



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년05월26일
(11) 등록번호 10-0899246
(24) 등록일자 2009년05월18일

(51) Int. Cl.

C11D 7/50 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2004-7003308

(22) 출원일자 2004년03월05일

심사청구일자 2007년06월26일

번역문제출일자 2004년03월05일

(65) 공개번호 10-2004-0033016

(43) 공개일자 2004년04월17일

(86) 국제출원번호 PCT/US2002/023405

국제출원일자 2002년07월23일

(87) 국제공개번호 WO 2003/022981

국제공개일자 2003년03월20일

(30) 우선권주장

09/948,600 2001년09월07일 미국(US)

09/955,789 2001년09월19일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

WO200024814 A1

WO200105468 A1

전체 청구항 수 : 총 2 항

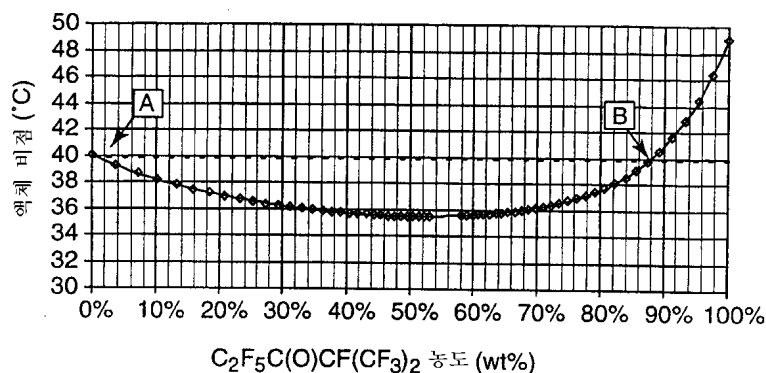
심사관 : 이상미

(54) 유사공비 조성물 및 그의 용도

(57) 요약

본 발명은 실질적으로 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 플루오르화 케톤, $R_fC(O)CF(CF_3)_2$ (여기서, R_f 는 CF_3CF_2- , $CF_3CF_2CF_2-$ 또는 $(CF_3)_2CF-$ 임)로 이루어진 공비 조성물 또는 유사공비 조성물을 제공한다. 또한, 기재 (substrate)를 세정하고, 코팅을 침착시키고, 열 에너지를 전달하고, 가공 작업에 윤활 작용을 하고, 폼 발포를 돕기 위한 상기 공비 조성물 및 유사공비 조성물의 사용 방법이 개시되어 있다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄; 및 (b) 플루오르화 케톤을 포함하는 것으로,
- (i) 760 torr 및 34 °C 이상 40 °C 미만에서 비등하는, 12.5 내지 99.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 1.0 내지 87.5 중량%의 $C_2F_5C(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물;
- (ii) 760 torr 및 39 °C 이상 40 °C 미만에서 비등하는, 61.0 내지 99.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 1.0 내지 39.0 중량%의 $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물;
- (iii) 760 torr 및 39 °C 이상 40 °C 미만에서 비등하는, 73.5 내지 99.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 1.0 내지 26.5 중량%의 $CF_3CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물;
- (iv) 760 torr 및 34 °C 이상 40 °C 미만에서 비등하는, 12.5 내지 95.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 5.0 내지 87.5 중량%의 $C_2F_5C(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물;
- (v) 760 torr 및 39 °C 이상 40 °C 미만에서 비등하는, 61.0 내지 95.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 5.0 내지 39.0 중량%의 $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물; 및
- (vi) 760 torr 및 39 °C 이상 40 °C 미만에서 비등하는, 73.5 내지 95.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 5.0 내지 26.5 중량%의 $CF_3CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물
- 로 이루어진 군에서 선택되며, 비인화성인 유사공비 조성물.

청구항 2

- (a) 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄; 및 (b) 플루오르화 케톤을 포함하는 것으로,
- (i) 760 torr 및 35.4 °C에서 비등하는, 48.3 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 51.7 중량%의 $C_2F_5C(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물;
- (ii) 760 torr 및 39.6 °C에서 비등하는, 79.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 21.0 중량%의 $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물; 및
- (iii) 760 torr 및 39.9 °C에서 비등하는, 86.7 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 13.3 중량%의 $CF_3CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)_2$ 를 포함하는 조성물
- 로 이루어진 군에서 선택되는 공비 조성물.

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

명세서

기술분야

- <1> 본 발명은 공비 조성물 및 유사공비 조성물에 관한 것이고, 또한 기재 (substrate)를 세정하고, 코팅을 침착시키고, 열 에너지를 전달하고, 가공 작업에 윤활 작용을 하고, 폼(foam) 발포를 돕기 위한 공비 조성물 및 유사공비 조성물의 사용 방법에 관한 것이다.

