

100 年 2 月 18 日修正本

發明專利說明書

以圖影印

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：93107315

※ 申請日期：93.3.18

※ IPC 分類：

C07D 233/64 (2006.01)

B 23K 1/19 (2006.01)

C23C 22/52 (2006.01)

C23F 1/14 (2006.01)

壹、發明名稱：(中文/英文)

新穎咪唑化合物及其利用

貳、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

四國化成工業股份有限公司

SHIKOKU CHEMICALS CORPORATION

代表人：(中文/英文)

山下矩仁彦/YAMASHITA, KUNIHICO

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本國香川縣丸龜市土器町東八丁目 537 番地 1

8-537-1, DOKI-CHO HIGASHI, MARUGAME-SHI, KAGAWA-KEN, JAPAN

國籍：(中文/英文)

日本/JAPAN

參、發明人：(共 3 人)

姓名：(中文/英文)

1. 村井孝行/MURAI, TAKAYUKI

2. 菊川芳昌/KIKUKAWA, YOSHIMASA

3. 平尾浩彦/HIRAO, HIROHIKO

住居所地址：(中文/英文)

1.~3. 日本國香川縣綾歌郡宇多津町濱二番丁 14 番地 1

14-1, HAMA 2 BANCHO, UTAZU-CHO, AYAUTA-GUN, KAGAWA-KEN,
JAPAN

國籍：(中文/英文)

日本/JAPAN

肆、聲明事項：

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項 ☐ 第一款但書或 ☐ 第二款但書規定之期間，其日期為： 年 月 日。

◎本案申請前已向下列國家（地區）申請專利 ☒ 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本； 2003.3.19； 特願 2003-075030
2. 日本； 2003.9.29； 特願 2003-338527
3. 日本； 2004.1.29； 特願 2004-022241
4. 日本； 2004.2.4； 特願 2004-028613

☐ 主張國內優先權（專利法第二十五條之一）：

【格式請依：申請日；申請案號數 順序註記】

- 1.
- 2.

☐ 主張專利法第二十六條微生物：

☐ 國內微生物 【格式請依：寄存機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 國外微生物 【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

玖、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

技術領域

- 本發明係有關於新穎咪唑化合物、可使用無鉛焊料進行軟焊之銅或銅合金之表面處理劑及組成物、銅或銅合金之表面處理方法及銅或銅合金之軟焊方法。

【先前技術】

背景技術

- 近年來廣泛採用可提昇安裝密度之表面安裝。此種表面安裝方法可分成以焊料膏接合電路片零件之雙面表面安裝，及組合電路片零件利用焊料膏之表面安裝與分離零件之通孔安裝之混載安裝等。由於任一安裝方法皆於印刷電路板上進行複數次軟焊，因此每次暴露於高溫就會承受嚴厲之熱歷程。

- 由於構成印刷電路板電路部之銅或銅合金之表面會因加熱促進氧化薄膜之形成，因此無法保持良好之電路部表面之軟焊性。

- 為了從空氣氧化中保護此種印刷電路板之銅電路部，目前廣泛地進行利用表面處理劑而於電路部表面形成轉化覆膜之處理，然而，銅電路部於承受複數次熱歷程後必須亦轉化成轉化薄膜，即，不會劣化而保護銅電路部，以保持良好之軟焊性。

以往在將電子零件接合於印刷電路板等時係廣泛地使用錫－鉛合金之共晶焊料，然而，近來卻擔心包含於該焊

料合金中之鉛會對人體有害，且要求使用不含鉛之焊料。

故，目前檢討各種無鉛焊料，而有例如以錫為基底金屬而添加銀、鋅、鈹、銦、銻、銅等金屬之各種無鉛焊料。

習知錫－鉛系共晶焊料對於接合母材，特別是銅之表面具有優異之潤濕性，且由於牢固地與銅接合，因此可得到高可靠性。相對於此，無鉛焊料對銅之表面之潤濕性則比習知錫－鉛焊料差，因此軟焊性差且會產生空隙等之接合不良情形，並且接合強度亦低。

故，使用無鉛焊料時必須選擇軟焊性較為良好之軟焊合金及適合無鉛焊料之焊劑。又，用以防止銅或銅合金表面氧化之表面處理劑，亦必須具有可改善無鉛焊料之潤濕性且軟焊性良好之機能。

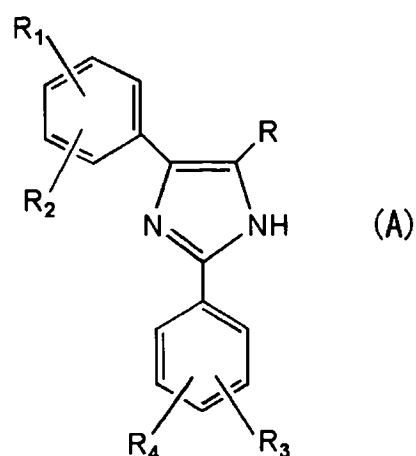
又，由於無鉛焊料多半熔點高，且軟焊溫度比習知錫－鉛系共晶焊料高 20～50℃，因此，藉由無鉛焊料進行軟焊之表面處理劑宜具有可形成耐熱性優異之轉化薄膜之特性。

目前檢討出表面處理劑之有效成分有：2－烷基咪唑、2－芳基咪唑、2－烷基苯并咪唑、2－芳基苯并咪唑、2－芳烷基苯并咪唑化合物等為數眾多之咪唑化合物，然而，任何一種咪唑化合物皆為錫－鉛系共晶焊料用，若在利用無鉛焊料進行軟焊時使用，則焊料之潤濕性仍嫌不足，且無法得到所應滿足之軟焊性。

舉例言之，於美國專利第 5498301 號公報、美國專利第 5560785 號公報及歐洲專利第 0627499 號公開公報中揭示有

一種表面處理劑，該表面處理劑係將以下述通式(A)表示之咪唑環之2位及4位具有芳基之咪唑化合物作為有效成分者。於該等文獻之實施例10中揭示將2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑作為有效成分之表面處理劑，且

5 揭示有使用該表面處理劑並實施焊料潤濕性試驗及焊料膏播散性試驗者。



(式中，R表示氫原子或甲基，且R₁及R₂表示氫原子、低級烷基或鹵原子，又，R₃及R₄表示氫原子、低級烷基、鹵原子、低級烷氧基、二低級烷胺基、氰基或硝基。)

10

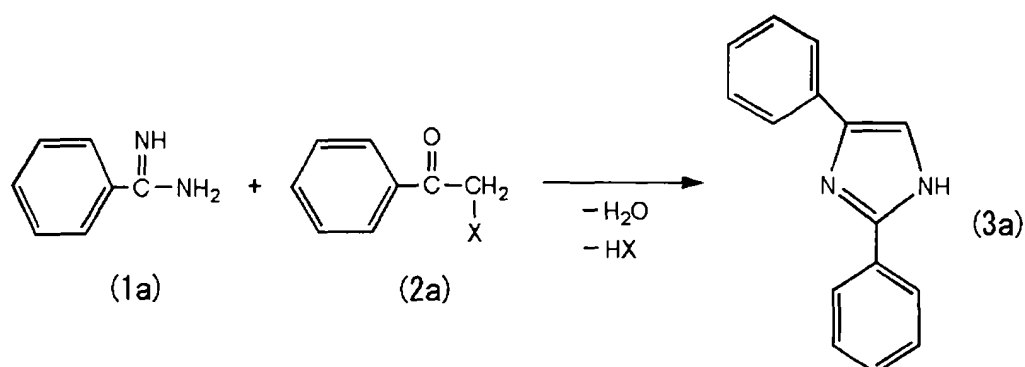
然而，該等試驗中使用之焊料係錫－鉛系共晶焊料，有關使用無鉛焊料時可改善焊料潤濕性且軟焊性良好方面則完全未揭示。

又，於日本專利公開公報特開平7-243053號公報中揭示有2,4-二苯基咪唑及2,4-二苯基-5-甲基咪唑以作為銅及銅合金之表面處理劑。又，於該公報之實施例中揭示分別使用2,4-二苯基咪唑及2,4-二苯基-5-甲基咪唑以作為銅及銅合金之表面處理劑，特別是用以提昇含鉛焊料

15

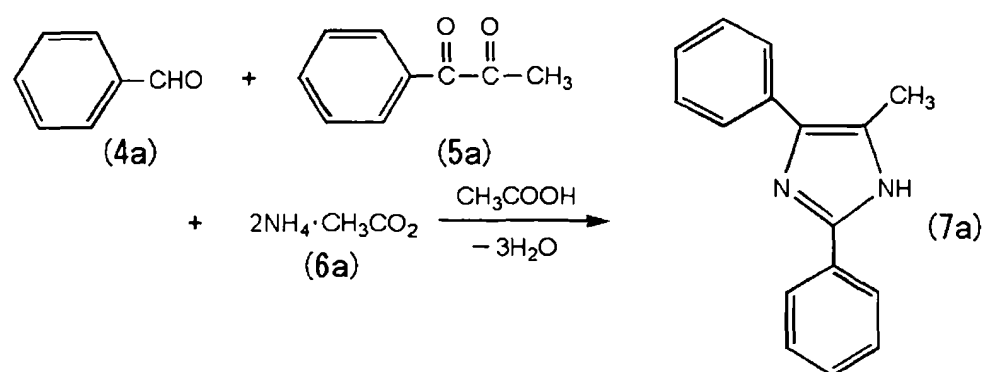
膏之焊料潤濕性及焊料播散性之處理劑之例子。又，該公報中分別揭示有以下述反應式(1)表示之2,4-二苯基咪唑之合成方法及以下述反應式(2)表示之2,4-二苯基-5-甲基咪唑之合成方法。

5 反應式(1)



(反應式1中，X表示氯原子或溴原子。)

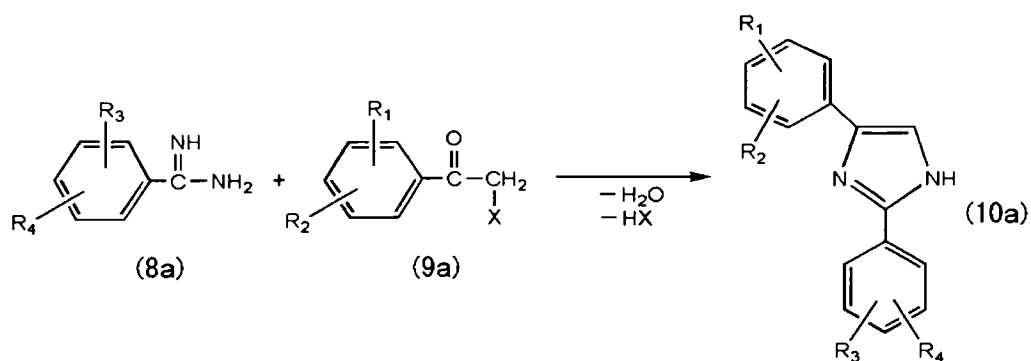
反應式(2)



10 又，對應於特開平7-243053號公報之美國專利第5498301號公報(第4頁)及歐洲專利第0627499號公開公報(第5頁)中揭示，4位之苯基之氫原子被2個氯原子取代之2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑及2-苯基-4-(二氯苯基)-5-甲基咪唑作為銅之表面處理劑，特別是用以提昇含鉛焊

