



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0088723
(43) 공개일자 2022년06월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C11D 7/50 (2006.01) C11D 11/00 (2006.01)
H01L 51/56 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C11D 7/5004 (2013.01)
C11D 11/0029 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-7016224
(22) 출원일자(국제) 2020년10월08일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2022년05월13일
(86) 국제출원번호 PCT/IB2020/059479
(87) 국제공개번호 WO 2021/079223
국제공개일자 2021년04월29일
(30) 우선권주장
62/923,835 2019년10월21일 미국(US)

(71) 출원인
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
스미스 셴 엠
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
룬드버그 데이비드 제이
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
치우 자이-밍
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 포스트 오
피스 박스 33427 쓰리엠 센터
(74) 대리인
양영준, 조윤성, 김영

전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 기재로부터의 전계발광 재료의 제거

(57) 요약

조성물은 하기 구조식 I로 표시되는 하이드로플루오로티오에테르를 포함한다: Rf-S-Rh (I)(여기서, Rf는 2 내지 9개의 탄소 원자를 갖는 플루오르화 또는 퍼플루오르화된 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자 또는 염소 원자를 포함하고, Rh는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖는 비-플루오르화 탄화수소 기임). 본 조성물은 전계발광 재료를 추가로 포함한다.

(52) CPC특허분류

C11D 7/5009 (2013.01)

C11D 7/5018 (2013.01)

H01L 51/56 (2013.01)

Y02W 30/82 (2020.08)

명세서

청구범위

청구항 1

조성물로서,

하기 구조식 I로 표시되는 하이드로플루오로티오에테르:

[구조식 I]

Rf-S-Rh

(여기서, Rf는 2 내지 9개의 탄소 원자를 갖는 플루오르화 또는 퍼플루오르화된 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자 또는 염소 원자를 포함하고, Rh는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖는 비-플루오르화 탄화수소 기임); 및

전계발광 재료를 포함하는, 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, Rf는 2 내지 5개의 탄소 원자를 갖는 퍼플루오르화, 포화된 기인, 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, Rh는 CH_3 또는 CH_3CH_2 인, 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 전계발광 재료는 구리 (II) 프탈로시아닌, 이리듐, 또는 백금을 포함하는, 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 전계발광 재료는 조성물 중에 용해되는, 조성물.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 구조식 I을 갖는 화합물은 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 50 중량%의 양으로 조성물 내에 존재하는, 조성물.

청구항 7

기재로부터 전계발광 재료를 제거하는 방법으로서,

하기 구조식 I을 갖는 하이드로플루오로티오에테르와 기재를 접촉시키는 단계를 포함하는, 방법:

[구조식 I]

Rf-S-Rh

(여기서, Rf는 2 내지 9개의 탄소 원자를 갖는 플루오르화 또는 퍼플루오르화된 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자를 포함하고, Rh는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖는 비-플루오르화 탄화수소 기임).

청구항 8

제7항에 있어서, Rf는 2 내지 5개의 탄소 원자를 갖는 퍼플루오르화, 포화된 기인, 방법.

청구항 9

제7항 또는 제8항에 있어서, Rh는 CH_3 또는 CH_3CH_2 인, 방법.

청구항 10

제7항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 전계발광 재료는 구리 (II) 프탈로시아닌, 이리듐, 또는 백금을 포함하는, 방법.

청구항 11

제7항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 기제는 금속을 포함하는, 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 전계발광 재료는 금속의 외부 표면 상에 배치되는, 방법.

청구항 13

기재로부터 전계발광 재료를 제거하는 방법으로서,

NMP, NBP, 사이클로헥산, 및 IPA로 이루어진 군으로부터 선택되는 용매와 기제를 접촉시키는 단계; 및 하기 구조식 I을 갖는 하이드로플루오로티오에테르와 기제를 접촉시키는 단계를 포함하는, 방법:

[구조식 I]

Rf-S-Rh

(여기서, Rf는 2 내지 9개의 탄소 원자를 갖는 플루오르화 또는 퍼플루오르화된 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자를 포함하고, Rh는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖는 비-플루오르화 탄화수소 기임).