배경기술

- <2> 클로로플루오로카본 (CFC), 히드로클로로플루오로카본 (HCFC) 및 히드로플루오로카본 (HFC, 예를 들면 1,1,1-트리클로로에탄 및 사염화탄소)은 건조, 세정 (예를 들면, 인쇄 회로판으로부터 플럭스 잔류물 제거) 및 증기 탈지 (vapor degreasing)와 같은 각종 용제 분야에 사용되어 왔다. 이들 물질은 또한 냉동 및 열 전달 방법에 사용되어 왔다. 이들 물질은 초기에는 환경친화적인 것으로 생각되었지만, 현재에는 오존 파괴와 관련 있는 것으로 여겨지고 있다. 몬트리얼 의정서 및 그의 수반되는 개정에 따라서, CFC의 생산 및 사용은 중단되어야 한다 (예를 들면, P.S. Zurer, "Looming Ban on Production of CFCs, Halons Spurs Switch to Substitutes," Chemical & Engineering News, page 12, November 15, 1993 참조). CFC 대체물에서 요구되는 특징에는 낮은 오존 파괴 지수 이외에 전형적으로 각종 용제 세정 분야에 적합한 비점 범위, 저인화성 및 저독성이 포함된다. 용제 대체물을 또한 탄화수소계 및 플루오로카본계 오염물 모두를 용해시키는 능력을 가져야 한다. 바람직하게는, 용제 대체물은 또한 저독성, 기준에 맞는 안정성, 짧은 대기중 수명 및 낮은 지구 온난화 지수를 가지며, 인화점 (ASTM D3278-98 e-1로 측정됨, SETAFLASH로도 알려진 "소규모 밀폐 용기 장치에 의한 액체의 인화점")을 갖지 않는다.
- <3> 특정 퍼플루오르화 (PFC) 및 고급 플루오르화 히드로플루오로카본 (HFC) 물질은 용제 분야에서 CFC 및 HCFC 대체물로서 평가되어 왔다. 그러나, PFC 및 비인화성 HFC는 높은 지구 온난화 지수를 갖는다. 이들 물질이 일반적으로 용제 분야에 사용되기에 충분히 화학적으로 안정하고, 비독성이고 비인화성이긴 하지만, PFC는 대기 중에 잔존되는 경향이 있으며, PFC 및 HFC는 탄화수소 물질을 용해 또는 분산시키는데 일반적으로 CFC 및 HCFC 보다 덜 효과적이다.
- <4> 히드로플루오로에테르 (HFE), 또는 고급 플루오르화 에테르 또한 CFC 및 HCFC 대체물로서 관심이 증가되어 왔다. HFE도 또한 화학적으로 안정하고, 저독성이고, 비인화성이며 오존을 파괴하지 않는다. PFC, HFC 또는 HFE와 기타 유기 용제의 혼합물은 단독으로 사용되는 PFC, HFC 또는 HFE보다 탄화수소에 대해 더 우수한 용제 및 분산제가 되는 경향이 있다.
- <5> 플루오르화 케톤은 소화제로서 및 마그네슘 커버 기체로서 특히 유용하다. 이들은 비용 효율적이며 낮은 지구 온난화 지수를 갖는다. 하지만, 이들은 제한된 용제 강도를 갖는다.
- <6> 많은 공비물은 유용한 용제에 적합한 특성을 갖는다. 예를 들면, 공비물은 가공 및 사용 중에 비등 온도 드리프트 (drift)를 피하는 일정한 비점을 갖는다. 또한, 공비물이 용제로서 사용될 때에는, 용제 조성이 비등 또는 환류 중에 변화되지 않으므로 용제의 특성이 일정하게 유지된다. 용제로서 사용되는 공비물은 또한 증류에 의해 용이하게 회수될 수 있다.

- <7> 따라서, 우수한 용제 강도 및 저인화성을 가지며, 오존을 파괴시키지 않고 비교적 짧은 대기중 수명을 가져서 지구 온난화 (즉, 낮은 지구 온난화 지수)에 크게 영향을 미치지 않는 공비 조성물 또는 유사공비 조성물을 필요로 한다.
- <8> **발명의 요약**
- <9> 본 발명은 히드로플루오로카본 및 플루오르화 케톤의 공비 조성물 및 유사공비 조성물을 제공한다. 유리하게는, 이 조성물은 비인화성이며, 우수한 용해력을 가지며, 오존을 파괴하지 않으며, 비교적 짧은 대기중 수명을 갖는다. 또한, 이것은 비용 효율적이다.
- <10> 한 면에서, 본 발명은 히드로플루오로카본 및 플루오르화 케톤을 포함하거나 실질적으로 히드로플루오로카본 및 플루오르화 케톤으로 이루어진 공비 조성물 및 유사공비 조성물을 제공한다. 히드로플루오로카본은 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄이다. 플루오르화 케톤은 화학식 $R_fC(O)CF(CF_3)_2$ (여기서, R_f 는 CF_3CF_2- , $CF_3CF_2CF_2-$ 또는 $(CF_3)_2CF-$ 임)로 표시된다.
- <11> 유사공비 조성물에 포함된 히드로플루오로카본 및 플루오르화 케톤의 농도가 그들 사이에서 형성된 공비물 내의 농도에서 다소 가변적이긴 하지만, 유사공비 조성물의 비점은 최소 비점 성분의 비점 아래이다. 따라서, 본 발명의 유사공비 조성물은 상응하는 공비물을 포함한다. 바람직하게는, 유사공비 조성물은 비인화성이다.
- <12> 다른 면에서, 본 발명은 세정될 물체를 그 물체 상의 불필요한 오염물 또는 이물질이 용해, 분산 또는 치환되고, 행구어질 때까지 본 발명의 1종 이상의 유사공비 조성물 또는 이들 조성물의 증기와 접촉시켜 물체를 세정하는 방법을 제공한다.
- <13> 본 발명은 또한 유사공비 조성물 및 코팅 과정에 유용한 코팅 물질을 포함하는 코팅 조성물을 제공한다.
- <14> 또다른 면에서, 본 발명은 코팅 물질에 대한 용제 또는 담체로서 유사공비 조성물을 이용하여 기재 상에 코팅 조성물을 침착시키는 방법을 제공한다. 이 방법은 기재의 하나 이상의 표면의 적어도 일부분에 (a) 유사공비 조성물; 및 (b) 유사공비 조성물에 가용성이거나 분산성인 1종 이상의 코팅 물질을 포함하는 코팅 조성물을 도포하는 단계를 포함한다. 바람직하게는, 이 방법은 또한 코팅 조성물로부터, 예를 들면 증발에 의해 유사공비 조성물을 제거하는 단계를 더 포함한다.
- <15> 본 발명의 유사공비 조성물은 또한 완전히 휘발성인 작동 유체에 유용하다. 이 작동 유체는 금속, 서미트 (cermet) 및 복합재 부품을 제작하는데 사용되는 절삭 또는 성형 과정에 윤활 작용을 하고, 존재한다 하더라도 잔류물을 거의 남기지 않고 표면에서 완전히 증발된다.
- <16> 또다른 면에서, 본 발명은 열전달 유체로서 유사공비 조성물을 사용하여 열 에너지를 전달하는 방법을 제공한다.