料膏之焊料潤濕性及焊料播散性之處理劑是有用的。再者，該等文獻係藉由下述2個反應式(3)及反應式(4)揭示2位及4位之各苯基具有取代基之咪唑化合物的製造方法。

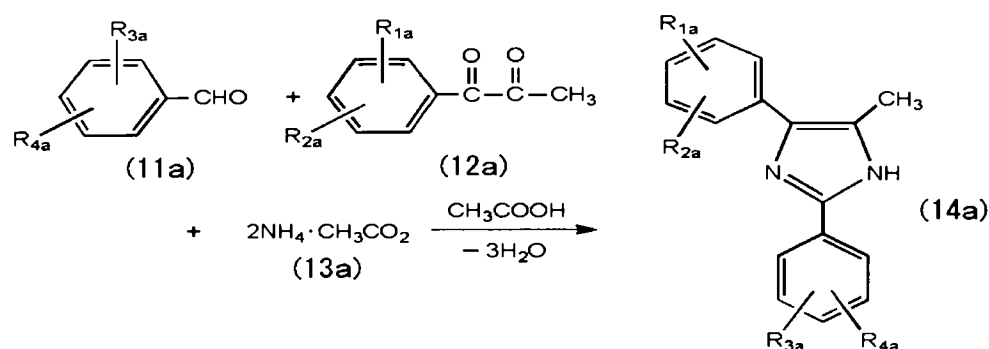
反應式(3)



5

(式中， R_1 及 R_2 表示氫原子、低級烷基或鹵原子，且 R_3 及 R_4 表示氫原子、低級烷基、鹵原子、低級烷氧基、二低級烷胺基或硝基。)

反應式(4)



10

(式中， R_{1a} 及 R_{2a} 表示氫原子、低級烷基或鹵原子，且 R_{3a} 及 R_{4a} 表示氫原子、低級烷基、鹵原子、低級烷氧基、二低級烷胺基或硝基。)

然而，美國專利第 5498301 號公報及歐洲專利第 0627499 號公開公報中並未揭示合成 2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑及 2-苯基-4-(二氯苯基)-5-甲基咪唑之事

實，且該等化合物亦未被賦予CAS登錄編號(CAS Registry Number)。

特別是反應式(4)於乍看時可自苯甲醛、1-(二氯苯基)-1,2-丙二酮及乙酸鉍合成5位具有甲基之2-苯基-4-(二氯苯基)-5-甲基咪唑化合物，但事實上，雖然苯甲醛或乙酸鉍可輕易地以工業藥品取得，但1-(二氯苯基)-1,2-丙二酮則無論是以工業藥品或試藥，於市面上皆未販售，若不經由合成則無法取得。

在此，美國專利第4107210號公報中揭示有1-苯基-1,2-丙二酮化合物之合成方法，故發明人依據該揭示方法嘗試合成1-(2,4-二氯苯基)-1,2-丙二酮或1-(3,4-二氯苯基)-1,2-丙二酮，然而，無論何種情形皆反應複雜且沒有找出適當之精製方法，同時無法將目的物單離。因此，依據利用反應式(4)之揭示來合成2-苯基-4-(二氯苯基)-5-甲基咪唑化合物者並未成功。

又，於前述美國專利第5498301號公報(第4頁左欄第27行、第7頁右欄中所揭示之實施例10)、美國專利第5560785號公報(第4頁左欄第24行、第7頁左欄中所揭示之實施例10)及歐洲專利第0627499號公開公報(第6頁第1行、第10頁中所揭示之實施例10)中，揭示有2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑作為銅之表面處理劑使用之例子。

然而，尚不知有2位之苯基取代為2個氯原子之其他咪唑化合物。

【發明內容】

發明之揭示

本發明之第1目的係提供一種作為銅及銅合金之表面處理劑有用之新穎咪唑化合物。

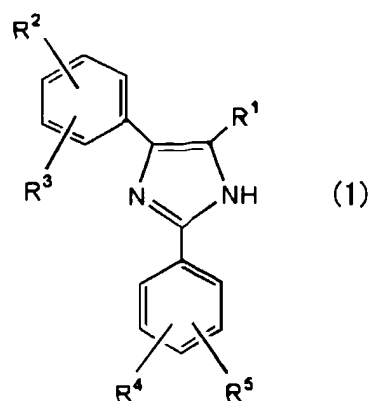
5 本發明之第2目的係提供一種銅或銅合金之表面處理用組成物，其於使用無鉛焊料將電子零件等接合於印刷電路板時，構成印刷電路板電路部等之銅或銅合金之表面與無鉛焊料間可得到良好之軟焊性。

10 本發明之第3目的係提供一種銅或銅合金之表面處理方法，其於使用無鉛焊料將電子零件等接合於印刷電路板時，可使構成印刷電路板電路部等之銅或銅合金之表面與無鉛焊料間之軟焊性良好。

本發明之第4目的係提供一種軟焊方法，其於使用無鉛焊料時，對於銅或銅合金之表面可得到良好之軟焊性。

為了達成前述目的，發明人反覆研究，得到下述見識。

15 (i)以下述通式(1)表示之咪唑化合物作為銅或銅合金之表面處理用水性組成物之成分，特別是施以無鉛焊料時用以形成轉化覆膜之表面處理用水性組成物之成分是有用之化合物。



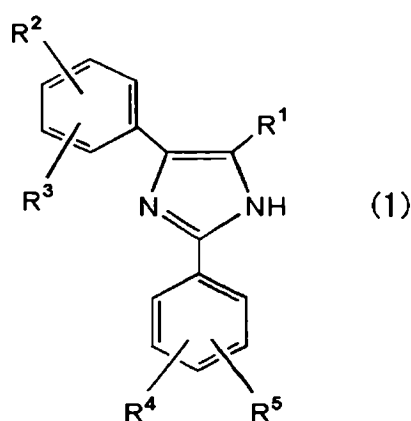
(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子)。

(ii)若詳而言之，藉由以含有該等化合物之表面處理用組成物處理具有銅電路部之印刷電路板，可於銅電路部之表面形成耐熱性優異，即，可承受無鉛焊料之高軟焊溫度之轉化覆膜。

(iii)又，藉由以含有該等化合物之表面處理用組成物處理具有銅電路部之印刷電路板，於使用無鉛焊料進行軟焊時，可提昇對銅或銅合金表面之無鉛焊料之潤濕性，結果，可得到良好之軟焊性，特別是焊料溢流性及焊料播散性。

本發明係依據前述見識而完成者，並提供下述咪唑化合物等。

1.一種銅或銅合金之表面處理用之水性組成物，係含有以下述通式(1)表示之咪唑化合物，且可使用無鉛焊料進行軟焊者，



(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子)。

2.如前述第1項之組成物，其中前述以通式(1)表示之化

合物係 R^1 表示甲基之化合物。

3.如前述第1項之組成物，其中前述以通式(1)表示之化合物係 R^2 及 R^3 表示氫原子且 R^4 及 R^5 表示氯原子之化合物。

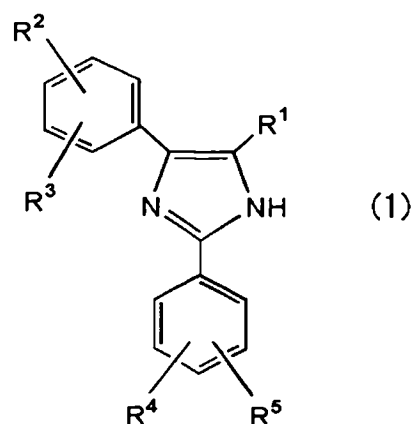
4.如前述第3項之組成物，其中前述以通式(1)表示之化合物係選自於由2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑及2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑所構成群組中之至少1種化合物。

5.如前述第1項之組成物，其中前述以通式(1)表示之化合物係 R^2 及 R^3 表示氯原子且 R^4 及 R^5 表示氫原子之化合物。

6.如前述第5項之組成物，其中前述以通式(1)表示之化合物係選自於由2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑及2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑所構成群組中之至少1種化合物。

7.如前述第1項之組成物，其中前述以通式(1)表示之化合物係相對於組成物全體量含有0.01~10重量%。

8.一種銅或銅合金之表面處理用之水性組成物，含有下述通式(1)所示之咪唑化合物與酸，且係用於使用無鉛焊料進行軟焊者，



(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子)。

9.如前述第8項之水性組成物，其中前述酸使用選自於由碳數1~12之飽和或不飽和脂肪族單羧酸、碳數2~6之飽和或不飽和脂肪族二羧酸、碳數7~8之芳香族羧酸、碳數6~8之芳香族磺酸、鹽酸、磷酸、硫酸及硝酸所構成群組中之至少1種酸。

10.如前述第8項之水性組成物，其中前述通式(1)所示之咪唑化合物之含有比例相對於組成物全體量為0.01~10重量%，且酸使用選自於由碳數1~12之飽和或不飽和脂肪族單羧酸、碳數2~6之飽和或不飽和脂肪族二羧酸、碳數7~8之芳香族羧酸、碳數6~8之芳香族磺酸、鹽酸、磷酸、硫酸及硝酸所構成群組中之至少1種酸，且該酸之含有比例相對於組成物全體量為0.1~50重量%。

11.如前述第8項之水性組成物，其更含有銅化合物。

12.如前述第11項之水性組成物，其中前述銅化合物使用選自於由鹵化銅、酸之銅鹽及氫氧化銅所構成群組中之至少1種銅化合物。

13.如前述第11項之水性組成物，其中前述銅化合物使用選自於由鹵化銅、酸之銅鹽及氫氧化銅所構成群組中之至少1種化合物，且前述銅化合物之含有比例相對於組成物全體量為0.01~10重量%。

14.如前述第8項之水性組成物，其更含有鋅化合物。

15.如前述第14項之水性組成物，其中前述鋅化合物係

選自於由氧化鋅及酸之鋅鹽所構成群組中之至少 1 種化合物。

16. 如前述第 14 項之水性組成物，其中前述鋅化合物係選自於由氧化鋅及酸之鋅鹽所構成群組中之至少 1 種化合物，且前述鋅化合物之含有比例相對於組成物全體量為 0.01~10 重量份。

17. 如前述第 8 項之水性組成物，其更含有鹵化物。

18. 如前述第 17 項之水性組成物，其中前述鹵化物係選自於由鹼金屬之鹵化物及鹵化銨所構成之群中之至少 1 種。

19. 如前述第 17 項之水性組成物，其中前述鹵化物係選自於由鹼金屬之鹵化物及鹵化銨所構成之群中之至少 1 種，且前述鹵化物之含有比例相對於組成物全體量為 0.001~1 重量%。

20. 如前述第 8 項之水性組成物，其更含有有機溶劑。

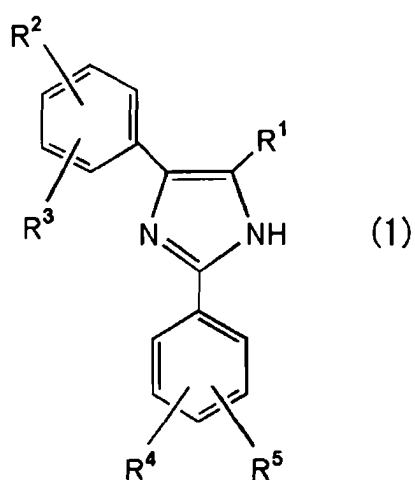
21. 如前述第 20 項之水性組成物，其中前述有機溶劑係選自於由低級醇、丙酮、N,N-二甲基甲醯胺、乙二醇、乙二醇醚所構成群組中之至少 1 種溶劑。

22. 如前述第 20 項之水性組成物，其中前述有機溶劑係選自於由低級醇、丙酮、N,N-二甲基甲醯胺、乙二醇、乙二醇醚所構成之群中之至少 1 種溶劑，且前述有機溶劑之含有比例相對於組成物全體量為 1~50 重量%。

