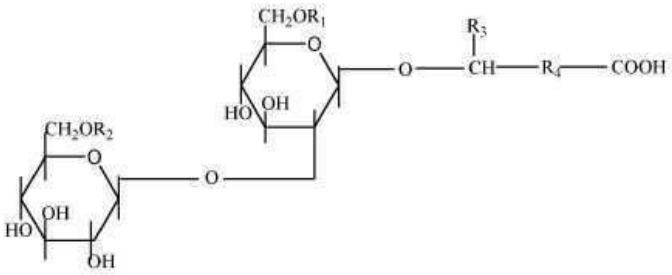
[0012] 본 발명의 유효성분인 소포로리피드는 하기와 같은 일반구조를 가지고 있는 바, 크게 (1)과 같은 락톤형 및 (2)와 같은 산형이 존재한다. 하기 구조식에서 $R_1$ 와 $R_2$ 는 H 또는 $COCH_3$ 이고, $R_3$는 H 또는 $CH_3$ 이다. $R_4$는 $R_3$가 H일 때, 탄소수가 12 내지 16인 포화 혹은 불포화 탄화수소기이고, $R_3$가 $CH_3$일 때, 탄소수가 11 내지 15인 포화 혹은 불포화 탄화수소기이다.

[0013] <일반 구조식>

(1)



(2)



[0014]

[0015] 본 발명에서 생산된 소포로리피드는 락톤형에 해당하며, 락톤형의 구조식은 일반적으로 상기 일반 구조식 (1)과 같은 환형태의 구조를 보인다. (확인하여 주시기 바랍니다.)

[0016] 본 발명에서 생산된 소포로리피드는 생산 균주로서 효모인 칸디다 봄비콜라(Candida bombicola), 칸디다 보고리엔시스(Candida bogoriensis), 칸디다 그로펜기세리(Candida gropengisseri), 칸디다 아피콜라(Candida apicola), 칸디다 페트롤리움(Candida petrollium), 토룰롭시스 마그놀리애(Torulopsis magnoliae), 토룰롭시스 아피콜라(Torulopsisapicola), 토룰롭시스 봄비콜라(Torulopsis bombicola), 스타르메렐라 봄비콜라(Starmerella bombicola) 및 비커하미엘라 도메리퀴애(Wickerhamiella domericqiae)일 수 있으며 칸디다 봄비콜라(Candida bombicola)를 사용하는 것이 바람직하나 이에 한정되는 것은 아니다.

[0017] 상기 소포로리피드는 배양 시 이차 기질로 첨가되는 지방산의 종류에 따라 지방 사슬 부분의 물리적 구조가 달라지며 물성 또한 달라진다.

[0018] 본 발명의 소포로리피드는 탄소수 10~18개인 지방산으로부터 생산되며, 상기 지방산은 카프르산(Capric acid)(C10), 라우르산(Lauric acid)(C12), 미리스트산(Myristic acid)(C14), 팔미트산(Palmitic acid)(C16), 스테아르산(Stearic acid)(C18) 또는 올레산(Oleic acid)(C18:1)이 바람직하나 이에 한정되는 것은 아니다.

[0019] 상기 지방산은 배양 전 메틸에스테르화(methyl esterification)되며, 메틸에스테르화된 지방산 메틸 에스테르를 n-헥사인을 이용하여 추출한다. 추출된 지방산 메틸 에스테르를 소포로리피드 생산을 위한 2차 기질로서 이용하여 생물전환적 생산단계를 통해 소포로리피드가 생산된다.

[0020] 본 발명의 세정액 조성물은 화학합성 계면활성제와 유사한 오염포 세척력을 나타내며, 화학합성 계면활성제보다 더 우수한 PCB 기판에서의 플럭스 세척력을 나타낸다. 특히 탄소수 10~14개인 중쇄지방산 소포로리피드의 경우 탄소수 16~18개인 장쇄 지방산 소포로리피드보다 플럭스 세척력이 더욱 우수하여 전자기판 세정분야에서 효과가 좋은 세정제로 사용될 수 있다.

[0021] 본 발명의 세정액 조성물은 미생물 계면활성제를 사용한 저독성, 친환경 세정액 조성물로 세정 효과가 우수하여 반도체 및 전자회로, 금속 및 고분자 재료 분야의 제조, 가공, 후처리 등의 공정에서 유성, 기타 오염물질 및 플럭스 등의 제거에 폭넓게 적용될 수 있으며, 바람직하게는 반도체 PCB 기판의 세정용으로 사용될 수 있다.

[0022] 이하 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예 및 실험예를 제시한다. 그러나 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 이에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.