발명의 상세한 설명

- <20> 공비 조성물 또는 공비물은 비점에서의 액체의 부분 증발에 의해 생성되는 증기가 액체와 동일한 조성을 갖는다는 점에서 단일 물질과 같이 거동하는 2종 이상의 물질의 불변 비등 액체 혼합물이다. 공비 조성물은 동일한 물질의 다른 조성물과 비교하여 최대 또는 최소 비점을 나타내는 불변 비등 혼합물이다.
- <21> 유사공비 조성물은 상응하는 공비물을 포함한다. 본 발명의 유사공비 조성물은 강한 열역학적 비이상성을 나타내는 히드로플루오로카본 및 플루오르화 케톤의 혼합물이다. 열역학적으로 이상적인 또는 약간 비이상적인 혼합물은 두 성분의 비점 사이의 비점을 갖는다. 그러나, 본 발명의 유사공비 조성물은 최소 비점 성분의 비점 아래 온도에서 비등한다 (도면 참조). 바람직하게는, 유사공비 조성물은 비인화성이다.
- <22> 특정 유사공비 조성물 중의 히드로플루오로카본 및 플루오르화 케톤의 농도는 상응하는 공비 조성물에서 실질적으로 변화 가능하며, 이러한 허용가능한 변화의 정도는 플루오르화 케톤에 좌우된다. 더욱 바람직하게는, 유사공비 조성물 중의 히드로플루오로카본 및 플루오르화 케톤의 농도는 주위 압력에서 그들 사이에서 형성된 공비물에 함유된 농도와 실질적으로 동일하다. 바람직한 조성물은 시간 경과에 따라 조성물의 용해력에 큰 변화를 나타내지 않는다.
- <23> 공비물은 개개의 성분 용제의 많은 특성을 유지하므로 조합된 성질로 인해 개개의 성분에 비해 성능 및 유용성을 향상시킬 수 있다.

<24> 본 발명의 유사공비 조성물은 또한 히드رو플루오로카본 및 플루오르화 케톤 이외에, 공비물의 형성을 방해하지 않는 소량의 다른 화합물을 함유할 수도 있다. 예를 들면, 공용제 또는 소량의 계면활성제는 본 발명의 유사공비 조성물에 존재하여 유사공비 조성물 중의 물질, 예를 들면 물, 오염물 또는 코팅 물질 (예를 들면, 퍼플루오로폴리에테르 윤활제 및 플루오로폴리머)의 분산성 또는 용해성을 개선시킬 수 있고, 또는 소량의 윤활성 첨가제는 유사공비 조성물의 윤활 특성을 향상시킬 수 있다.

<25> 히드رو플루오로카본

<26> 본 발명의 히드رو플루오로카본은 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄이다. 본 발명의 히드رو플루오로카본은 솔베이 (Solvay; Societe Anonyme, Brussels, Belgium 소재)로부터 솔칸 (SOLKANE)TM 365로 시판된다.

<27> 플루오르화 케톤

<28> 본 발명에 유용한 플루오르화 케톤은 하기 화학식으로 표시되는 것을 포함한다:



<30> 상기 식에서, R_f 는 CF_3CF_2- , $CF_3CF_2CF_2-$ 또는 $(CF_3)_2CF-$ 이다.

<31> 본 발명의 플루오르화 케톤 (즉, 퍼플루오로케톤)은 미국 특허 제3,185,734호 (Fawcett 등) 및 문헌 [J. Am. Chem. Soc., v. 84, pp. 4285-88, 1962]에 기술된 바와 같이, 승온, 일반적으로 약 50 내지 80 °C에서 플루오라이드 이온의 존재하에 무수 환경 (예를 들면, 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르 또는 "디글라임")에서 퍼플루오로아실 할라이드 (예를 들면, CF_3CF_2COF)에 헥사플루오로프로필렌을 첨가함으로써 제조될 수 있다. 디글라임/플루오라이드 이온 혼합물은 이후의 플루오르화 케톤 제조를 위해, 예를 들면 습기에 대한 노출을 최소화하기 위해 재순환될 수 있다. 이러한 반응식이 이용될 때, 소량의 헥사플루오로프로필렌 다이머 및(또는) 트리머는 분지된 퍼플루오로케톤 생성물에서 부산물로서 잔류할 수 있다. 다이머 및(또는) 트리머의 양은 장시간, 예를 들면 수시간에 걸쳐 헥사플루오로프로필렌을 퍼플루오로아실 할라이드에 점차적으로 첨가함으로써 최소화될 수 있다. 이들 다이머 및(또는) 트리머 불순물은 일반적으로 증류에 의해 퍼플루오로케톤으로부터 제거될 수 있다. 비점들이 분별 증류하기에 너무 가까운 경우에, 다이머 및(또는) 트리머 불순물은 주위 온도 또는 승온에서, 바람직하게는 밀폐 용기에서 반응 생성물을 적당한 유기 용제, 예를 들면 아세톤, 아세트산, 또는 그의 혼합물 중의 알칼리 금속 과망간산염의 혼합물로 처리함으로써 산화적 방식으로 용이하게 제거될 수 있다. 아세트산은 이러한 목적에 바람직한 용제이다. 아세트산은 케톤을 분해하는데 도움이 되지 않지만, 어떠한 경우에는 아세톤이 사용될 때 약간의 케톤 분해가 일어남이 관찰되었다. 산화 반응은 반응 촉진을 위해 바람직하게는 승온에서, 즉 실온 이상, 바람직하게는 약 40 °C 이상에서 수행된다. 반응은 특히 케톤이 낮은 비점을 갖는 경우 압력 하에 수행될 수 있다. 반응은 완전히 혼화될 수 없는 두 상의 완전한 혼합을 촉진시키기 위해 바람직하게는 교반하며 수행된다.

<32> 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 플루오르화 케톤을 포함하거나 실질적으로 그것으로 이루어진 유사공비 조성물은 다음과 같은 것을 포함한다:

<33> (i) 약 760 torr 및 약 40 °C 미만에서 비등하는, 실질적으로 약 12.5 내지 약 99.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 1.0 내지 약 87.5 중량%의 $C_2F_5C(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물;

<34> (ii) 약 760 torr 및 약 40 °C 미만에서 비등하는, 실질적으로 약 61.0 내지 약 99.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 1.0 내지 약 39.0 중량%의 $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물; 및

<35> (iii) 약 760 torr 및 약 40 °C 미만에서 비등하는, 실질적으로 약 73.5 내지 약 99.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 1.0 내지 약 26.5 중량%의 $CF_3CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물.