23. 一種銅或銅合金表面之處理方法，係使含有銅或銅合金之材料與如前述第 1 至 22 項中任一項之水性組成物接觸，以進行使用無鉛焊料之軟焊者。

24.一種軟焊方法，包含有：使含有銅或銅合金之材料與如前述第1至22項中任一項之水性組成物接觸之步驟；及，將含有銅或銅合金之材料用作無鉛焊料並進行軟焊之步驟。

- 5 25.一種下述通式(1)所示化合物在用作銅或銅合金表面之處理劑的用途，且其係用於使用無鉛焊料進行軟焊者，



(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子)。

- 10 26.如前述第25項之化合物，其中前述以通式(1)表示之化合物係 R^1 表示甲基之化合物。

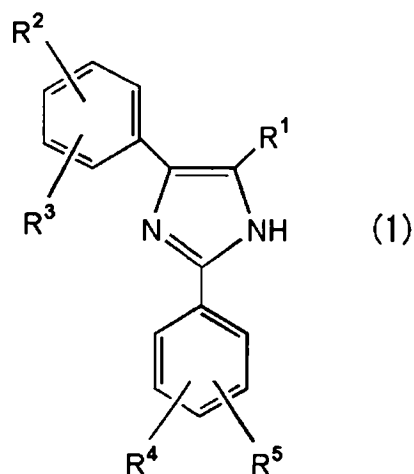
27.如前述第25項之化合物，其中前述以通式(1)表示之化合物係 R^2 及 R^3 表示氫原子且 R^4 及 R^5 表示氯原子之化合物。

- 15 28.如前述第27項之化合物，其中前述以通式(1)表示之化合物係選自於由2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑及2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑所構成群組中之至少1種化合物。

29.如前述第25項之化合物，其中前述以通式(1)表示之化合物係 R^2 及 R^3 表示氯原子且 R^4 及 R^5 表示氫原子之化合物。

30.如前述第29項之化合物，其中前述以通式(1)表示之化合物係選自於由2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑及2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑所構成群組中之至少1種化合物。

31.一種咪唑化合物，係以下述通式(1)表示者，



(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子，然而，2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑除外)。

32.如前述第31項之化合物，其係 R^1 表示甲基者。

33.如前述第31項之化合物，其係 R^2 及 R^3 表示氫原子且 R^4 及 R^5 表示氯原子者。

34.如前述第33項之化合物，其係2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑。

35.如前述第31項之化合物，其係 R^2 及 R^3 表示氯原子且

R^4 及 R^5 表示氫原子者。

36.如前述第35項之化合物，其係2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑或2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑。

5 本發明之咪唑化合物作為構成印刷電路板電路部等之銅或銅合金之表面處理劑使用時，可於該表面形成耐熱性優異之轉化覆膜，且可大幅地提昇對該表面之無鉛焊料之潤濕性，結果，可使無鉛焊料之軟焊性良好。

又，由於本發明之咪唑化合物適合用於使用未含鉛之
10 焊料之軟焊，因此，從環境保護之觀點來看亦為有用之化合物。

又，該等化合物作為環氧樹脂硬化劑或醫藥品中間體亦為有用之化合物。

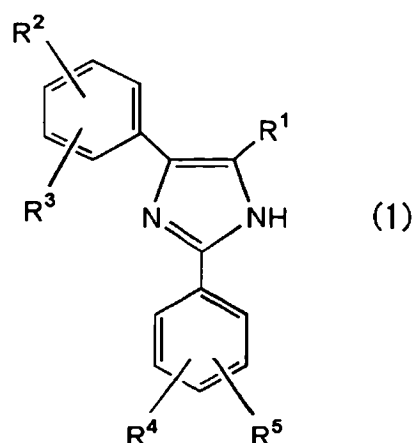
【實施方式】

15 發明之詳細說明

以下詳細說明本發明。

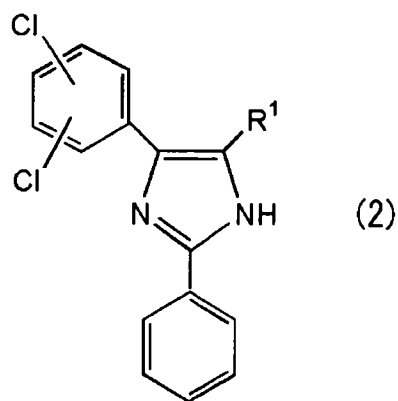
(A)咪唑化合物

本發明之咪唑化合物係文獻未揭示之新穎化合物，且為以下述通式(1)表示者，

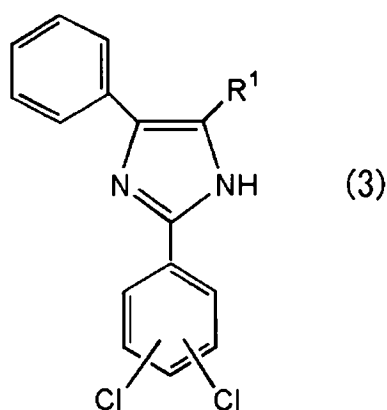


(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子，然而，2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑除外)。

- 5 本發明之咪唑化合物可大致區分為以下述通式(2)表示之2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物，及以下述通式(3)表示之2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物(然而，2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑除外)。



- 10 (式中， R^1 與前述相同。)



(式中， R^1 與前述相同。)

前述以通式(2)表示之2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物中包含有：2-苯基-4-(2,3-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(2,5-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(2,6-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(3,5-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(2,3-二氯苯基)-5-甲基咪唑、2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑、2-苯基-4-(2,5-二氯苯基)-5-甲基咪唑、2-苯基-4-(2,6-二氯苯基)-5-甲基咪唑、2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑及2-苯基-4-(3,5-二氯苯基)-5-甲基咪唑。

前述以通式(3)表示之2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物中包含有：2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(2,5-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(3,4-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(3,5-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(2,5-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(2,5-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑。

—4—苯基—5—甲基咪唑、2—(3,4—二氯苯基)—4—苯基—5—甲基咪唑及2—(3,5—二氯苯基)—4—苯基—5—甲基咪唑。

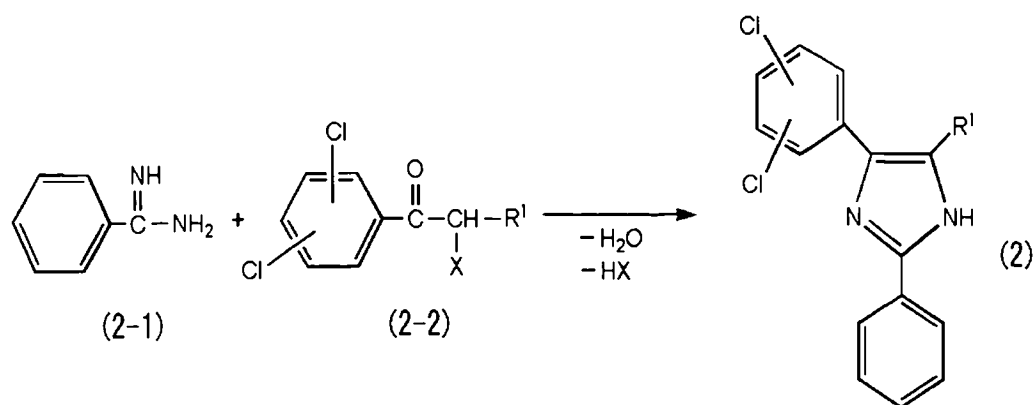
2—苯基—4—(二氯苯基)咪唑化合物中，除了軟焊性方面外，若考慮原料取得之容易度及合成容易度等方面，則宜為咪唑環之5位具有甲基之2—苯基—4—(二氯苯基)—5—甲基咪唑化合物，其中以2—苯基—4—(2,4—二氯苯基)—5—甲基咪唑及2—苯基—4—(3,4—二氯苯基)—5—甲基咪唑為佳。

2—(二氯苯基)—4—苯基咪唑化合物中，除了軟焊性良好外，若考慮原料取得之容易度及合成容易度等方面，則宜為咪唑環之5位具有甲基之2—(二氯苯基)—4—苯基—5—甲基咪唑化合物，其中以2—(2,3—二氯苯基)—4—苯基—5—甲基咪唑為佳。

以通式(2)表示之2—苯基—4—(二氯苯基)咪唑化合物之製造方法

2—苯基—4—(二氯苯基)咪唑化合物可依據公知方法來合成。即，如下述反應式(5)所示，於脫鹵化氫劑之存在下，在有機溶劑中使2位鹵化二氯苯基烷基酮化合物及苯甲脒化合物(代表者為反應式(5)中所舉之苯甲脒)加熱反應，藉此，可得到2—苯基—4—(二氯苯基)咪唑化合物。

反應式(5)



(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且X表示氯原子、溴原子或碘原子。)

即，使2位鹵化二氯苯基烷基酮化合物(2-2)及相對於1
5 莫耳之該化合物(2-2)為0.8~1.5莫耳，較佳者為0.9~1.1莫耳之比例之苯甲脒化合物(2-1)，於相對於1莫耳之前述化合物(2-2)為1~10莫耳之比例之脫鹵化劑之存在下，在溶劑中以室溫或回流溫度反應1~10小時，藉此，生成2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物。反應通常於大氣壓力下進行即可。
10 可。

其次，於蒸餾除去所得到之反應液或溶劑後之濃縮物中加入大量的水，藉此可得到固體之粗製2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物。該粗製物可利用再結晶操作來精製。

本發明之2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物之製造
15 中所使用之代表性2位鹵化二氯苯基烷基酮化合物(2-2)可列舉如：2,2',3'-三氯苯乙酮、2,2',4'-三氯苯乙酮、2-溴代-2',5'-二氯苯乙酮、2-碘代-2',6'-二氯苯乙酮、2-溴代-3',4'-二氯苯乙酮、2-溴代-3',5'-二氯苯乙酮、2-溴代-2',3'-二氯苯丙酮、2,2',4'-三氯苯丙酮、2

— 溴代—2',5'—二氯苯丙酮、2—溴代—2',6'—二氯苯丙酮、2—溴代—3',4'—二氯苯丙酮、2—碘代—3',5'—二氯苯丙酮等。

有關該等2位鹵化二氯苯基烷基酮化合物，2,2',4'—三
5 氯苯乙酮可以試藥取得，其他則可藉由二氯苯基烷基酮之2
位鹵化來合成。2位鹵化中，亦可為2位氯化及2位碘化，但
以使用溴之2位溴化最為簡便。即，相對於1莫耳之二氯苯
乙酮或二氯苯丙酮之二氯苯基烷基酮，可藉由反應1莫耳之
溴而輕易地生成。

10 苯甲脒化合物可列舉如：苯甲脒、苯甲脒乙酸鹽等苯
甲脒之有機酸鹽；或苯甲脒鹽酸鹽等苯甲脒之無機酸鹽等。

脫鹵化氫劑並無限制，可使用公知者。此種公知之脫
鹵化氫劑可列舉如：如氫氧化鈉、氫氧化鉀、氫氧化鈣、
碳酸鈉、碳酸鉀、重碳酸鈉、重碳酸鉀之無機鹼類；如三
15 乙胺、1,8—二氮環〔5,4,0〕—7—十一碳烯(DBU)之有機鹼
類；如甲氧化鈉、t—丁氧化鉀之金屬烷氧化合物等。