청구항 14

제13항에 있어서, 하이드로플루오로티오에테르와 기제를 접촉시키는 단계는 용매와 기제를 접촉시키는 단계 후에 수행되는, 방법.

청구항 15

제13항 또는 제14항에 있어서, Rf는 2 내지 5개의 탄소 원자를 갖는 퍼플루오르화, 포화된 기인, 방법.

청구항 16

제13항 내지 제15항 중 어느 한 항에 있어서, Rh는 CH_3 또는 CH_3CH_2 인, 방법.

청구항 17

제13항 내지 제16항 중 어느 한 항에 있어서, 전계발광 재료는 구리 (II) 프탈로시아닌, 이리듐, 또는 백금을 포함하는, 방법.

청구항 18

제13항 내지 제17항 중 어느 한 항에 있어서, 기제는 금속을 포함하는, 방법.

청구항 19

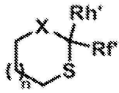
제18항에 있어서, 전계발광 재료는 금속의 외부 표면 상에 배치되는, 방법.

청구항 20

조성물로서,

하기 구조식 II로 표시되는 하이드로플루오로티오에테르:

[구조식 II]



(여기서, n은 0 또는 1이고;

X는 산소 원자 또는 황 원자이고;

(i) Rh'은 1 내지 4개의 탄소 원자 및 적어도 1개의 수소 원자를 갖는 부분 플루오르화 알킬 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자 또는 염소 원자를 포함하고; Rf'은 1 내지 4개의 탄소 원자를 갖는 퍼플루오로알킬 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자 또는 염소 원자를 포함하고; 또는

(ii) Rh' 및 Rf'은 함께 결합되어, 적어도 하나의 수소 원자를 갖고 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자 또는 염소 원자를 포함하는 5- 또는 6-원 플루오르화 고리를 형성함); 및

전계발광 재료를 포함하는, 조성물.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 기재(substrate)로부터 전계발광 재료를 제거하기 위한 조성물 및 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 금속 기재로부터 전계발광 재료를 제거하기 위한 다양한 조성물이, 예를 들어 미국 특허 제7,073,518호에 기재되어 있다.

발명의 내용

[0003] 일부 실시 형태에서, 조성물은 하기 구조식 I로 표시되는 하이드로플루오로티오에테르를 포함한다:

[0004] [구조식 I]

[0005] Rf-S-Rh

[0006] (여기서, Rf는 2 내지 9개의 탄소 원자를 갖는 플루오르화 또는 퍼플루오르화된 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자 또는 염소 원자를 포함하고, Rh는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖는 비-플루오르화 탄화수소 기임). 본 조성물은 전계발광 재료를 추가로 포함한다.

[0007] 본 발명의 상기의 요약은 본 발명의 각각의 실시 형태를 설명하고자 하는 것은 아니다. 본 발명의 하나 이상의 실시 형태의 상세 사항은 또한 하기의 설명에 기술된다. 본 발명의 다른 특징, 목적 및 이점은 하기의 설명과 청구범위로부터 명백하게 될 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

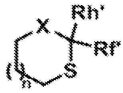
[0008] 유기 발광 다이오드(OLED) 제조 공정에서, 전계발광 재료가 금속 마스크 상에 침착되는(또는 달리 존재하는) 것이 일반적이다. 이러한 금속 마스크를 재사용하기 위해서는, 전계발광 재료를 제거해야 한다. 소정 용매, 예컨대 N-메틸-2-피롤리돈(NMP), N-2-부틸피롤리돈(NBP), 사이클로헥산, 또는 아이소프로필 알코올(IPA)이 금속 마스크로부터 전계발광 재료를 제거하는 데 사용될 수 있다. 전계발광 재료를 제거한 후에, 이어서 추가 용매(예를 들어, 하이드로플루오에테르 유체)를 사용하여 금속 마스크로부터 용매를 제거해야(예를 들어, 행구어 내야) 하는데, 그 이유는 그러한 초기 용매의 건조 시간이 그의 높은 비점으로 인해 용납할 수 없을 정도로 길기 때문이다. 게다가, 이들 용매의 사용은, 대체적으로 이들의 불리한 환경 프로파일(예를 들어, 높은 GWP), 독성 프로파일, 또는 인화점(즉, 안전성 문제)으로 인해, 바람직하지 않다.