<36> 바람직하게는, 유사공비 조성물은 비인화성이다. 즉, 그들은 밀폐 용기 시험 인화점을 갖지 않는다. 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 플루오르화 케톤을 포함하거나 실질적으로 그것으로 이루어진 바람직한 유사공비 조성물은 다음과 같은 것을 포함한다:

<37> (i) 약 760 torr 및 약 40 °C 미만에서 비등하는, 실질적으로 약 12.5 내지 약 95.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 5.0 내지 약 87.5 중량%의 $C_2F_5C(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물;

- <38> (ii) 약 760 torr 및 약 40 °C 미만에서 비등하는, 실질적으로 약 61.0 내지 약 95.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 5.0 내지 약 39.0 중량%의 $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물; 및
- <39> (iii) 약 760 torr 및 약 40 °C 미만에서 비등하는, 실질적으로 약 73.5 내지 약 95.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 5.0 내지 약 26.5 중량%의 $CF_3CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물.
- <40> 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 플루오르화 케톤을 함유하는 공비 조성물은 다음과 같은 것을 포함한다:
- <41> (i) 약 760 torr 및 약 35.4 °C에서 비등하는, 실질적으로 약 48.3 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 51.7 중량%의 $C_2F_5C(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물;
- <42> (ii) 약 760 torr 및 약 39.6 °C에서 비등하는, 실질적으로 약 79.0 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 21.0 중량%의 $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물; 및
- <43> (iii) 약 760 torr 및 약 39.9 °C에서 비등하는, 실질적으로 약 86.7 중량%의 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 약 13.3 중량%의 $CF_3CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)_2$ 로 이루어진 조성물.
- <44> 바람직하게는, 유사공비 조성물은 균질하며, 즉 그것은 주위 조건하에서, 즉 실온 및 대기압에서 단일상을 형성한다.
- <45> 유사공비 조성물은 소정량의 히드로플루오로카본, 플루오르화 케톤, 및 임의의 다른 미소량의 성분, 예를 들면 계면활성제 또는 윤활성 첨가제를 통상의 혼합 수단을 이용하여 혼합함으로써 제조된다.
- <46> 방법
- <47> 특히, 본 발명의 유사공비 조성물은 세정 방법에서, 열 전달 방법에서, 냉매로서, 작동 유체로서, 폼 발포제로서, 코팅액 등으로서 사용될 수 있다.
- <48> 세정
- <49> 본 발명의 세정 방법은 기재 상의 오염물이 유사공비 조성물에 또는 그에 의해 용해, 분산 또는 치환될 때까지 오염된 기재와 본 발명의 유사공비 조성물 중의 하나를 접촉시키고, 그후에 용해, 분산 또는 치환된 오염물을 함유하는 유사공비 조성물을 기재로부터 제거함으로써 (예를 들면, 기재를 오염되지 않은 새로운 유사공비 조성물로 행구거나 또는 유사공비 조성물에 침지된 기재를 베스에서 꺼내어 오염된 유사공비 조성물이 기재에서 흘러내리도록 함으로써) 수행될 수 있다. 유사공비 조성물은 증기 또는 액체 상태 (또는 둘다)로 사용될 수 있으며, 기재를 "접촉"시키기 위한 임의의 공지된 기술이 이용될 수 있다. 예를 들면, 액상 유사공비 조성물은 기재 상에 분무 또는 브러싱될 수 있고, 증기상 유사공비 조성물은 기재에 대해 취입될 수 있거나, 기체는 증기상 또는 액상 유사공비 조성물에 침지될 수 있다. 승온, 초음파 에너지 및(또는) 교반을 이용하여 세정을 촉진시킬 수 있다. 기타 각종 용제 세정 기술은 문헌 [B.N. Ellis in Cleaning and Contamination of Electronics Components and Assemblies, Electrochemical Publications Limited, Ayr, Scotland, pages 182-94 (1986)]에 기술되어 있다.
- <50> 유기 및 무기 기체는 모두 본 발명의 방법에 의해 세정될 수 있다. 기체의 대표적인 예로는 금속; 세라믹; 유리; 실리콘 웨이퍼; 중합체, 예를 들면 폴리카보네이트, 폴리스티렌 및 아크릴로니트릴-부타디엔-스티렌 공중합체; 천연 섬유 (및 그로부터 유래된 직물), 예를 들면 목면, 견, 아마, 양모, 모시; 모피; 가죽 및 스웨드; 합성 섬유 (및 그로부터 유래된 직물), 예를 들면 폴리에스테르, 레이온, 아크릴, 나일론, 폴리에틸렌, 아세테이트, 트리아세테이트 및 그의 혼방 섬유; 천연 및 합성 섬유의 혼방 섬유로 이루어진 직물; 및 상기 물질의 복합재를 들 수가 있다. 이 방법은 전자 부품 (예를 들면, 회로판), 광학 또는 자기 매체, 및 의료 기기 및 의료용 제품, 예를 들면 주사기, 수술용 장치, 이식용 기기 및 의족의 정밀 세정에 특히 유용하다.
- <51> 본 발명의 세정 방법은 기재의 표면으로부터 대부분의 오염물을 용해 또는 제거하는데 사용될 수 있다. 예를 들면, 경질 탄화수소 오염물과 같은 물질; 광유, 그리스, 절삭 및 압형유 및 왁스와 같은 고분자량 탄화수소 오염물; 퍼플루오로폴리에테르, 브로모트리플루오로에틸렌 올리고머 (지로스코프 유체) 및 클로로트리플루오로에틸렌 올리고머 (압매액, 윤활제)와 같은 플루오로카본 오염물; 실리콘유 및 그리스; 납땜용 플럭스; 입상물; 및 기타 정밀, 전자, 금속 및 의료 기기 세정 시에 존재하는 기타 오염물이 제거될 수 있다. 이 방법은 탄화수소 오염물 (특히, 경질 탄화수소유), 플루오로카본 오염물 및 입상물의 제거에 특히 유용하다.