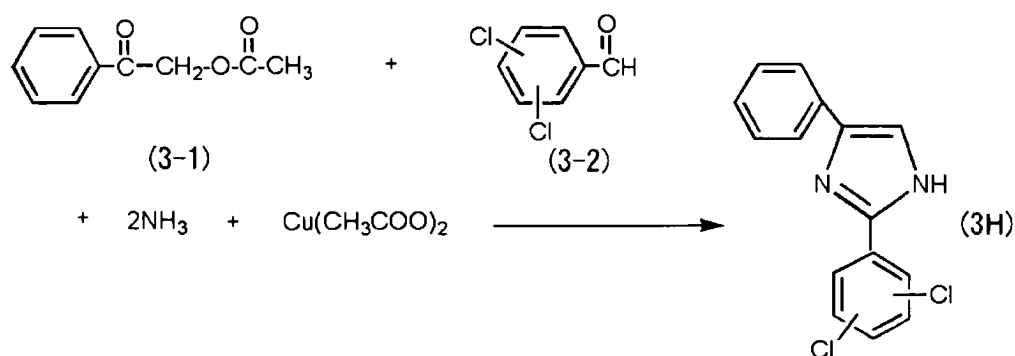
溶劑可使2位鹵化二氯苯基烷基酮化合物及苯甲脒化
合物溶解，且只要是與反應無關者則無限制，可使用公知
者。此種公知溶劑可列舉如：如乙醇、異丙醇之醇類；如
20 己烷、甲苯之烴類；如三氯甲烷、氯苯之鹵化烴類；如乙
酸乙酯之酯類；如乙腈之腈類；如四氫呋喃、二惡烷之醚
類；如二甲基甲醯胺(DMF)、二甲基乙醯胺(DMAC)之醯胺
類；二甲亞砜(DMSO)等。

以通式(3)表示之2—(二氯苯基)—4—苯基咪唑化合物之製

造方法

本發明之2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物中，舉例言之，咪唑環之5位為未取代之2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物(3H)係如下述反應式(6)所示，可藉由於醇中將2-乙醯氧基苯乙酮(3-1)、二氯苯甲醛化合物(3-2)加熱反應而得。

反應式(6)



於反應式(6)之反應中，2-乙醯氧基苯乙酮(3-1)之使用量相對於1莫耳之二氯苯甲醛化合物(3-2)為0.8~1.5莫耳，且以構成0.9~1.1莫耳之比例為佳。氨之使用量相對於1莫耳之二氯苯甲醛化合物(3-2)為10~50莫耳，且以構成20~30莫耳之比例為佳。乙酸銅(II)之使用量相對於1莫耳之二氯苯甲醛化合物(3-2)為1~5莫耳，且以構成2~3莫耳之比例為佳。

2-乙醯氧基苯乙酮(3-1)可藉由使2-氯苯乙酮、乙酸與乙酸鉀反應而得(參照下述參考例1)。又，使用之二氯苯甲醛化合物(3-2)可列舉如：2,3-二氯苯甲醛、2,4-二氯苯甲醛、2,5-二氯苯甲醛、2,6-二氯苯甲醛、3,4-二氯苯甲醛或3,5-二氯苯甲醛，該等化合物為公知可輕易取得之

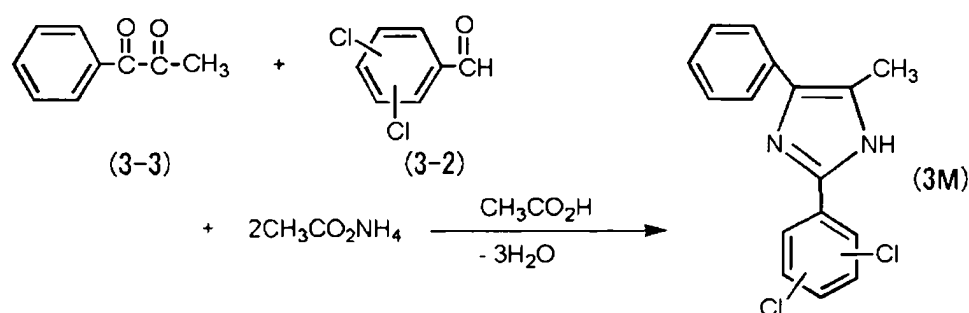
化合物。反應溶劑之醇可列舉如：甲醇、乙醇、丙醇、異丙醇等。

反應溫度可設為 50~80℃，反應時間可設為 1~10 小時。反應通常於大氣壓力下進行即可。

5 加熱結束後，過濾取出析出物並使該析出物懸浮於甲醇中。其次，以相對於 1 莫耳之二氯苯甲醛化合物(3-2)為 0.5~0.8 莫耳之比例，於該甲醇懸浮液中每次少量地加入氫硫化鈉，直至不會損耗為止，且過濾分離所析出之硫化銅，並減壓蒸餾除去甲醇，同時以水洗淨殘留物，得到固體之
10 粗製 2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物(3H)。本粗製物可利用再結晶法精製。

又，咪唑環之 5 位有甲基取代之 2-(二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑化合物(3M)係如下述反應式(7)所示，可藉由於乙酸中將二氯苯甲醛化合物(3-2)、1-苯基-1,2-丙
15 二酮(3-3)及乙酸銨加熱反應而得。

反應式(7)



於反應式(7)之反應中，1-苯基-1,2-丙二酮(3-3)之使用量相對於 1 莫耳之二氯苯甲醛化合物(3-2)為 0.8~1.5 莫耳，且以構成 0.9~1.1 莫耳之比例為佳。乙酸銨之使用量相
20

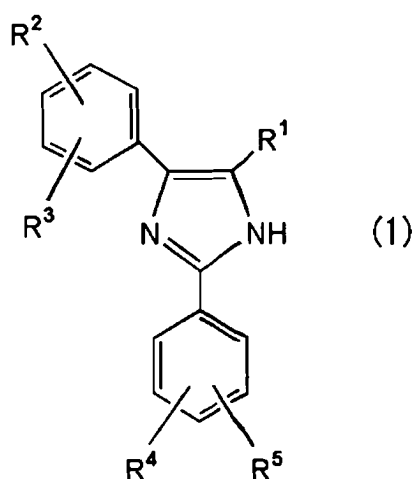
對於 1 莫耳之二氯苯甲醛化合物(3-2)為 2~10 莫耳，且以構成 4~6 莫耳之比例為佳。

反應溫度係 80℃ 以上，較佳者為設定成回流溫度，反應時間可設為 1~10 小時。反應通常於大氣壓力下進行即可。

5 可。

加熱結束後，將反應液或自該反應液蒸餾除去乙酸而得之殘留物，與相對於殘留物中包含氫氧化鈉、碳酸鈉、氨等鹼劑之乙酸為過量含有之水溶液，以相對於殘留物而該水溶液為 5~20 倍重量之比例混合，藉此，得到固體析出物之粗製 2-(二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑化合物(3M)。所取出之析出物可利用再結晶操作來精製。

(B)銅或銅合金之表面處理用之水性組成物

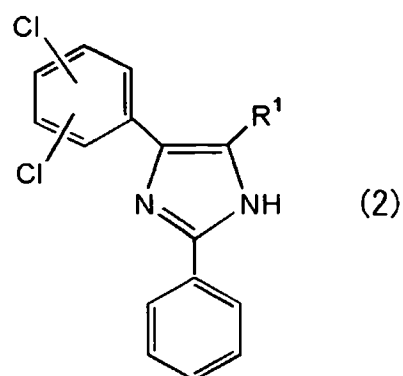


(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子。)

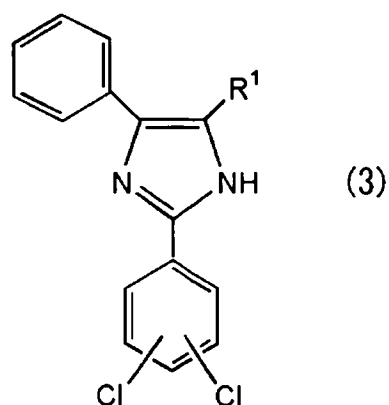
以前述通式(1)表示之咪唑化合物適合作為利用無鉛焊料進行軟焊之銅或銅合金之表面處理用水性組成物之成分，特別是作為有效成分使用。即，本發明組成物係含有

以前述通式(1)表示之化合物，且可使用無鉛焊料進行軟焊之銅或銅合金之表面處理用之水性組成物。

本發明組成物中以前述通式(1)表示之化合物包含有：
以下述通式(2)表示之2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物，
5 物，與以下述通式(3)表示之2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物。包含於本發明組成物中之前述以通式(1)表示之化合物可為1種，或者亦可為2種。



(式中，R¹與前述相同。)



10

(式中，R¹與前述相同。)

前述以通式(1)表示之化合物中之2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物中包含有：2-苯基-4-(2,3-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-

(2,5-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(2,6-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(3,5-二氯苯基)咪唑、2-苯基-4-(2,3-二氯苯基)-5-甲基咪唑、2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑、2-5-苯基-4-(2,5-二氯苯基)-5-甲基咪唑、2-苯基-4-(2,6-二氯苯基)-5-甲基咪唑、2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑及2-苯基-4-(3,5-二氯苯基)-5-甲基咪唑。

又，前述以通式(1)表示之化合物中之2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物中包含有：2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(2,5-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(3,4-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(3,5-二氯苯基)-4-苯基咪唑、2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(2,5-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑、2-(3,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑及2-(3,5-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑。

該等咪唑化合物係具有咪唑環之2位及4位鍵合苯基之2,4-二苯基咪唑化合物之基本骨架，且2位或4位之苯基藉由2個氯原子來取代。

以通式(2)表示之2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物中，若由後述焊料溢流性及焊料播散性良好之觀點及水溶

液化之容易度之觀點來看，則宜為咪唑環之5位具有甲基之2-苯基-4-(二氯苯基)-5-甲基咪唑化合物，其中以2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑及2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑為佳。

- 5 以通式(3)表示之2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物中，若由焊料溢流性及焊料播散性良好之觀點及水溶液化之容易度之觀點來看，則宜為咪唑環之5位具有甲基之2-(二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑化合物，其中以2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑及2-(2,4-二氯
- 10 苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑更為理想。

除了前述以通式(1)表示之咪唑化合物外，本發明之水性組成物宜含有酸。

水性組成物中之前述咪唑化合物之含有比例相對於組成物全體量宜為0.01~10重量%，且以0.1~5重量%為佳。

- 15 若咪唑化合物之含有比例為前述範圍，則銅表面可形成實用上充分厚度之轉化薄膜，藉此，可充分防止銅表面之氧化，同時組成物中沒有咪唑化合物溶剩，且組成物可構成均勻之水溶液。

- 為了使咪唑化合物溶解於水中，本發明之組成物通常
- 20 宜含有有機酸或無機酸。代表之有機酸可列舉如：如甲酸、乙酸、丙酸、丁酸、庚酸、辛酸、癸酸、月桂酸、乙醇酸、乳酸、丙醢酸之碳數1~12(較佳者為碳數1~3)之飽和或不飽和脂肪族單羧酸；草酸、琥珀酸、順丁烯二酸、反丁烯二酸、酒石酸、己二酸之碳數2~6之飽和或不飽和脂肪族

二羧酸；如苯甲酸、對硝基苯甲酸、水楊酸之碳數7~8之芳香族羧酸；如對甲苯磺酸之碳數6~8之芳香族磺酸；苦味酸等。無機酸可列舉如：鹽酸、磷酸、硫酸、硝酸等。

酸係藉由與鹼性物質之咪唑化合物反應並生成鹽而易溶於水，且若由亦兼具作為有機溶劑之機能之觀點來看，則以有機酸為佳，且以碳數1~12之飽和或不飽和脂肪族單羧酸為佳，尤以甲酸、乙酸、丙酸、乳酸為佳。酸可單獨使用1種，亦可混合2種以上。