[0009] 최근, 단일 단계의 전계발광 재료 제거를 가능하게 하는 조성물이 개발되었다. 그러나, 조성물은 공비혼합물을 형성하는 하이드로플루오로화합물과 유기 용매(예를 들어, 트랜스-다이클로로에틸렌)의 공비 블렌드이다. 이러한 다성분 조성물은 산업에서 피하고 싶어 하는, 허용가능 세정 성능을 위해 염소 함유 재료(예를 들어, 트랜스

-다이클로로에틸렌)을 포함하기 때문에 이상적이지 못하다.

- [0010] 결과적으로, (i) (블렌드와 대조적인) 단일 성분 조성물을 사용하는 단일 단계 공정(즉, 추가적인 행굼 단계를 필요로 하지 않을 수 있는 공정)으로 수행될 수 있고/있거나; (ii) 더욱 유리한 독성 프로파일이 있고/있거나 인화점이 없는 재료를 사용하는, 금속 마스크로부터 전계발광 재료를 제거하기 위한 조성물 및 방법이 바람직할 수 있다.
- [0011] 대체적으로, 본 발명은 금속 마스크로부터 전계발광 재료를 제거하기 위한, 소정 하이드로플루오로티오에테르를 포함하는 조성물 및 방법에 관한 것이다. 놀랍게도, 이러한 하이드로플루오로티오에테르는 세정 성능과 가속된 건조 시간의 고유한 조합을 나타내면서(즉, 1-단계 공정을 가능하게 하면서), 유리한 독성, 불연성 및 환경 프로파일을 또한 제공한다.
- [0012] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, "플루오로-"(예를 들어, "플루오로알킬렌" 또는 "플루오로알킬" 또는 "플루오로카본"의 경우에서와 같이 기 또는 모이어티(moiety)에 관하여) 또는 "플루오르화"는 부분적으로 플루오르화되어 탄소-결합된 수소 원자가 하나 이상 존재하는 것을 의미한다.
- [0013] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, "퍼플루오로-"(예를 들어, "퍼플루오로알킬렌" 또는 "퍼플루오로알킬" 또는 "퍼플루오로카본"의 경우에서와 같이 기 또는 모이어티에 관하여) 또는 "퍼플루오르화"는 완전히 플루오르화되어, 달리 지시될 수 있는 경우를 제외하고는, 불소로 대체가능한 탄소-결합된 수소 원자가 전혀 존재하지 않는 것을 의미한다.
- [0014] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 단수 형태("a", "an" 및 "the")는 그 내용이 명백하게 달리 지시하지 않는 한 복수의 지시대상을 포함한다. 본 명세서 및 첨부된 실시 형태에서 사용되는 바와 같이, 용어 "또는"은 일반적으로 그 내용이 명백히 달리 지시하지 않는다면 "및/또는"을 포함하는 의미로 사용된다.
- [0015] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, 종점에 의한 수치 범위의 언급은 그 범위 내에 포함되는 모든 수를 포함한다(예를 들어, 1 내지 5는 1, 1.5, 2, 2.75, 3, 3.8, 4 및 5를 포함한다).
- [0016] 달리 지시되지 않는 한, 본 명세서 및 실시 형태에 사용되는 양 또는 성분, 특성의 측정치 등을 표현하는 모든 수는 모든 경우에 용어 "약"에 의해 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 따라서, 반대로 지시되지 않는 한, 전술한 명세서 및 첨부된 실시 형태의 목록에 기재된 수치 파라미터는 본 발명의 교시 내용을 이용하는 당업자가 얻고자 하는 원하는 특성에 따라 달라질 수 있다. 최소한으로, 그리고 청구된 실시 형태의 범주에 대한 균등론의 적용을 제한하려는 시도로서가 아니라, 각각의 수치 파라미터는 보고된 유효 숫자의 수의 관점에서 그리고 통상의 반올림 기법을 적용함으로써 적어도 해석되어야 한다.
- [0017] 일부 실시 형태에서, 본 발명은 기재(예를 들어, OLED 제조 공정에서 보통 사용되는 유형의 금속 마스크)로부터 전계발광 재료를 제거하기 위한 조성물에 관한 것이다. 조성물은 하나 이상의 하이드로플루오로티오에테르 화합물을 포함할 수 있다.
- [0018] 일부 실시 형태에서, 적합한 하이드로플루오로티오에테르는 하기 구조식 I로 표시된다:
- [0019] [구조식 I]
- [0020] Rf-S-Rh
- [0021] 일부 실시 형태에서, Rf는 포화 또는 불포화, 선형 또는 분지형, 비환형 또는 환형인, 2 내지 9, 2 내지 6, 2 내지 5, 또는 2 내지 4개의 탄소 원자를 갖는 부분 플루오르화 또는 퍼플루오르화 기이고, 선택적으로, 하나 이상의 카테나형 헤테로원자, 염소 원자, 또는 브롬 원자를 포함한다. 일부 실시 형태에서, Rf는 부분적으로 플루오르화된다. 일부 실시 형태에서, Rf는 2개 이하의 수소 원자를 갖는다. 일부 실시 형태에서, Rf는 퍼플루오르화된다. 일부 실시 형태에서, Rf는 3 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 퍼플루오르화, 포화된, 분지형 기이다.
- [0022] 일부 실시 형태에서, Rh는 포화 또는 불포화, 선형 또는 분지형인 1 내지 3 또는 1 내지 2개의 탄소 원자를 갖는 비-플루오르화 탄화수소 기이고, 선택적으로, 하나 이상의 카테나형 헤테로원자를 포함한다. 일부 실시 형태에서, Rh는 CH₃ 또는 CH₃CH₂이다. 일부 실시 형태에서, Rh는 CH₃이다.
- [0023] 일부 실시 형태에서, 적합한 하이드로플루오로티오에테르는 하기 구조식 II로 표시된다:

[0024] [구조식 II]



[0025]

[0026] 일부 실시 형태에서, n 은 0 또는 1이고; x 는 산소 원자 또는 황 원자이고; (i) Rh' 은 1 내지 4개 또는 1 내지 3개의 탄소 원자 및 적어도 1개의 수소 원자를 갖는 부분 플루오르화 알킬 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자, 염소 원자 또는 브롬 원자를 포함하고; Rf' 은 1 내지 4개 또는 1 내지 3개의 탄소 원자를 갖는 퍼플루오로알킬 기이고, 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자, 염소 원자 또는 브롬 원자를 포함하고; 또는 (ii) Rh' 및 Rf' 은 함께 결합되어, 적어도 하나의 수소 원자를 갖고 선택적으로 하나 이상의 카테나형 헤테로원자, 염소 원자 또는 브롬 원자를 포함하는 5- 또는 6-원 플루오르화 고리를 형성한다.

[0027] 일부 실시 형태에서, 상기 논의된 카테나형 헤테로원자들 중 임의의 것은 2차 0 헤테로원자일 수 있으며, 여기서 0는 2개의 탄소 원자에 결합된다. 일부 실시 형태에서, 상기 논의된 카테나형 헤테로원자들 중 임의의 것은 3차 N 헤테로원자일 수 있으며, 여기서 N은 3개의 탄소 원자에 결합된다.

[0028] 일부 실시 형태에서, 본 발명의 하이드로플루오로티오에테르 화합물 내의 불소 함량은, ASTM D-3278-96 e-1 시험 방법 ("소규모 밀폐 컵 장치에 의한 액체의 인화점 ("Flash Point of Liquids by Small Scale Closed Cup Apparatus"))에 따라 화합물을 불연성으로 만들기에 충분할 수 있다.