- <52> 본 발명의 유사공비 조성물은 또한 추출에 유용하다. 여기서, 세정은 오염물 (예를 들면, 지방, 왁스, 오일 또는 기타 용제)을 물질 (예를 들면, 천연 물질, 식품, 화장품, 약제)로부터 용해 또는 치환시켜 제거하는 것을 포함한다.
- <53> 코팅 방법
- <54> 본 발명의 유사공비 조성물은 코팅 침착 방법에 사용될 수도 있으며, 여기서 유사공비 조성물은 코팅 물질에 대한 담체로서 기능하여 기재 표면 상에 코팅 물질을 침착시킬 수 있다. 따라서, 본 발명은 또한 유사공비 조성물을 포함하는 코팅 조성물 및 유사공비 조성물을 이용하여 기재 표면 상에 코팅을 침착시키는 방법을 제공한다. 이 방법은 기재의 하나 이상의 표면의 적어도 일부분에 (a) 유사공비 조성물; 및 (b) 유사공비 조성물에 가용성이거나 분산성인 1종 이상의 코팅 물질을 포함하는 액상 코팅 조성물의 코팅을 도포하는 단계를 포함한다. 코팅 조성물은 1종 이상의 첨가제 (예를 들면, 계면활성제, 착색제, 안정화제, 항산화제, 난연제 등)를 더 포함할 수 있다. 바람직하게는, 이 방법은 유사공비 조성물을 침착된 코팅으로부터, 예를 들면 증발되도록 하여 (예를 들면, 열 또는 진공을 가하여 촉진시킬 수 있음) 제거하는 단계를 포함한다.
- <55> 그 방법에 의해 침착될 수 있는 코팅 물질로는 안료, 실리콘 윤활성 첨가제, 안정화제, 접착제, 항산화제, 염료, 중합체, 약제, 화장품, 박리제, 무기 산화물 등 및 그의 조합물을 포함한다. 바람직한 물질로는 퍼플루오로폴리에테르, 탄화수소 및 실리콘 윤활성 첨가제; 테트라플루오로에틸렌의 비정질 공중합체; 폴리테트라플루오로에틸렌; 및 그의 조합물을 포함한다. 상기 방법에 사용하기에 적합한 물질의 대표적인 예로는 이산화 티타늄, 산화 철, 산화 마그네슘, 퍼플루오로폴리에테르, 폴리실록산, 스테아르산, 아크릴 접착제, 폴리테트라플루오로에틸렌, 테트라플루오로에틸렌의 비정질 공중합체 및 그의 조합물을 포함한다. 상기한 (세정 용도를 위한) 임의의 기재는 본 발명의 방법을 통해 코팅될 수 있다. 상기 방법은 자기 하드 디스크 또는 전기 코넥터를 퍼플루오로폴리에테르 윤활제로 또는 의료 기기를 실리콘 윤활성 첨가제로 코팅하는데 특히 유용할 수 있다.
- <56> 코팅 조성물을 형성하기 위해, 조성물의 성분들 (즉, 이용된 유사공비 조성물, 코팅 물질(들), 및 임의의 첨가제(들))은 코팅 물질을 용해, 분산 또는 유화시키는데 사용되는 임의의 통상의 혼합 기술에 의해, 예를 들면 기계적 교반, 초음파 교반, 수동 교반 등에 의해 배합될 수 있다. 유사공비 조성물 및 코팅 물질(들)은 목적하는 코팅 두께에 따라서 임의의 비로 배합될 수 있지만, 코팅 물질(들)은 바람직하게는 대부분의 코팅 용도를 위한 코팅 조성물의 약 0.1 내지 약 10 중량%를 구성한다.
- <57> 본 발명의 침착 방법은 코팅 조성물을 임의의 통상의 기술에 의해 기재에 도포하는 것으로 수행될 수 있다. 예를 들면, 조성물은 기재 상에 (예를 들면, 에어로졸로서) 브러싱 또는 분무될 수 있거나, 또는 기재는 스핀-코팅될 수 있다. 바람직하게는, 기재는 조성물에 침지함으로써 코팅된다. 침지는 임의의 적합한 온도에서 수행될 수 있으며 임의의 적당한 시간 동안 유지될 수 있다. 기재가 판, 예를 들면 카테터이고 조성물이 내강 벽을 코팅하도록 할 필요가 있다면, 감압에 의해 내강 내로 조성물을 끌어들이는 것이 바람직할 수 있다.
- <58> 코팅이 기재에 도포된 후에, 유사공비 조성물은 증발에 의해 침착된 코팅으로부터 제거될 수 있다. 필요시에, 증발 속도는 감압하거나 또는 온화한 열을 가함으로써 가속될 수 있다. 코팅은 임의의 두께를 가질 수 있으며, 실제의 두께는 코팅 물질의 점도, 코팅 도포 온도 및 인출 속도 (침지가 이용된다면)와 같은 인자에 의해 결정될 것이다.
- <59> 열 전달 방법
- <60> 유사공비 조성물은 또한 열전달 유체가 열 에너지 (즉, 열)를 직접 또는 간접 방식으로 전달할 수 있는 열 전달 방법에서 열전달 유체로서 사용될 수도 있다. 직접적인 열 전달 (종종, "직접 접촉 열 전달"로 칭함)은 열전달 유체가 유체와 방열기 또는 열원과의 직접 접촉으로 열을 직접적으로 (즉, 전도 및(또는) 대류를 통해) 방열기 또는 열원에 및(또는) 방열기 또는 열원으로부터 유체에 전도시키는 열 전달 방법을 의미한다. 직접 열 전달의 예로는 전기 부품의 침지 냉각 및 내연 엔진의 냉각이 있다.
- <61> 간접적인 열 전달은 열전달 유체 (종종, "작동 유체"로 칭함)가 유체와 방열기 또는 열원과의 직접적인 접촉 없이 열을 방열기 또는 열원에 및(또는) 방열기 또는 열원으로부터 전도시키는 열 전달 방법을 의미한다. 간접 열 전달의 예로는 건축, 차량 및 고정 기기에 사용되는 냉각, 공기 조화 및(또는) 가열 (예를 들면, 열 펌프를 사용함) 방법이 있다. 한 실시태양에서, 본 발명은 2차 순환 냉매로서 본 발명의 공비 조성물을 이용하는 것을 포함하는 열 전달 방법을 제공한다. 이 실시태양에서, 2차 순환 냉매 (즉, 넓은 온도 범위의 액상 유체)는 열원 (즉, 냉각될 물체)과 일차 순환 냉매 (즉, 가스로 팽창하여 열을 받아들이고, 전형적으로 압축기를 사용하여 액체로 응축됨으로써 열을 내놓는 저비점 유체) 사이에 열을 전달하는 수단을 제공한다. 본 발명의 공비 조성

물이 유용한 장치의 예로는 원심식 냉동기, 가정용 냉장고/냉동고, 자동차 공기 조화기, 냉동 수송차, 열 펌프, 슈퍼마켓 식품 냉장고 및 진열장, 및 냉장 창고가 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

<62> 간접적인 열 전달 방법에서, 열 전달을 위한 윤활성 첨가제는 가동 부품 (예를 들면, 펌프 및 밸브)이 장시간에 걸쳐 계속 작동되도록 하기 위해 가동 부품이 관련된 작동 유체에 혼입될 수 있다. 이러한 윤활성 첨가제는 우수한 열 및 가수분해 안정성을 가져야 하며 유체에 적어도 부분적인 용해성을 나타내야 한다. 적합한 윤활성 첨가제의 예로는 광유, 지방산 에스테르, 고급 할로젠화유, 예를 들면 클로로트리플루오로에틸렌 함유 중합체, 및 합성 윤활성 첨가제, 예를 들면 알킬렌 옥시드 중합체가 있다.