酸係使用用以將通式(1)之化合物溶解於水之有效量。具體而言，酸之使用量相對於組成物全體量宜為0.1~50重量%，且以1~40重量%為佳。若為前述範圍，則可充分溶解咪唑化合物，同時不會有產生惡臭且作業環境惡化或水溶性組成物之腐蝕性提高且處理變得困難之情形。

又，為了使咪唑化合物溶解於水中，除了酸以外亦可依需要添加少量之有機溶劑。有機溶劑並無限制，可使用可自由地與水混合者。此種有機溶劑可列舉如：甲醇、乙醇、異丙醇等低級醇、丙酮、N,N-二甲基甲醯胺、乙二醇、乙二醇醚類等。

若由可使咪唑化合物易溶於水之觀點來看，則有機溶劑宜為乙二醇及乙二醇醚類。有機溶劑可單獨使用1種，或者亦可組合2種以上。

本發明組成物可含有有機溶劑，亦可不含有有機溶劑，在含有有機溶劑時係使用使通式(1)之化合物溶解於水中之有效量。典型而言，相對於組成物全體量宜為1~50重

量%，且以 1~40 重量%為佳。若為前述範圍，則可充分溶解咪唑化合物，且不會增加水溶性組成物之著火性、燃燒性等危險性。

為了加速於銅或銅合金表面之轉化薄膜之形成速度，
5 本發明組成物中可依需要添加銅化合物。

此種銅化合物並無限制，可使用公知者。公知銅化合物之代表例可列舉如：如氯化亞銅、氯化銅、溴化亞銅、溴化銅、碘化銅之鹵化銅；如乙酸銅、磷酸銅、硫酸銅、硝酸銅之酸之銅鹽；氫氧化銅等，其中以鹵化銅及銅鹽為
10 佳。

銅化合物可單獨使用 1 種，亦可組合 2 種以上。又，可使用銅化合物，亦可不使用銅化合物，組成物中含有銅化合物時之使用量係用以加速於銅或銅合金之表面上轉化薄膜之形成速度之有效量，典型而言，相對於組成物全體量
15 宜為 0.01~10 重量%，且以 0.02~5 重量%為佳。若為前述範圍，則可充分地提昇轉化覆膜之形成速度，且不會有因鹽析效果所造成之咪唑化合物之析出。

又，為了進一步提昇所形成之轉化覆膜之耐熱性，本發明之組成物可依需要含有鋅化合物。鋅化合物係只要為
20 水溶性者即可，且無限制可使用公知鋅化合物。此種鋅化合物之代表例可列舉如：氧化鋅；如甲酸鋅、乙酸鋅、草酸鋅、乳酸鋅、檸檬酸鋅、氯化鋅、硫酸鋅、硝酸鋅、磷酸鋅之酸之鋅鹽等，其中以甲酸鋅、乙酸鋅、氯化鋅為佳。

鋅化合物可單獨使用 1 種，或者亦可組合 2 種以上。又，

可使用鋅化合物，亦可不使用鋅化合物，組成物中含有鋅化合物時之使用量係用以提昇轉化薄膜之耐熱性之有效量，典型而言，相對於組成物全體量宜為0.01~10重量%，且以0.02~5重量%為佳。若為前述範圍，則可充分得到利用鋅化合物之添加之轉化覆膜耐熱性之提昇效果，且不會有因鹽析效果所造成之咪唑化合物之析出。

使用銅化合物或鋅化合物時，宜添加如氨、有機胺化合物之胺類或如氫氧化鈉、氫氧化鉀、氫氧化鎂等鹼或鹼土類金屬之氫氧化物般具有緩衝作用之鹼性物質，且使溶液之pH安定化。又，宜藉由添加該等鹼性物質，使組成物之pH保持在1~6。即，前述鹼性物質宜使用可將組成物保持在前述pH之量。

為了進一步提昇轉化薄膜之形成速度及轉化薄膜之耐熱性，本發明之表面處理用組成物亦可含有鹵化物，鹵化物可使用鹼金屬之鹵化物或鹵化銨等。具體而言，可列舉如：如氟化鈉、氟化鉀、氟化銨之氟化物；如氯化鈉、氯化鉀、氯化銨之氯化物；如溴化鈉、溴化鉀、溴化銨之溴化物；如碘化鈉、碘化鉀、碘化銨之碘化物等。

鹵化物中係以氟化物、溴化物或碘化物為佳。鹵化物可單獨使用1種，或者亦可組合2種以上。本發明之組成物可含有鹵化物，亦可不含有鹵化物，組成物中含有鹵化物時之使用量係用以提昇轉化薄膜之形成速度及耐熱性之有效量，典型而言，相對於組成物全體量宜為0.001~1重量%，且以0.01~0.1重量%為佳。若為前述範圍，則可充分提

昇利用鹵化物之添加之轉化覆膜形成速度及轉化覆膜耐熱性，且不會有因鹽析效果所造成之咪唑化合物之析出。

(D)表面處理方法

本發明之表面處理方法包含有使含有銅或銅合金之材料與前述本發明之水性組成物接觸者。

代表之含有銅或銅合金之材料可列舉如：印刷電路板之電路部分、封裝體IC等之電子零件之電路部分等。銅合金之種類並無特殊之限制，舉例言之，可列舉如：黃銅(brass)、錫青銅、磷青銅等銅合金。

本發明組成物與銅或銅合金材料接觸時係以形成轉化薄膜之有效溫度及時間接觸。典型而言，本發明之組成物之液溫通常宜設為10~70℃，較佳者為20~50℃，接觸時間宜設為1秒~10分鐘，較佳者為10秒~5分鐘。接觸方法並無特殊之限制，舉例言之，可列舉如：浸漬、噴霧、塗布等方法。於該接觸後，將含有銅或銅合金之材料水洗、乾燥並供給至軟焊步驟。

(E)軟焊方法

本發明之軟焊方法係包含有下述步驟之方法，即：使含有銅或銅合金之材料與本發明之水性組成物接觸之步驟；及使用無鉛焊料進行含有銅或銅合金之材料之軟焊之步驟。

與水性組成物之接觸步驟係如前所述。藉由使本發明之水性組成物與含有銅或銅合金之材料接觸並乾燥，可於銅或銅合金材料之表面上形成轉化薄膜。

於本發明中，軟焊包含有：例如於印刷電路板之銅通孔部分使用無鉛焊料接合分離部分等之電子零件之情形，與例如於如印刷電路板之銅墊部分之表面上使用無鉛焊料接合電路片零件、封裝體IC等之電子零件之情形兩者。

5 含有銅或銅合金之材料與電子零件等之軟焊可藉由公知方法來進行。以將電子零件軟焊於印刷電路板之電路部分之情形為例，若詳細說明，則軟焊步驟可藉由流動法或回流法等來進行，流動法係使印刷電路板於裝有業經加熱熔融之液體狀焊料之焊料槽上流動，且於電子零件與印刷
10 電路板之接合部進行軟焊者，而回流法係預先於印刷電路板上配合電路圖案印刷糊狀焊料膏，且於該印刷電路板上安裝電子零件，同時加熱各印刷電路板並使焊料熔融且進行軟焊者。

無鉛焊料並無限制，可使用公知者。此種公知無鉛焊
15 料可列舉如：Sn—Ag—Cu系、Sn—Ag—Bi系、Sn—Bi系、Sn—Ag—Bi—In系、Sn—Zn系、Sn—Cu系等，特別是以Sn—Ag—Cu系之無鉛焊料為佳。

又，藉由於本發明之表面處理步驟後、軟焊步驟前在利用表面處理生成之轉化薄膜上形成熱可塑性樹脂膜，可
20 得到雙重膜結構，藉此可進一步提高耐熱性。

例如，熱可塑性樹脂膜之形成可於銅或銅合金之表面上生成轉化薄膜後，將耐熱性優異之熱可塑性樹脂溶解於甲苯、乙酸乙酯、異丙醇等溶劑中，並藉由輥塗機等在轉化薄膜上均勻地塗布為乾燥後膜厚為1~30 μ m，且形成轉

化薄膜與熱可塑性樹脂之雙重結構，而前述熱可塑性樹脂係如松香、松香脂之松香衍生物；如萜樹脂、萜苯酚樹脂之萜樹脂衍生物；或芳香族烴樹脂、脂肪族烴樹脂、脂環族烴樹脂或該等樹脂之混合物所構成者。

- 5 因此，此時本發明之軟焊方法包含有：使含有銅或銅合金之材料與本發明之水性組成物接觸而於含有銅或銅合金之材料表面上形成轉化薄膜之表面處理步驟；於轉化薄膜上形成熱可塑性樹脂膜之步驟；及形成熱可塑性樹脂膜之銅或銅合金材料之軟焊之步驟。

10 實施例

以下顯示實施例及試驗例更詳細說明本發明，然而，本發明並不限於此。

首先，說明製造2-苯基-4-(二氯苯基)咪唑化合物之實施例1-1～實施例1-4。該等實施例中使用之原料取得處係如下所述。

原料

- 15 · 2',4'-二氯苯乙酮(東京化成工業公司製造，試藥)
- 3',4'-二氯苯乙酮(東京化成工業公司製造，試藥)
- 2',4'-二氯苯丙酮(蘭開斯特(ランカスター)公司製造，
- 20 試藥)
- 3',4'-二氯苯丙酮(愛爾德里其(アルドリッチ)公司製造，試藥)
- 苯甲脒鹽酸鹽(東京化成工業公司製造，試藥)

實施例1-1

〈2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)咪唑之合成〉

以反應溫度45~50℃，將43.4g(0.272莫耳)之溴滴入由50.5g(0.267莫耳)之2',4'-二氯苯乙酮及100g之甲醇所構成之溶液中。於滴定結束後，自反應溶液減壓蒸餾除去甲醇，
5 且將所得到之濃縮物溶解於120g之甲苯中，並以水洗淨後(100mL×3次)減壓蒸餾除去甲苯，得到褐色油狀之粗製2-溴代-2',4'-二氯苯乙酮68.0g(0.254莫耳)。

將由39.8g(0.254莫耳)之苯甲脒鹽酸鹽、13.7g(0.254莫耳)之甲醇鈉及170ml之四氫呋喃所構成之懸浮液進行1小
10 時之加熱回流後，冷卻至25℃，並以反應溫度不超過30℃，滴入由68.0g(0.254莫耳)之前述粗製2-溴代-2',4'-二氯苯乙酮及120ml之四氫呋喃所構成之溶液。於滴定結束後，加入13.7g(0.254莫耳)之甲醇鈉且進行加熱回流1小時。其次，將反應液冷卻至室溫且過濾除去不溶物，並將濾液進
15 行減壓乾固且水洗所取出之乾固物，接著，以甲苯洗淨後乾燥，得到目的物之粗結晶33.8g(粗收率46.0%)。使用乙腈將該粗結晶進行再結晶操作，得到淡黃色之精製結晶。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質譜資料係如下所述。

20 · mp.162-164℃

· TLC(矽膠、三氯甲烷/乙酸乙酯=9/1)：Rf=0.64

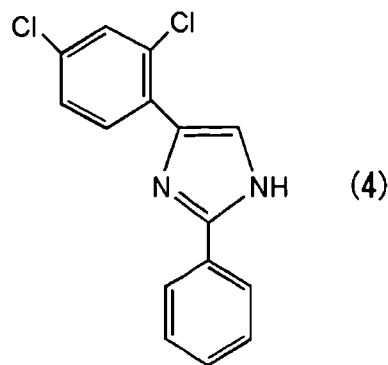
· NMR(CD₃OD)：δ 6.8-8.0(m)