[0029] 다양한 실시 형태에서, 일반 화학식 I의 화합물의 대표적인 예에는 하기가 포함된다:

[0030] $CF_3CF_2-S-CH_3$,

[0031] $HCF_2CF_2-S-CH_3$,

[0032] $HCFC1CF_2-S-CH_3$,

[0033] $CF_2C1CF_2-S-CH_3$,

[0034] $CF_3CFC1-S-CH_3$,

[0035] $CF_3CF_2CF_2-S-CH_3$,

[0036] $CF_3OCF_2CF_2-S-CH_3$,

[0037] $CF_3CHFCF_2-S-CH_3$,

[0038] $(CF_3)_2CF-S-CH_3$,

[0039] $(CF_3)_2CF-S-CH_2Cl$,

[0040] $CF_3CHFCF_2-S-CH_3$,

[0041] $CF_3CF_2CF_2CF_2-S-CH_3$,

[0042] $(CF_3)_2CFCF_2-S-CH_3$,

[0043] $CF_3CF(CF_3)CF_2-S-CH_3$,

[0044] $CF_3CF_2CF(CF_3)-S-CH_3$,

[0045] $CF_3OCF_2CF_2CF_2-S-CH_3$,

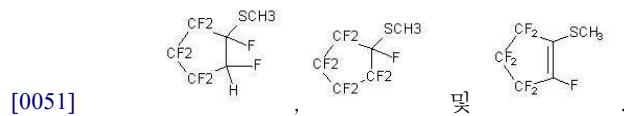
[0046] $CF_3CF_2CF_2CF_2-S-CH_2CH_3$,

[0047] $CF_3CF_2CF_2CF_2-S-CH_2OCH_3$,

[0048] $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{S}-\text{CH}_2\text{CH}_3$,

[0049] $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2-\text{S}-\text{CH}_2\text{CH}_3$,

[0050] $(\text{CF}_3)_2\text{NCF}_2-\text{S}-\text{CH}_3$,



[0052] 일부 실시 형태에서, 본 발명은 기재로부터 전계발광 재료를 제거하기 위한 작동 유체에 관한 것이다. 작동 유체는 조성물의 총량을 기준으로 적어도 50 중량%, 적어도 70 중량%, 또는 적어도 90 중량%; 적어도 95 중량%, 또는 적어도 99 중량%의 양으로 전술된 하이드로플루오로티오에테르 화합물을 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 작동 유체는 본 발명의 하이드로플루오로티오에테르로 본질적으로 구성될 수 있다. 일부 실시 형태에서, 이러한 작동 유체는 또한, 하나 이상의 추가 용매(예를 들어, NMP, NBP, 사이클로헥사논, 또는 IPA)를 포함할 수 있다. 예를 들어, 이러한 추가 용매는 작동 유체에 존재할 수 있지만, 작동 유체의 총 중량을 기준으로 10 중량% 미만, 5 중량% 미만, 또는 1 중량% 미만의 양으로 존재할 수 있다.

[0053] 본 발명의 조성물은 금속 기재의 표면으로부터 전계발광 재료(예를 들어, OLED 염료)를 적절하게 제거하는 것으로 밝혀졌으며 금속 마스크 세정 공정에 통상적으로 이용되는 재료(예를 들어, NMP, 사이클로헥사논, 및 IPA)에 비해 현저히 더 짧은 건조 시간과 관련되는 것으로 이해된다.

[0054] 일부 실시 형태에서, 추가로 본 발명은 세정-후 상태의 전술한 조성물에 관한 것이다. 이와 관련하여, 본 발명은 용해, 분산, 또는 달리 함유된 하나 이상의 전계발광 재료를 포함하는 임의의 전술한 세정 조성물에 관한 것이다. 일부 실시 형태에서, 전계발광 재료는 전기 자극에 반응하는 임의의 고도로 컨쥬게이션된 염료(예컨대 OLED 제조 공정에서 종종 이용되는 것)를 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 전계발광 재료는 구리 (II) 프탈로시아닌, 이리듐, 또는 백금을 포함할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 전계발광 재료는 세정-후 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 0.001 중량% 또는 적어도 0.01 중량%의 양의 세정-후 조성물에 존재할 수 있다.

[0055] 일부 실시 형태에서, 본 발명의 조성물은 유리한 독성 프로파일을 갖는다. 더욱 구체적으로, 본 발명의 조성물은 금속 마스크로부터 전계발광 재료를 세정하기 위해 보통 사용되는 재료(예를 들어, NMP)의 독성 프로파일보다 더 유리한 독성 프로파일을 가질 수 있다.