<63> 가공 작업

<64> 본 발명의 유사공비 조성물은, 본 발명의 유사공비 조성물 및 1종 이상의 완전 휘발성 윤활성 첨가제를 포함하는 작동 유체 또는 윤활제를 제조하는데 사용될 수 있다. 가공 작업을 위한 윤활성 첨가제는 본원에서 가공물과 공구 사이의 마찰 계수를 변경시키는 첨가제로서 정의된다. 유사공비 조성물은 윤활성 첨가제와 함께 가공 작업을 위한 작동 유체를 형성한다. 가공 작업은 금속, 서미트 및 복합재 가공물을 포함한다.

<65> 금속으로는 내화 금속, 예를 들면 탄탈륨, 니오븀, 몰리브덴, 바나듐, 텅스텐, 하프늄, 레늄 및 티타늄; 귀금속, 예를 들면 은, 금 및 백금; 고온 금속, 예를 들면 니켈, 티타늄 합금, 및 니켈 크롬; 및 기타 금속, 예를 들면 마그네슘, 구리, 알루미늄, 강철 (스테인레스 강철 포함), 및 기타 합금, 예를 들면 황동 및 청동을 포함한다. 이들 작동 유체는 기계 가공 표면에 윤활 작용을 하여 매끄럽고 실질적으로 잔류물이 없는 기계 가공된 가공물 표면이 형성된다. 이러한 작업에서의 본 발명의 작동 유체는 또한 기계 가공 환경 (즉, 가공물과 작업 공구 사이의 계면)으로부터의 열 및 입상 물질을 제거함으로써 기계 가공 환경을 냉각시킨다.

<66> 서미트는 어느 것이든 단독으로는 나타나지 않는 물리적 특성을 가진 세라믹 및 금속 성분의 혼합물로 이루어진 반합성(semisynthetic) 제품으로서 정의된다. 그 예로는 금속 탄화물, 산화물 및 규화물을 포함하나, 이에 한정되는 것은 아니다 [Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 12th Edition, Van Nostrand Reinhold Company, 1993 참조].

<67> 복합재는 중합체 매트릭스 중의 고온 섬유, 예를 들면 에폭시 수지 중의 유리 또는 탄소 섬유의 적층물로서 본원에 기술되어 있다.

<68> 이러한 작동 유체는 절삭 및 성형 방법에서 윤활 작용을 하여 공구 또는 가공물 내의 마찰 및 발열을 감소시키고, 가공물에서 공구로의 물질 이동을 방지하도록 제조된다. 작동 유체가 작업 공구를 완전히 젖게 하고 유사공비 조성물이 작업 공구 및 가공물로부터 증발함으로써 윤활성 첨가제가 공구 및 가공물의 표면 상의 마찰 및 발열을 감소시키고 가공물에서 공구로의 물질 이동을 방지하는 박막으로서 존재하게 된다. 윤활성 첨가제는 조기에 증발되지 않고 작업 과정에 윤활 작용을 하도록 비점이 충분히 높고 잔류물이 거의 또는 전혀 남지 않도록 가공 과정으로부터 완전히 증발되기에 충분히 낮은 비점을 갖도록 선택된다. 가공 작업을 위한 윤활성 첨가제의 예로는 C₈ 내지 C₁₄ 지방산 에스테르, 알킬렌 글리콜 에테르, 탄화수소 증류물 및 락트산 에스테르를 포함하나, 이에 한정되는 것은 아니다.

<69> 폼 발포

<70> 본 발명의 유사공비 조성물은 또한 중합체 폼을 형성하기 위한 발포성 열가소성 및 열경화성 중합체에 대한 폼 발포제로서 유용하다. 유사공비 조성물은 1종 이상의 발포성 중합체 (즉, 열가소성 중합체에 대한 것) 또는 발포성 중합체의 전구체 (즉, 열경화성 중합체에 대한 것)의 존재하에 기화 (또는 퍼플루오로카본과 같은 다른 화합물과 배합되고 기화)될 수 있다.

<71> 본 발명의 열가소성 발포성 조성물에 사용하기에 적합한 발포성 중합체로는 폴리올레핀, 예를 들면 폴리스티렌, 폴리(비닐 클로라이드) 및 폴리에틸렌과 같은 중합체가 있다. 예를 들면, 폼은 통상적인 압출 방법을 이용하여 스티렌 중합체로부터 제조될 수 있다. 발포제 조성물은 압출기 내의 열-가소화된 스티렌 중합체 흐름에 주입되고 압출 전에 그와 혼합되어 폼을 형성할 수 있다. 적합한 스티렌 중합체의 대표적인 예로는 스티렌, α-메틸 스티렌, 고리-알킬화 스티렌 및 고리-할로젠화 스티렌의 고체 동중중합체, 및 상기 단량체와 미량의 다른 공중합성 올레핀계 단량체, 예를 들면 메틸 메타크릴레이트, 아크릴로니트릴, 말레산 무수물, 시트라콘산 무수물, 이타콘산 무수물, 아크릴산, N-비닐카르바졸, 부타디엔 및 디비닐벤젠의 공중합체가 있다. 적합한 비닐 클로라이드 중합체로는 비닐 클로라이드 동중중합체 및 비닐 클로라이드와 다른 비닐 단량체의 공중합체가 있다. 에틸렌 동중중합체 및 에틸렌과, 예를 들어 2-부텐, 아크릴산, 프로필렌 또는 부타디엔의 공중합체가 또한 유용하

다. 다른 유형의 중합체의 혼합물이 이용될 수 있다.

<72> 본 발명의 발포성 조성물에 사용하기에 적합한 열경화성 중합체의 제조에 사용되는 발포성 중합체의 전구체로는 페놀성 중합체, 실리콘 중합체 및 이소시아네이트계 중합체, 예를 들면 폴리우레탄, 폴리이소시아누레이트, 폴리우레아, 폴리카르보디이미드 및 폴리이미드의 전구체를 포함한다. 이소시아네이트계 중합체의 전구체가 바람직한데, 본 발명의 발포제 조성물이 폴리우레탄 또는 폴리이소시아누레이트 폼을 제조하는데 특히 유용하기 때문이다.