[0023] **실시예 1. 소포로리피드의 제조**

[0024] **1-1. 지방산의 메틸에스터화**

[0025] 소포로리피드의 생산을 위하여 탄소사슬의 길이가 각기 다른 지방산을 2차 기질로 사용하였다. 카프르산(Capric acid)(10:0), 라우르산(Lauric acid)(12:0), 미리스트산(Myristic acid)(14:0), 팔미트산(Palmitic acid)(16:0), 스테아르산(Stearic acid)(18:0)을 사용하였으며 지방산의 독성 제거를 위해 밀폐된 용기에 메탄올 300ml, 지방산 6g, 황산 4.9ml를 첨가한 뒤 65℃에서 4시간 반응시켜 지방산을 메틸화(methylation)하였다. 반응 후 메틸화된 지방산에 100ml의 헥산을 넣고 분별깔때기를 이용해 층 분리 후 환류증발장치(rotary vaccum evaporator)(EYELA, N-1000)를 이용하여 메틸 에스터화하였다.

[0026] **1-2. 사용 균주 및 배양 조건**

[0027] 소포로리피드 생산 균주로서 칸디다봄비콜라(Candida bombicola)(ATCC 22214)를 사용하였으며, 배지는 전배양을 위해 YM(Yeast Mold broth)을 사용하였다. 본배양은 소포로리피드 생산 배지를 사용하였으며, 그 조성은 하기 표 1에 나타내었다.

*표 1*

[0028]

| 성분 | 함량(1L) |
|---|---|
| 글루코오스 | 50g |
| 지방산 | 50g |
| 효모 추출물 | 5g |
| $KH_2PO_4$ | 1g |
| 펩톤 | 0.7g |
| $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ | 0.5g |
| $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ | 0.1g |
| NaCl | 0.1g |

[0029] 5ml의 YM배지(30ml 시험관)에 2%(w/v) 균주를 접종하여 25℃에서 200rpm으로 진탕배양기(shaking incubator)를 이용하여 전배양한 후, 100ml의 생산배지(500ml flask)로 옮겨 2%(w/v) 접종하고, 25℃에서 200rpm으로 호기성 조건에서 20일간 배양하였다.

[0030] **1-3. 잔여 지방산 제거 및 소포로리피드 추출**

[0031] 배양이 끝난 후 잔여 지방산의 제거를 위하여 100ml의 배양액에 200ml의 헥산을 넣고 잘 섞어준 후, 지방산이 녹아 있는 헥산층을 분별깔때기를 이용해 분리하여 환류증발장치(rotary vaccum evaporator)를 이용하여 헥산을 증발시켜 잔여 지방산의 양을 측정하였다.

[0032] 잔여 지방산을 제거한 후에는 소포로리피드의 추출을 위하여 100ml의 배지에 200ml의 에틸아세테이트를 넣고 잘 섞어준 후 소포로리피드가 녹아 있는 에틸아세테이트층을 분별깔때기를 이용하여 분리하였다. 분리 후 환류증발장치를 이용하여 에틸아세테이트를 증발시켜 크루드(crude) 소포로리피드를 추출하였다. 3회 반복하여 추출하고 그 건조 중량을 측정하였다.

[0033] **실험예 1. 세척력 측정**

[0034] 물과 상기 실시예 1에서 제조한 0.2%의 소포로리피드 용액, 화학계면활성제인 0.2% LAS 및 SA 용액의 세척력을 측정하였다. 오염포는 원백포에 오일을 묻혀, 오일 오염포를 제작하여 사용하였으며, 각 용액 100ml에 오염포를 넣어 25℃에서 120rpm으로 교반하여 세탁한 후 원백포, 오염포, 세정포의 질량을 측정하여 하기 식과 같은 질량 측정법으로 세정률을 산출하였으며, 이를 표 2에 나타내었다.

[0035] 세정률(Detergengy, C) = W0-W2/W0-W1 x 100

[0036] [W0=오염포 중량, W1=원백포 중량, W2=세정포 중량]

표 2

[0037]

| | 물 | LAS | SA | C-18 | C-16 | C-14 | C-12 | C-10 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| C(%) | 76.66 | 85.88 | 82.92 | 82.17 | 82.41 | 82.30 | 82.22 | 82.94 |

[0038] 표 2에 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따른 소포로리피드는 화학합성 계면활성제인 LAS (Linear Alkylbenzene Sulfonate), SA(Sugar ester)와 비슷한 오염포 세척력을 나타내었다. 소포로리피드 간의 탄소사슬의 길이에 따른 특별한 오염포 세척력의 차이는 관찰되지 않았으며, 이는 중쇄지방산의 탄소사슬 길이도 오염물의 소수성 부분에 흡착되어 오염원을 제거하기에 충분하기 때문인 것으로 판단된다. 따라서 장쇄지방산 소포로리피드 및 중쇄지방산 소포로리피드는 모두 합성세제 대체용 천연세제로 유용하게 사용될 수 있음을 확인하였다.