· MS m/z(%)：

290(66),288(M⁺,100),261(3),253(3),226(3),218(3),199(3),18

5(5),157(3),150(7),123(17),117(13),114(13),104(5),89(15),77(10)

由該等譜資料可鑑定出所得到之化合物係以下述結構式(4)表示之2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)咪唑。



5

實施例1-2

〈2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)咪唑之合成〉

以反應溫度50~55℃，將43.9g(0.275莫耳)之溴滴入由50.5g(0.267莫耳)之3',4'-二氯苯乙酮及120g之甲醇所構成之溶液中。於滴定結束後，自反應溶液減壓蒸餾除去甲醇，且將所得到之濃縮物溶解於120g之甲苯中，並以水洗淨後(150mL×3次)減壓蒸餾除去甲苯，得到褐色油狀之粗製2-溴代-3',4'-二氯苯乙酮68.0g(0.254莫耳)。

10

將由39.8g(0.254莫耳)之苯甲脒鹽酸鹽、102.1g(1.02莫耳)之重碳酸鉀、400ml之四氫呋喃及100ml之水所構成之懸浮液，一面進行加熱回流，一面花費30分鐘滴入由68.0g(0.254莫耳)之前述粗製2-溴代-3',4'-二氯苯乙酮及110ml之四氫呋喃所構成之溶液。於滴定結束後進行加熱回流2小時。其次，將反應液進行減壓乾固且水洗乾固物，接著，以甲苯洗淨後，得到目的物之粗結晶45.5g(粗收率

15

20

62%)。使用乙腈將該粗結晶進行再結晶操作，得到白色之精製粉末。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質譜資料係如下所述。

5 · mp.179-182°C

· TLC(矽膠、三氯甲烷/乙酸乙酯=9/1)：Rf=0.52

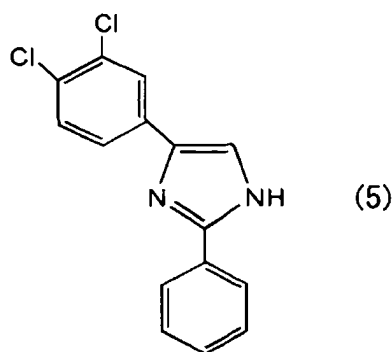
· NMR(CD₃OD)：δ 7.4-8.0(m)

· MS m/z(%)：

290(64),288(M⁺,100),253(4),226(4),185(4),150(12),123(21),

10 117(15),104(6),89(12),77(10)

由該等譜資料可鑑定出所得到之化合物係以下述結構式(5)表示之2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)咪唑。



實施例1-3

15 〈2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑之合成〉

以反應溫度50~55°C，將51.4g(0.322莫耳)之溴滴入由63.2g(0.311莫耳)之2',4'-二氯苯丙酮及140g之甲醇所構成之溶液中。於滴定結束後，自反應溶液減壓蒸餾除去甲醇，且將所得到之濃縮物溶解於120g之甲苯中，並以水洗淨後

20 (150mL×3次)減壓蒸餾除去甲苯，得到褐色油狀之粗製2-

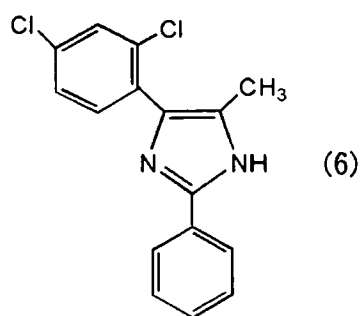
溴代-2',4'-二氯苯丙酮85.2g(0.302莫耳)。

將由47.3g(0.302莫耳)之苯甲脒鹽酸鹽、16.3g(0.302莫耳)之甲醇鈉及250ml之四氫呋喃所構成之懸浮液進行1小時之加熱回流後，冷卻至25℃，並以反應溫度不超過30℃，
5 滴入由85.2g(0.302莫耳)之前述粗製2-溴代-2',4'-二氯苯丙酮及160ml之四氫呋喃所構成之溶液。於滴定結束後，加入16.3g(0.302莫耳)之甲醇鈉且進行加熱回流1小時。其次，將反應液冷卻至室溫且過濾除去不溶物，並將濾液進行減壓乾固且水洗所取出之乾固物，接著，以甲苯洗淨後
10 乾燥，得到目的物之粗結晶50.4g(粗收率55.0%)。使用乙腈與DMF之混合液將該粗結晶進行再結晶操作，得到無色之精製結晶。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質譜資料係如下所述。

- 15 · mp.222-224℃
· TLC(矽膠、丙酮)：Rf=0.67
· NMR(d6-DMSO)： δ 2.19(s,3H),7.2-8.1(m,8H)
· MS m/z(%)：
304(65),302(M⁺,100),267(14),232(4),198(3),172(4),164(11),
20 130(8),104(17),89(15),77(13)

由該等譜資料可鑑定出所得到之化合物係以下述結構式(6)表示之2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑。



實施例1-4

〈2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑之合成〉

以反應溫度58~60℃，將51.1g(0.320莫耳)之溴滴入由
 5 65.0g(0.320莫耳)之3',4'-二氯苯丙酮及150g之甲醇所構成
 之溶液中。於滴定結束後，自反應溶液減壓蒸餾除去甲醇，
 且將所得到之濃縮物溶解於130g之甲苯中，並以水洗淨後
 (150mL×3次)減壓蒸餾除去甲苯，得到褐色油狀之粗製2-
 溴代-3',4'-二氯苯丙酮86.6g(0.307莫耳)。

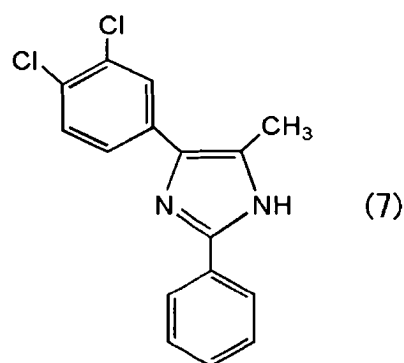
10 將由48.1g(0.307莫耳)之苯甲脒鹽酸鹽、123.4g(1.23莫
 耳)之重碳酸鉀、450ml之四氫呋喃及110ml之水所構成之懸
 浮液，一面進行加熱回流，一面花費40分鐘滴入由
 86.6g(0.307莫耳)之前述粗製2-溴代-3',4'-二氯苯丙酮
 及120ml之四氫呋喃所構成之溶液。於滴定結束後進行加熱
 15 回流2小時。其次，將反應液進行減壓乾固且水洗乾固物，
 接著，以甲苯洗淨後，得到目的物之粗結晶65.3g(粗收率
 71.3%)。使用乙腈將該粗結晶進行再結晶操作，得到白色
 之精製粉末。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質
 20 譜資料係如下所述。

- mp.169-171°C
- TLC(矽膠、丙酮)：Rf=0.68
- NMR(CD₃OD)：δ 2.4(s,3H),7.2-8.0(m,8H)
- MS m/z(%)：

5 304(69),302(M⁺,100),266(6),231(6),198(5),164(7),130(6),104(16),89(12),77(12)

由該等譜資料可鑑定出所得到之化合物係以下述結構式(7)表示之2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑。



10 其次，說明合成2-(二氯苯基)-4-苯基咪唑化合物之實施例2-1～實施例2-5。該等實施例中使用之原料取得處係如下所述。

原料

- 2-乙醯氧基苯乙酮(藉由下述參考例中所揭示之方法合
- 15 成)
- 1-苯基-1,2-丙二酮(東京化成工業公司製造，試藥)
- 2,3-二氯苯甲醛(東京化成工業公司製造，試藥)
- 2,4-二氯苯甲醛(東京化成工業公司製造，試藥)
- 2,6-二氯苯甲醛(東京化成工業公司製造，試藥)
- 20 · 3,4-二氯苯甲醛(東京化成工業公司製造，試藥)

參考例1**〈2-乙醯氧基苯乙酮之合成〉**

於 500ml 之乙醇中，將 78.5g(0.80mol) 之乙酸鉀、
5.0g(0.08mol) 之乙酸及 123.7g(0.80mol) 之 2-氯苯乙酮進行
5 加熱回流 6 小時。結束加熱後，將反應液冷卻至室溫，且過
濾除去所析出之氯化鉀，並減壓蒸餾除去乙醇，得到淡褐色
油狀物。於 1l 之水中注入該油狀物，且過濾取出所析出
之黃褐色結晶性固體後，使用甲醇進行再結晶操作，得到
113.1g(0.635mol、收率 79.3%) 之 2-乙醯氧基苯乙酮。

10 實施例2-1**〈2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基咪唑之合成〉**

將於 150ml 之 25% 氨水中溶解有 43.9g(0.22mol) 之乙酸
銅(II)-水合物之溶液，於水冷下每次少量地加入於 120ml
之異丙醇中溶解有 17.8g(0.1mol) 之 2-乙醯氧基苯乙酮與
15 17.5g(0.1mol) 之 2,3-二氯苯甲醛之溶液中，接著，花費 1
小時昇溫至 60°C，更甚者花費 3 小時昇溫至 78°C。

反應結束後，將反應液冷卻至 5°C，且過濾取出析出物
並水洗後乾燥，得到 31.1g 之深綠色粉末狀物。使該粉末狀
物懸浮於 160ml 之甲醇中，並加入 4.9g(0.06mol) 之 70% 氫硫
20 化鈉，且進行加熱回流 1 小時。然後，使甲醇溶液冷卻並過
濾除去黑色不溶物。接著，於減壓下自甲醇溶液蒸餾除去
甲醇，並使所得到之殘留物溶解於三氯甲烷中，以水洗淨
後，減壓蒸餾除去三氯甲烷，並使用乙腈將所得到之殘留
物進行再結晶操作，得到 12.5g 之灰白色粉末狀結晶(收率

43%)。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質譜資料係如下所述。

· mp.144-146°C

5 · TLC(矽膠、三氯甲烷/乙酸乙酯 = 9/1) : Rf = 0.51

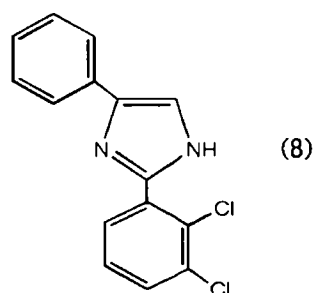
· NMR(CDCl₃) : δ 7.2-8.4(m)

· MS m/z(%) :

290(70), 288(M⁺, 100), 253(7), 123(4), 117(9), 89(19)

由該等譜資料可鑑定出所得到之結晶係以下述結構式

10 (8)表示之2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基咪唑。



實施例2-2

〈2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基咪唑之合成〉

將160ml之25%氨水中溶解有43.9g(0.22mol)之乙酸銅
15 (II)-水合物之溶液，於水冷下每次少量地加入於150ml之
異丙醇中溶解有17.8g(0.1mol)之2-乙醯氧基苯乙酮與
17.5g(0.1mol)之2,4-二氯苯甲醛之溶液中，接著，花費1
小時昇溫至60°C，更甚者花費2.5小時昇溫至80°C。