<73> 본 발명의 바람직한 조성물에 사용하기에 적합한 폴리이소시아네이트로는 지방족, 지환식, 아릴지방족, 방향족 또는 복소환식 폴리이소시아네이트, 또는 그의 조합물이 있다. 중합체 폼의 생산에 사용하기에 적합한 임의의 폴리이소시아네이트가 이용될 수 있다. 순수한, 개질된 또는 미정제 형태의 방향족 디이소시아네이트, 예를 들면 톨루엔 및 디페닐메탄 디이소시아네이트가 특히 중요하다. MDI 변형 (우레탄, 알로파네이트, 우레아, 비우렛, 카르보디이미드, 우레톤이민 또는 이소시아누레이트 잔기의 도입에 의해 개질된 디페닐메탄 디이소시아네이트) 및 미정제 또는 중합성 MDI (폴리메틸렌 폴리페닐렌 폴리이소시아네이트)로서 당업계에 공지된 디페닐메탄 디이소시아네이트와 그의 올리고머의 혼합물이 특히 유용하다.

<74> 적합한 폴리이소시아네이트의 대표적인 예로는 에틸렌 디이소시아네이트, 1,4-테트라메틸렌 디이소시아네이트, 1,6-헥사메틸렌 디이소시아네이트, 트리메틸 헥사메틸렌 디이소시아네이트, 1,12-도데칸 디이소시아네이트, 시클로부탄-1,3-디이소시아네이트, 시클로헥산-1,3- 및 -1,4-디이소시아네이트 (및 이들 이성체의 혼합물), 디이소시아네이트-3,3,5-트리메틸-5-이소시아네이트메틸 시클로헥산, 2,4- 및 2,6-톨루엔 디이소시아네이트 (및 이들 이성체의 혼합물), 디페닐메탄-2,4'- 및(또는) -4,4'-디이소시아네이트, 나프탈렌-1,5-디이소시아네이트, 4-당량의 상기 이소시아네이트 함유 화합물과 2개의 이소시아네이트 반응성기를 함유하는 화합물의 반응 생성물, 트리페닐 메탄-4,4',4"-트리이소시아네이트, 폴리메틸렌 폴리페닐렌 폴리이소시아네이트, m- 및 p-이소시아네이트페닐 술폰일 이소시아네이트, 과염소화 아릴 폴리이소시아네이트, 카르보디이미드기를 함유하는 폴리이소시아네이트, 노르보르난 디이소시아네이트, 알로파네이트기를 함유하는 폴리이소시아네이트, 이소시아누레이트기를 함유하는 폴리이소시아네이트, 우레탄기를 함유하는 폴리이소시아네이트, 아크릴화 우레아기를 함유하는 폴리이소시아네이트, 비우렛기를 함유하는 폴리이소시아네이트, 텔로머화 반응에 의해 생성되는 폴리이소시아네이트, 에스테르기를 함유하는 폴리이소시아네이트, 상기 디이소시아네이트와 아세탈의 반응 생성물, 중합성 지방산 에스테르를 함유하는 폴리이소시아네이트 및 그의 혼합물이 있다. 이소시아네이트기를 갖는 중류 잔류물 (이소시아네이트의 상업적 생산에서 얻어짐)은 단독으로 또는 상기 1종 이상의 폴리이소시아네이트 중의 용액으로 사용될 수도 있다.

<75> 본 발명의 발포성 조성물에 사용하기에 적합한 반응성 수소 함유 화합물은 2개 이상의 이소시아네이트 반응성 수소 원자를 갖는 것, 바람직하게는 히드록실, 일차 또는 이차 아민, 카르복실산, 또는 티올기, 또는 그의 조합물 형태이다. 폴리올, 즉 분자 당 2개 이상의 히드록실기를 갖는 화합물은 폴리이소시아네이트와의 그의 바람직한 반응성으로 인해 특히 바람직하다. 바람직한 폴리올은 2 내지 약 50개, 바람직하게는 2 내지 약 8개, 더욱 바람직하게는 2 내지 약 4개의 히드록실기를 갖는 것이다. 그러한 폴리올은 예를 들어 폴리에스테르, 폴리에테르, 폴리티오에테르, 폴리아세탈, 폴리카르보네이트, 폴리메타크릴레이트, 폴리에스테르 아미드, 또는 이들 화합물의 히드록실 함유 프레폴리머 및 화학양론적 양 미만의 폴리이소시아네이트이다. 일반적으로, 본 발명의 바람직한 발포성 조성물에 이용되는 반응성 수소 함유 화합물은 약 50 내지 약 50,000, 바람직하게는 약 500 내지 약 25,000의 중량 평균 분자량을 갖는다.

<76> 적합한 반응성 수소 함유 화합물의 대표적인 예는 문헌 [J.H. Saunders and K.C. Frisch in High Polymers, Volume XVI, "Polyurethanes," Part I, pages 32-54 and 65-88, Interscience, New York (1962)]에 기술되어 있다. 그러한 화합물의 혼합물이 또한 유용하며, 어떤 경우에는 저용융 및 고용융 폴리히드록실 함유 화합물을 DE 2,706,297호 (Bayer AG)에 기술된 바와 같이 서로 배합하는 것이 특히 유리하다. 유용한 폴리올로는 에틸렌 글리콜, 1,2- 및 1,3-프로필렌 글리콜, 1,4- 및 2,3-부틸렌 글리콜, 1,5-펜탄 디올, 1,6-헥산 디올, 1,8-옥탄 디올, 네오펜틸 글리콜, 1,4-비스(히드록시메틸)시클로헥산, 2-메틸-1,3-프로판 디올, 디프로모부텐 디올, 글리세롤, 트리메틸올프로판, 1,2,6-헥산트리올, 트리메틸올에탄, 펜타에리트리톨, 퀴니톨, 만니톨, 소르비톨, 디에틸렌 글리콜, 트리에틸렌 글리콜, 테트라에틸렌 글리콜, 고급 폴리에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 고급 폴리프로필렌 글리콜, 디부틸렌 글리콜, 고급 폴리부틸렌 글리콜, 4,4'-디히드록시디페닐 프로판 및 디히드록시메틸 히드로퀴논이 있다.