[0056] 일부 실시 형태에서, 추가로 본 발명은 금속 기재를 세정하는 방법에 관한 것이다. 더욱 구체적으로, 일부 실시 형태에서, 추가로 본 발명은 금속 마스크(예컨대, OLED 제조 공정에서 보통 사용되는 것)로부터 전계발광 재료를 제거하는 방법에 관한 것이다. 일부 실시 형태에서, 본 방법은 먼저 기재의 외부 표면 상에 배치된 전계발광 재료를 갖는 금속 기재(예를 들어, 금속 마스크)를 제공하는 단계를 포함한다. 전계발광 재료는 10,000 옹스트롬 이상, 15,000 옹스트롬 이상, 또는 20,000 옹스트롬 이상의 두께를 갖는 층으로 외부 표면 상에 배치될 수 있다.

[0057] 일부 실시 형태에서, 이어서, 본 방법은 전술된 하이드로플루오로티오에테르 또는 작동 유체 중 임의의 것을 전계발광 재료 함유 금속 마스크와 접촉시키는 단계를 포함할 수 있다. 하이드로플루오로티오에테르 또는 작동 유체는 기체 또는 액체 상태(또는 둘 모두)로 사용될 수 있고, 기재를 "접촉시키기" 위한 임의의 공지된 기술 또는 장래 기술이 사용될 수 있다. 예를 들어, 액체 조성물을 기재 상에 분무하거나 브러싱할 수 있거나, 기체 조성물을 기재를 가로질러 블로잉할 수 있거나, 또는 기재를 기체 조성물 또는 액체 조성물 중 어느 하나에 (부분적으로 또는 완전히) 침지할 수 있다. 승온, 초음파 에너지 및/또는 교반을 사용하여 세정을 촉진할 수 있다. 일부 실시 형태에서, 본 발명의 방법은 실온에서 수행된다. 다양한 상이한 세정 기술이 문헌[B. N. Ellis in *Cleaning and Contamination of Electronics Components and Assemblies*, Electrochemical Publications Limited, Ayr, Scotland, pages 182-94 (1986)]에 기재되어 있으며, 이는 전체적으로 본 명세서에 참고로 포함된다. 이어서, 본 방법은 금속 마스크로부터 하이드로플루오로티오에테르 또는 작동 유체를 제거하는 단계를 포함할 수 있다. 이러한 제거는 본 발명의 하이드로플루오로티오에테르가 용이하게 증발하여 깨끗하고 건조한 금속 마스크 표면을 만드는 것을 밝혀냈기 때문에 단순한 증발을 통해 수행될 수 있다.

[0058] 일부 실시 형태에서, 본 발명의 하이드로플루오로티오에테르(또는 하이드로플루오로티오에테르 함유 작동 유체)는 또한 금속 마스크로부터 전계발광 재료를 제거하기 위한 하나 이상의 공통적으로 사용되는 용매(예를 들어