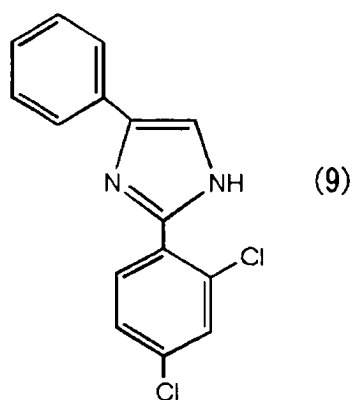
反應結束後，將反應液冷卻至10°C，且過濾取出析出
20 物並水洗後乾燥，得到27.3g之深綠色粉末狀物。使該粉末
狀物懸浮於150ml之甲醇中，並加入4.3g(0.054mol)之70%氨

硫化鈉，且進行加熱回流1小時。然後，使甲醇溶液冷卻並過濾除去黑色不溶物。接著，於減壓下自甲醇溶液蒸餾除去甲醇，並使所得到之殘留物溶解於三氯甲烷中，以水洗淨後，減壓蒸餾除去三氯甲烷，並使用乙腈將所得到之殘留物進行再結晶操作，得到11.0g之黃色粉末狀結晶(收率38%)。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質譜資料係如下所述。

- mp.153-156°C
- 10 • TLC(矽膠、三氯甲烷/乙酸乙酯=9/1)：Rf=0.56
- NMR(CDCl₃)：δ 7.0-8.5(m)
- MS m/z(%)：
- 290(66),288(M⁺,100),253(5),226(4),185(5),171(4),144(4),123(7),117(15),100(4),89(19)

15 由該等譜資料可鑑定出所得到之結晶係以下述結構式(9)表示之2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基咪唑。



實施例2-3

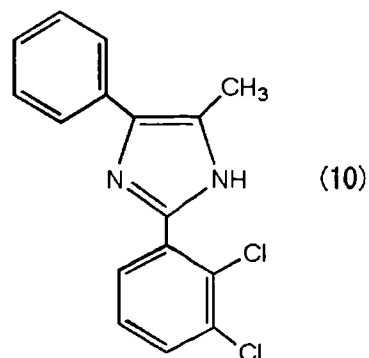
〈2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑之合成〉

於 100ml 之乙酸中，將 14.8g(0.1mol) 之 1-苯基-1,2-丙二酮、17.5g(0.1mol) 之 2,3-二氯苯甲醛及 46.2g(0.6mol) 之乙酸銨進行加熱回流 5 小時。反應結束後，將所得到之反應液放冷至室溫且注入至大量之稀氨水中，過濾取出所析出之固體成分並水洗後，使用乙腈進行再結晶操作，得到 17.3g 之淡綠色粉末狀結晶(收率 57%)。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之 Rf 值、NMR 及質譜資料係如下所述。

- mp. 183-185°C
- 10 • TLC(矽膠、三氯甲烷/乙酸乙酯 = 9/1) : Rf = 0.60
- NMR(CDC_l₃) : δ 2.5(s, 3H), 7.2-8.3(m, 8H)
- MS m/z(%) :
- 304(69), 302(M⁺, 100), 267(3), 225(2), 172(6), 151(5), 130(35), 103(30), 89(20), 77(19)

15 由該等譜資料可鑑定出所得到之結晶係以下述結構式 (10) 表示之 2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑。



實施例 2-4

〈2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑之合成〉

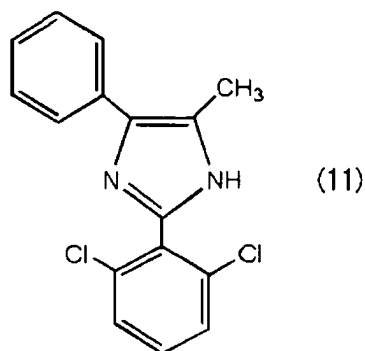
20 於 100ml 之乙酸中，將 14.8g(0.1mol) 之 1-苯基-1,2-

丙二酮、17.5g(0.1mol)之2,6-二氯苯甲醛及46.2g(0.6mol)之乙酸鉍進行加熱回流5小時。反應結束後，將所得到之反應液放冷至室溫且注入至大量之稀氨水中，過濾取出所析出之固體成分並水洗後，得到30.4g之褐色固體成分。使該
5 固體成分溶解於150ml之三氯甲烷中，並加入濃鹽酸且過濾取出所析出之鹽酸鹽，以丙酮洗淨後溶解於甲醇中，並加入甲醇鈉甲醇溶液且進行脫鹽酸，得到18.5g之乳白色粉末狀結晶(收率61%)。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質
10 譜資料係如下所述。

- mp.185-189°C
- TLC(矽膠、三氯甲烷/乙酸乙酯=9/1)：Rf=0.49
- NMR(CDCl₃)：δ 2.5(s,3H),7.2-7.7(m,8H)
- MS m/z(%)：
- 15 304(66),302(M⁺,100),267(2),225(2),199(2),172(6),151(4),130(39),103(29),89(31),77(19)

由該等譜資料可鑑定出所得到之結晶係以下述結構式(11)表示之2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑。



20 實施例2-5

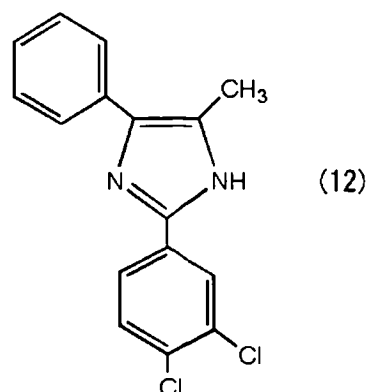
〈2-(3,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑之合成〉

於100ml之乙酸中，將14.8g(0.1mol)之1-苯基-1,2-丙二酮、17.5g(0.1mol)之3,4-二氯苯甲醛及46.2g(0.6mol)之乙酸銨進行加熱回流5小時。反應結束後，將所得到之反應液放冷至室溫且注入至大量之稀氨水中，過濾取出所析出之固體成分並水洗後，使用甲醇進行再結晶操作，得到18.8g之淡黃色粉末狀結晶(收率62%)。

所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質譜資料係如下所述。

- 10 · mp.172-175°C
- TLC(矽膠、三氯甲烷/乙酸乙酯=9/1)：Rf=0.60
- NMR(CDCI₃)：δ 2.5(s,3H),7.3-7.9(m,8H)
- MS m/z(%)：
- 304(63),302(M⁺,100),267(3),225(3),199(2),172(7),151(4),13
- 15 0(25),103(20),89(12),77(15)

由該等譜資料可鑑定出所得到之結晶係以下述結構式(12)表示之2-(3,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑。



其次，說明含有本發明之咪唑化合物之表面處理劑及

表面處理用組成物。以下顯示所使用之咪唑化合物之合成方法。

咪唑化合物

2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基咪唑係使用實施例2-1
5 中所合成者。

2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基咪唑係使用實施例2-2
中所合成者。

2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑係使用
實施例2-3中所合成者。

10 2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑係使用
實施例2-4中所合成者。

2-(3,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑係使用
實施例2-5中所合成者。

2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)咪唑係使用實施例1-1
15 中所合成者。

2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)咪唑係使用實施例1-2
中所合成者。

2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑係使用
實施例1-3中所合成者。

20 2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑係使用
實施例1-4中所合成者。

2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑之合成

於100ml之乙酸中，將14.8g(0.1mol)之1-苯基-1,2-
丙二酮、17.5g(0.1mol)之2,4-二氯苯甲醛及46.2g(0.6mol)

之乙酸銨進行加熱回流5小時。反應結束後，將所得到之反應液放冷至室溫且注入至大量之稀氨水中，過濾取出所析出之固體成分並水洗後，使用甲醇進行再結晶操作，得到16.4g之無色粉末狀結晶(收率54%)。

5 所得到之結晶之熔點、薄層層析法之Rf值、NMR及質譜資料係如下所述。

· mp.143-145°C

· TLC(矽膠、三氯甲烷/乙酸乙酯=9/1)：Rf=0.65

· NMR(CDCI₃)：δ 2.5(s,3H),7.3-8.4(m,8H)

10 · MS m/z(%)：

304(69),302(M⁺,100),267(2),225(2),199(2),172(6),151(4),130(31),103(23),89(17),77(17)

2,4-二苯基咪唑及2,4-二苯基-5-甲基咪唑係藉由特開平7-243053號公報中所揭示之方法來合成。

15 2-(4-氯苯基)-4-苯基咪唑係依據本說明書之實施例2-1及2-2所示之合成方法來合成。另，為原料之苯甲醛化合物係使用4-氯苯甲醛。

2-(4-氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑係依據本說明書之實施例2-3及2-4所示之合成方法來合成。另，為
20 原料之苯甲醛化合物係使用4-氯苯甲醛。

2-苯基-4-(4-氯苯基)咪唑係依據本說明書之實施例1-1及1-2所示之合成方法來合成。另，為原料之苯乙酮化合物係使用4'-氯苯乙酮。

2-苯基-4-(4-氯苯基)-5-甲基咪唑係依據本說

明書之實施例3-3及1-4所揭示之合成方法來合成。另，為原料之苯丙酮化合物係使用4'-氯苯丙酮化合物。

說明針對後述實施例3-1~3-10及比較例3-1~3-6中所調製之各表面處理用組成物進行之評價試驗方法。

5 焊料溢流性之評價試驗

試驗片係使用具有內徑0.80mm之銅通孔300孔的120mm(縱)×150mm(橫)×1.6mm(厚度)之玻璃環氧樹脂製印刷電路板。又，使用酸系洗淨劑使該試驗片脫脂，並使用硫酸/過氧化氫系藥劑進行軟蝕刻，再進行水洗後，以後述表1所揭示之預定時間浸漬於保持為後述表1所揭示之預定液溫之表面處理用組成物中，接著進行水洗、乾燥後，於銅表面上形成厚度約0.1~0.5 μ m之轉化覆膜。

使用紅外線回流裝置(製品名：MULTI-PRO-306，南統(VETRONIX)公司製造)，針對業已進行該表面處理之試驗片進行3次峰值溫度為240℃之回流加熱，接著使用流動軟焊裝置(輸送機速度：1.0m/分)進行軟焊。

另，所使用之焊料係具有63錫-37鉛(重量%)之組成之錫-鉛系共晶焊料(商品名：H63A，千住金屬工業製造)，且軟焊時所使用之焊劑係JS-64MSS(弘輝製造)。又，焊料溫度係設為240℃。

又，針對業已進行前述表面處理之試驗片，與錫-鉛系共晶焊料之情形相同地使用無鉛焊料進行軟焊。另，所使用之焊料係具有96.5錫-3.0銀-0.5銅(重量%)之組成之無鉛焊料(商品名：H705「艾可焊料(ECOSOLDER)」，千住金

屬工業製造)，且軟焊時所使用之焊劑係 JS-E-09(弘輝製造)。又，回流加熱之峰值溫度係 245°C ，且焊料溫度亦設為 240°C 。

針對業已進行軟焊之試驗片，計算焊料溢流至銅通孔
5 上部接合區部分(業已進行軟焊)之通孔數，且算出相對於全通孔數(300孔)之比例(%)。

對銅之表面之焊料潤濕性愈大，則熔融之焊料滲透銅
銅通孔內且容易溢流至該通孔之上部接合區部分。即，焊
料溢流至上部接合區部分之通孔數相對於全通孔數之比例
10 愈大，則對銅之焊料潤濕性愈優異，且判定為軟焊性良好。