[0039] 또한 전자기판에서 플럭스 세척력을 알아보기 위하여 PCB기판 위에 플럭스를 도포한 뒤, 위와 동일한 방법으로 세척하여 하기 식과 같은 질량측정법으로 플럭스 세정률을 산출하였으며, 이를 도 1 및 표 3에 나타내었다.

[0040] 세정률(Detergengy, C) = W0-W2/W0-W1 x 100

[0041] [W0=PCB기판+플럭스 질량, W1=PCB기판 질량, W2=세정 후 PCB기판 질량]

표 3

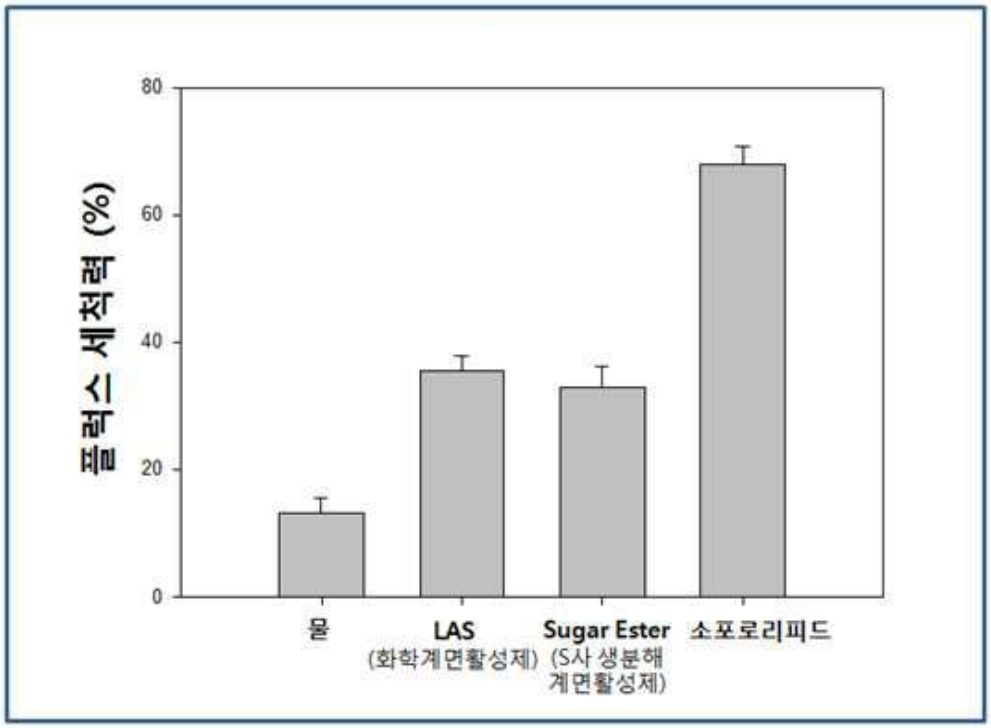
[0042]

| | 물 | LAS | SA | C-18 | C-16 | C-14 | C-12 | C-10 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| C(%) | 14.06 | 36.99 | 34.78 | 55.26 | 58.62 | 68.85 | 56.25 | 79.41 |

[0043] 도 1 및 표 3에 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따른 소포로리피드는 화학합성 계면활성제인LAS (Linear Alkylbenzene Sulfonate) 및 SA (Sugar ester) 보다 더 좋은 플럭스 세척력을 나타내었다. 특히, 본 발명에 따른 소포로리피드는 탄소사슬의 길이가 짧아 질수록 세정 효율이 증가하는 것을 확인하였다. 이는 소포로리피드의 탄소사슬 길이가 짧아질수록 물에 대한 용해도가 증가함에 따른 결과라고 판단된다. 따라서, 상기 실험 결과를 통해 중쇄지방산 소포로리피드가 산업현장에서 전자기판, 특히 PCB 기판의 플럭스 세정에 유용하게 이용될 수 있음을 확인하였다.

도면

도면1


플러스 세척력 (%)
80
60
40
20
0
물
LAS
(화학계면활성제)
Sugar Ester
(S사 생분해
계면활성제)
소포로리피드