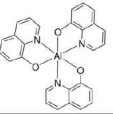
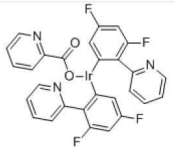
어, NMP, NBP, 사이클로헥산은 또는 IPA)와 조합하여 사용될 수 있다. 이러한 실시 형태에서, 본 방법은, 먼저, 전계발광 재료 함유 금속 마스크를 통상적으로 사용되는 용매 중 임의의 하나 이상과 접촉시키는 단계를 포함할 수 있다. 이러한 실시 형태에서, 통상적으로 사용되는 용매는 금속 마스크로부터 전계발광 재료를 변위시키기 위한 1차 메커니즘으로서 특성화될 수 있다. 전계발광 재료의 변위 후, 용매의 일부 양이 금속 마스크 상에 남아 있을 것임을 이해해야 한다. 이전에 언급된 바와 같이, 주로 용매의 높은 비점으로 인해, 그러한 용매에 대한 건조 시간은 용납할 수 없을 정도로 높다. 더 빠른 건조를 가능하게 하기 위해, 일부 실시 형태에서, 본 발명의 방법은 전술된 하이드로플루오로티오에테르 또는 작동 유체 중 임의의 것과 용매 함유 금속 마스크를 접촉시킴으로써 용매를 제거하는 단계를 포함할 수 있다. 이와 관련하여, 본 발명의 하이드로플루오로티오에테르는 통상적으로 사용되는 용매를 효율적으로 흡윤 및 변위시키고, 신속하게 증발한다는 것을 발견하였다. 하이드로플루오로티오에테르는 아민 함유 용매(NMP 및 NBP)의 존재 하에 예외적인 안정성을 나타낸다는 것을 추가로 발견하였다. 이러한 실시 형태에서, 그러한 안정성은, 불안정성이 세정용 플루오르화 용매의 효능을 유의하게 감소시키는 플루오라이드 발생을 유발하는 점에서 중요할 수 있다. 불안정성은 또한 원치 않는 하드웨어 에칭을 초래하는 불화수소의 형성을 초래할 수 있다. 이전의 실시 형태에서와 같이, 이어서, 본 방법은 (예를 들어, 증발을 통해) 금속 마스크로부터 하이드로플루오로티오에테르 또는 작동 유체를 제거하는 단계를 포함할 수 있다.

[0059] 실시예

[0060] 본 발명의 목적 및 이점이 하기 비교예 및 예시적인 실시예에 의해 추가로 예시된다. 달리 언급되지 않는 한, 실시예 및 나머지 명세서에서의 모든 부, 백분율, 비 등은 중량 기준이며, 실시예에서 사용한 모든 시약은, 예를 들어, 미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 Sigma-Aldrich Corp.과 같은 일반적인 화학물질 공급처로부터 입수하였거나 입수가 가능하거나, 또는 통상적인 방법으로 합성할 수 있다.

[0061] [표 1]

사용된 재료

재료	설명	공급처
NMP	N-메틸-2-피롤리돈	미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 Sigma-Aldrich Corp.
NBP	N-부틸-2-피롤리돈	미국 테네시주 킹스포트 소재의 Eastman Chemical Company
CHO	사이클로헥산	미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 Sigma-Aldrich Corp.
NOVEC 73DE	C ₂ F ₅ CF(OCH ₃)CF(CF ₃) ₂ /트랜스-1,2-다이클로로에틸렌 유체 블렌드	미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 3M Company
HTFE 1	하이드로플루오로티오에테르 	후술된 바와 같이 제조됨
HFP	헥사플루오로프로펜	미국 사우스캐롤라이나주 에스틸 소재의 Oakwood Chemical
황	황 분말	미국 매사추세츠주 헤이버힐 소재의 Alfa Aesar
KF	불화칼륨	미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 Sigma-Aldrich Corp.
DMF	N,N-다이메틸포름아미드	미국 매사추세츠주 헤이버힐 소재의 Alfa Aesar
DMS	다이메틸 설페이트	미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 Sigma-Aldrich Corp.
ALQ3	알루미늄 8-하이드록시퀴놀리네이트 	독일 볼렌 소재의 Sensient Imaging Technologies Gmgh
FlrPic	이리듐 착물 청색 도펀트 염료 	미국 미주리주 세인트 루이스 소재의 Sigma-Aldrich Corp.

[0062]

[0063] 하이드로플루오로에테르 HTFE1의 제조: (CF₃)₂CFSCH₃

[0064]

건조된 600 mL 하스탈로이 파르(Hastalloy Parr) 반응기에 승화 황(36 g, 1.1 mol), 무수 분무 건조된 불화칼륨(15 g, 260 mmol) 및 무수 N,N-다이메틸포름아미드(300 mL)를 첨가하였다. 반응기를 밀봉하고, 내용물을 교반하면서 60℃로 가열하였다. 일단 반응기가 이 온도에서 안정화되면, 온도를 65℃ 미만으로 유지하면서 헥사플루오로프로펜(150 g, 1.0 mol)을 6 g/min의 속도로 첨가하였다. 첨가가 완료되었을 때, 반응물을 1 시간 동안 60℃에서 교반한 후에 주위 온도로 냉각시켰다. 생성된 슬러리를 2 L 둥근 바닥 플라스크로 옮겨 남은 시약을 첨가할 수 있도록 공간을 마련하였다. 불화칼륨(116 g, 2.0 mol)을 한 번에 첨가하고, 이어서 다이메틸 설페이트(104 mL, 1.1 mol)를 첨가하고, 이를 45℃ 미만의 내부 반응 온도를 유지하기 위해 일정 속도로 첨가 끝