焊料播散性之評價試驗

試驗片係使用 50mm (縱) $\times 50\text{mm}$ (橫) $\times 1.2\text{mm}$ (厚度)之玻
璃環氧樹脂製印刷電路板(電路圖案係以 1.0mm 之間隔朝橫
向形成 10 條由銅薄所構成之導體寬度 0.80mm 、長度 20mm
15 之電路部)。又，使用酸系洗淨劑使該試驗片脫脂，並使用
硫酸/過氧化氫系藥劑進行軟蝕刻，再進行水洗後，以後述
表 1 所揭示之預定時間浸漬於保持為後述表 1 所揭示之預定
液溫之表面處理劑中，接著進行水洗、乾燥後，於銅表面
上形成厚度約 $0.10\sim 0.50\mu\text{m}$ 之轉化覆膜。

20 使用紅外線回流裝置(製品名：MULTI-PRO-306，
南統公司製造)，針對業已進行該表面處理之試驗片進行 1
次峰值溫度為 240°C 之回流加熱，然後使用開口徑 1.2mm 、
厚度 $150\mu\text{m}$ 之金屬掩模，於銅電路部之中央印刷錫-鉛系
焊料膏，且以前期條件進行回流加熱並進行軟焊。另，所

使用之錫－鉛系焊料膏係由 63 錫-37 鉛(重量%)所構成之組成之共晶焊料(商品名：OZ－63－330F－40－10，千住金屬工業製造)。

又，針對業已進行前述表面處理之試驗片，與錫－鉛系焊料膏之情形相同地使用無鉛系焊料膏進行軟焊。另，所使用之無鉛系焊料膏焊料係由 96.5 錫-3.0 銀-0.5 銅(重量%)所構成之組成之無鉛焊料(商品名：M705－221BM5－42－11，千住金屬工業製造)。又，於焊料膏印刷前及印刷後進行之回流加熱係設定為峰值溫度 245℃。

針對所得到之試驗片，測定潤濕播散至銅電路部上之焊料長度(mm)。

該長度愈大，則焊料潤濕性愈優異，且判定為軟焊性良好。

實施例 3－1

以構成後述表 1 所揭示之組成，使作為咪唑化合物之 2－(2,3－二氯苯基)－4－苯基－5－甲基咪唑、作為酸之乙酸、作為金屬鹽之乙酸銅及作為鹵化物之溴化銨溶解於離子交換水後，利用氨水調整為 pH3.1，且調製表面處理用組成物。

其次，將印刷電路板之試驗片浸漬於溫度調整為 40℃ 之表面處理劑中 60 秒後，進行水洗、乾燥並測定焊料溢流性及焊料膏播散性。

實施例 3－2～3－10、比較例 1～6

藉由與實施例 3－1 相同之操作，調製具有表 1 所揭示之

組成之表面處理用組成物。其次，以表1所揭示之處理條件進行表面處理後，進行水洗、乾燥並測定焊料溢流性及焊料膏播散性。

表1顯示實施例3-1~3-10及比較例1~6之各組成物
5 之試驗結果。

表 1

試劑組成	咪唑化合物	實施例										比較例					
		3-1	3-2	3-3	3-4	3-5	3-6	3-7	3-8	3-9	3-10	1	2	3	4	5	6
咪唑化合物	2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑	0.25															
	2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑		0.5														
	2-(2,6-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑			0.25													
	2-(3,4-二氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑				0.25												
	2-苯基-4-(2,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑					0.25											
	2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)-5-甲基咪唑						0.15										
	2-(2,3-二氯苯基)-4-苯基咪唑							0.1									
	2-(2,4-二氯苯基)-4-苯基咪唑								0.25								
	2-苯基-4-(3,4-二氯苯基)咪唑									0.25							
	2,4-二苯基-5-甲基咪唑										0.25		0.2	0.25		0.25	0.25
酸	2-(4-氯苯基)-4-苯基-5-甲基咪唑																
	2-苯基-4-(4-氯苯基)-5-甲基咪唑																
	2,4-二苯基咪唑																
	2-苯基-4-(4-氯苯基)咪唑																
	甲酸						10										
	乙酸	12	20	10	25			32	25	20	30	10	10	10	10	10	30
	乳酸					10											
	n-庚酸		0.10		0.20												0.20
	乙酸钠	0.10		0.10	0.10			0.05			0.10	0.05	0.05	0.05	0.10	0.10	0.10
	氯化亞銅					0.10			0.07								
金屬鹽	氯化亞銅																
	溴化亞銅																
	溴化銅																
	碘化銅																
	乙酸鋅				0.60		0.03				1.0			1.0			2.0
	氯化鋅			0.15								0.08					
	氯化鉀														0.10		
	溴化鉀	0.08								0.06			0.06			0.08	
	溴化鉍		0.03											0.05			0.06
	碘化鉍																
鹼素	碘化鉀																
	碘化鉍																
	PH																
	處理溫度(°C)	3.1	2.5	3.5	2.7	3.2	1.9	3.8	3.3	2.6	2.6	3.8	3.9	3.6	3.9	2.8	4.0
	處理時間(秒)	40	30	50	60	40	40	50	50	60	50	40	50	40	40	30	60
	焊料溢流性 (%)	60	120	60	60	120	160	60	120	180	180	60	60	120	90	180	180
	焊料流動性 (%)	91	99	100	100	92	98	94	99	100	100	91	99	100	100	92	98
	無鉛焊料 (240°C)	95	100	90	91	100	100	91	97	100	100	32	37	58	54	46	62
	無鉛焊料 (245°C)	2.89	3.72	3.18	3.29	3.58	3.97	3.68	3.28	3.23	3.82	2.89	3.01	3.68	3.13	3.26	3.47
	無鉛焊料 (240°C)	1.64	1.65	1.66	1.71	1.67	1.66	1.66	1.62	1.63	1.71	1.52	1.50	1.62	1.57	1.55	1.58
	無鉛焊料 (245°C)																

以下說明表 1 所示之試驗結果。如實施例 3-1~3-10 所示，本發明中使用之咪唑化合物係具有 2,4-二苯基咪唑化合物之基本骨架者，且於咪唑骨架之 2 位或 4 位鍵合之苯基之氫原子被 2 個氯原子取代。又，比較例中所使用之咪唑化合物則是前述苯基未被氯原子取代，或者被 1 個氯原子取代。

由表 1 可清楚得知，使用錫-鉛系共晶焊料進行軟焊時之焊料溢流性之數值於實施例及比較例之試驗結果中皆為 90~100%，在實施例與比較例間幾乎沒有差異。

然而，使用無鉛焊料時之焊料溢流性之數值於實施例中達成 90~100%，但在比較例中則停留於 30~60%。由此可知，使用無鉛焊料進行軟焊時，藉由使用本發明之表面處理用組成物來處理銅表面，可大幅地提昇焊料潤濕性。

又，關於使用錫-鉛系共晶焊料時之焊料溢流性，於實施例中約為 2.9~4.0mm，於比較例則約為 2.9~3.7mm，且實施例僅稍微優於比較例。然而，使用無鉛焊料時，相對於實施例約為 1.6~1.7mm，於比較例中約為 1.5~1.6mm。由此可知，使用無鉛焊料進行軟焊時，藉由使用本發明之表面處理用組成物來處理銅表面，可顯著地提昇焊料潤濕性。

一般認為此種效果係由於本發明之表面處理用組成物中使用之咪唑化合物具有 2,4-二苯基咪唑化合物之基本骨架，且 2 個氯原子取代於 2 位或 4 位鍵合之苯基所致。

產業上之可利用性

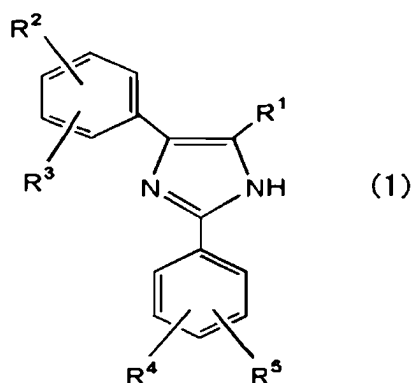
本發明之咪唑化合物適合作為利用無鉛焊料於印刷電路板上含有銅或銅合金之電路部分軟焊電子零件時之銅或銅合金表面處理用之水性組成物之成分使用。

【圖式簡單說明】

5 (無)

伍、中文發明摘要：

本發明係一種銅或銅合金之表面處理用之水性組成物，其含有下述通式(1)所示之咪唑化合物，且用於使用無鉛焊料進行軟焊者；



(式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子)。

陸、英文發明摘要：

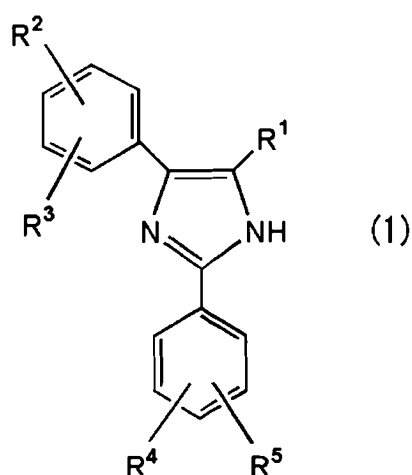
拾、申請專利範圍：

1. 一種軟焊方法，包含有：

使含有銅或銅合金之材料與水性組成物接觸之步驟；及

5 將含有銅或銅合金之材料用作無鉛焊料並進行軟焊之步驟；

前述水性組成物係一銅或銅合金之表面處理用水性組成物，其含有下述通式(1)所示之咪唑化合物，且係用於使用無鉛焊料進行軟焊者；



10

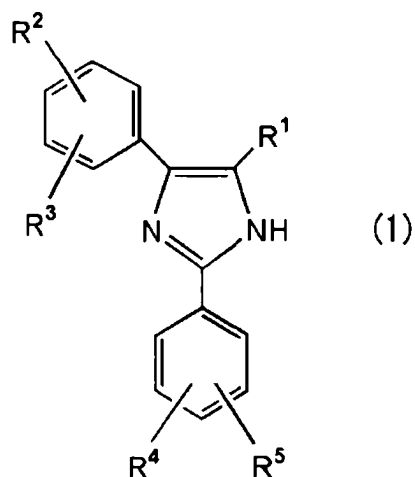
式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子。

2. 一種軟焊方法，包含有：

15 使含有銅或銅合金之材料與水性組成物接觸之步驟；及

將含有銅或銅合金之材料用作無鉛焊料並進行軟焊之步驟；

前述前述水性組成物係一銅或銅合金之表面處理用水性組成物，其含有下述通式(1)所示之咪唑化合物與酸，且係用於使用無鉛焊料進行軟焊者；



5 式中， R^1 表示氫原子或甲基，且 R^2 及 R^3 為氯原子時， R^4 及 R^5 表示氫原子，而 R^2 及 R^3 為氫原子時， R^4 及 R^5 表示氯原子。

3. 如申請專利範圍第2項之軟焊方法，其中水性組成物中通式(1)所示之咪唑化合物之含有比例相對於組成物全體量為0.01~10重量%，且酸係使用選自於由碳數1~12之飽和或不飽和脂肪族單羧酸、碳數2~6之飽和或不飽和脂肪族二羧酸、碳數7~8之芳香族羧酸、碳數6~8之芳香族磺酸、鹽酸、磷酸、硫酸及硝酸所構成群組中之至少1種酸，並且酸之含有比例相對於組成物全體量
- 10 為0.1~50重量%。

4. 如申請專利範圍第2項之軟焊方法，其中水性組成物更含有銅化合物。

5. 如申請專利範圍第4項之軟焊方法，其中前述銅化合物

使用選自於由鹵化銅、酸之銅鹽及氫氧化銅所構成群組中之至少 1 種，且銅化合物之含有比例相對於組成物全體量為 0.01～10 重量%。

柒、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 (無) 圖。

(二)本代表圖之元件代表符號簡單說明：

(無)

捌、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