때기를 통해 첨가하였다. 일단 첨가가 완료되었으면, 생성된 반응물을 주위 온도에서 12시간 동안 교반하였다. 이어서, 불균질 용액을 여과하여 고체를 제거한 다음, 동일 부피의 물로 3 회 세척하였다. 하부 상을 수집하고, 황산마그네슘으로 건조시키고, 여과하였다. 조 물질(crude material)을 담황색 오일(117 g, GC-fid에 의한 93% 원하는 생성물)로서 수집하였다. 이러한 물질을 주위 압력에서 증류로 정제하여 퍼플루오로아 이소프로필 메틸 티오에테르(98 g, 45% 수율, b.p. 65°C)를 얻었다.

하이드로플루오로에테르 및 비교 용매 중에서의 유기 발광 재료의 용해도

전계발광 재료(ALQ3, 또는 FIrPic) 중 하나의 재료의 0.01 g(그램)을 유체(NMP, NBP, CHO, NOVEC 73DE 또는 HFTE1) 중 하나의 유체의 3 g에 첨가함으로써 시험 혼합물을 제조하였다. 각각의 혼합물을 5분 동안 교반하고, 생성된 재료를 탁하면서 용해되지 않은 미립자 물질에 대해 육안으로 관찰하였다. 표 2에 기재된 바와 같이 각각의 혼합물에 정성적 용해도 등급을 배정하였다. 결과는 표 3에 있다. 1 또는 2의 용해도 등급은 유체가 금속 메시와 같은 기재로부터 전계발광 재료를 세정하는데 유용하다는 의미로 해석하였다.

[표 2]

용해도의 정성적 등급

등급	혼합물의 설명	용해도의 정성적 평가
1	탁하지 않은 맑은 액체, 일부 색상이 관찰될 수 있음	가용성
2	탁한 액체, 일부 작은 미립자가 관찰될 수 있음	부분 가용성
3	불투명 액체, 많은 미립자	불용성

[표 3]

용해도 결과

	전계발광 재료	용매	등급
CE1	FIrPic	NMP	1
CE2	ALQ3	NMP	1
CE3	FIrPic	NBP	1
CE4	ALQ3	NBP	1
CE5	FIrPic	CHO	1
CE6	ALQ3	CHO	2
CE7	FIrPic	NOVEC 73DE	2
CE8	ALQ3	NOVEC 73DE	2
실시예 1	FIrPic	HTFE1	2
실시예 2	ALQ3	HTFE1	2

비점

단일-성분 유체 용매의 비점이 표 4에 요약되어 있다. 비교적 낮은 비점은 비교적 더 짧은 건조 시간의 표시로 해석된다. HFTE1의 비점은 NMP, NBP, 및 CHO의 비점보다 훨씬 더 낮으며, 이는 HFTE1이 비교 화합물보다 더 신속하게 건조될 것임을 나타낸다.

[표 4]

비점

재료	HFTE1	NMP	NBP	CHO
비점, °C	62	202	244	156

본 발명의 범주 및 사상으로부터 벗어남이 없이 본 발명에 대한 다양한 수정 및 변경이 당업자에게 명백하게 될 것이다. 본 발명은 본 명세서에 기재된 예시적인 실시 형태들 및 실시예들에 의해 부당하게 제한되도록 의도되지 않고, 그러한 실시예들 및 실시 형태들은 단지 예로서 제시되며, 이때 본 발명의 범주는 하기와 같이 본 명세서에 기재된 청구범위에 의해서만 제한되도록 의도됨을 이해하여야 한다. 본 명세서에 인용된 모든 참고문헌

은 전체적으로 본 명세서에 참고로 포함된다.