<77> 본 발명의 조성물에 사용하기에 적합한 페놀성 중합체 전구체로는 촉매 존재하의 페놀 및 알데히드의 반응 생성

물이 있다. 제조 방법은 폴리우레탄 폼의 제조 방법과 약간 유사하며 독립 기포율이 90%를 넘는 생성물이 형성된다. 본 발명의 페놀성 폼의 예시적 용도는 지붕 단열재, 건축 분야에서 외벽 단열을 위한 외장재, 및 산업 분야에서 파이프 및 블록 단열재와 같은 성형 부품에 대한 용도를 포함한다 ["Thermal Insulation," Encyclopedia of Chemical Technology, vol. 14, pages 648-662 (4th ed., John Wiley & Sons, 1995) 참조].

실시예

- <78> 본 발명의 유사공비 조성물의 제조, 확인 및 시험은 다음 실시예에 더 기술되어 있다. 이 실시예에 인용된 특정 물질 및 그의 양, 및 기타 조건 및 상세한 내용은 본 발명을 부당하게 제한하는 것으로 해석되지 않아야 한다. 달리 명시하지 않으면, 모든 백분율, 비율 및 비는 중량 기준으로 한 것이다.
- <79> 플루오르화 케톤의 제조
- <80> $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ -
- <81> 1,1,1,2,4,4,5,5,5-노나플루오로-2-트리플루오로메틸-부탄-3-온
- <82> 교반기, 가열기 및 열전대가 장치된 청정 건조 600 mL 파르 반응기에 무수 플루오르화 칼륨 5.6 g (0.10 mol) 및 무수 디글라임 (이후 모든 합성에 사용되는 무수 디에틸렌 글리콜 디메틸 에테르; Sigma Aldrich Chemical Co.에서 판매됨) 250 g을 첨가하였다. 이 합성 및 이후 모든 합성에 사용되는 무수 플루오르화 칼륨을 분무 건조시키고, 125 °C에서 보관하여 사용 직전에 분쇄하였다. 반응기 내용물을 교반하면서 $\text{C}_2\text{F}_5\text{COF}$ (약 95.0% 순도) 21.0 g (0.13 mol)을 밀폐 반응기에 첨가하였다. 그후에, 반응기 및 그의 내용물을 가열하고, 70 °C의 온도에 도달할 때, $\text{CF}_2=\text{CFCF}_3$ (헥사플루오로프로필렌) 147.3 g (0.98 mol) 및 $\text{C}_2\text{F}_5\text{COF}$ 163.3 g (0.98 mol)의 혼합물을 3.0 시간에 걸쳐 첨가하였다. 헥사플루오로프로필렌 및 $\text{C}_2\text{F}_5\text{COF}$ 혼합물을 첨가하는 동안에, 압력을 95 psig (5670 torr 절대) 미만으로 유지하였다. 헥사플루오로프로필렌 첨가 말기의 압력은 30 psig (2300 torr 절대)이었고 45분 유지 기간 내내 변화되지 않았다. 반응기 내용물을 냉각되도록 하고 1단 증류하여 가스 크로마토그래피에 의해 확인된 바와 같이 90.6% 1,1,1,2,4,4,5,5,5-노나플루오로-2-트리플루오로메틸-부탄-3-온 및 0.37% C_6F_{12} (헥사플루오로프로필렌 다이머)를 함유하는 물질 307.1 g을 얻었다. 조 플루오르화 케톤을 수 세척하고, 증류하고 실리카겔과의 접촉으로 건조시켜 0.4% 헥사플루오로프로필렌 다이머를 함유하는 99% 순도의 분별된 플루오르화 케톤을 제공하였다.
- <83> 실시예 1에서와 동일한 절차에 따라 제조된 분별된 플루오르화 케톤을 다음 절차를 이용하여 다이머를 제거하였다. 교반기, 가열기 및 열전대가 장치된 청정 건조 600 mL 파르 반응기에 아세트산 61 g, 과망간산 칼륨 1.7 g 및 상기 분별된 1,1,1,2,4,4,5,5,5-노나플루오로-2-트리플루오로메틸-부탄-3-온 301 g을 첨가하였다. 반응기를 밀폐시키고, 교반하면서 60 °C로 가열한 결과 12 psig (1400 torr 절대)의 압력에 도달하였다. 60 °C에서 75분 동안 교반한 후에, 액체 샘플을 딥 튜브를 사용하여 취하고, 샘플을 상 분할하고 하부상을 물로 세척하였다. 샘플을 glc를 사용하여 분석하고 검출 불가능한 양의 헥사플루오로프로필렌 다이머 및 소량의 헥사플루오로프로필렌 트리머를 나타내었다. 60분 후에 제2 샘플을 취하고 유사하게 처리하였다. 제2 샘플의 glc 분석 결과 검출 불가능한 양의 다이머 또는 트리머를 나타내었다. 3.5시간 후에 반응을 중지하고, 정제된 케톤을 아세트산으로부터 상 분할하고 하부상을 물로 2회 세척하였다. glc에 의해 99.6%를 넘는 순도를 가지며 검출가능한 양의 헥사플루오로프로필렌 다이머 또는 트리머를 함유하지 않는 케톤 261 g을 모았다.
- <84> $(\text{CF}_3)_2\text{CFC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ -
- <85> 1,1,1,2,4,4,5,5,5-옥타플루오로-2,4-비스(트리플루오로메틸)펜탄-3-온
- <86> 청정 건조 600 mL 파르 압력 반응기에 무수 플루오르화 칼륨 8.1 g (0.14 mol), 퍼플루오로(이소부틸 이소부틸레이트) 216 g (0.50 mol) 및 무수 디글라임 200 g을 첨가하였다. 반응기를 < 0 °C로 냉각한 후에, 헥사플루오로프로필렌 165 g (1.10 mol)을 생성된 혼합물에 첨가하였다. 반응기 내의 내용물을 70 °C에서 교반하면서 밤새 반응시키고, 반응기를 냉각되도록 하고 반응기 내의 과잉 압력을 대기압으로 배기시켰다. 반응기의 내용물을 상 분할하여 하부상 362.5 g을 얻었다. 하부상을 유지하고 이전의 유사한 반응에서 얻은 하부상과 혼합하였다. 22% 퍼플루오로이소부틸 플루오라이드 및 헥사플루오로프로필렌 197 g (1.31 mol)을 함유하는 축적된 하부상 604 g에 무수 플루오르화 칼륨 8 g (0.1 mol) 및 무수 디글라임 50 g을 첨가하고, 생성된 혼합물을 전과 동일한 방식으로 파르 반응기에서 반응되도록 하였다. 그 결과 54.4%의 목적 물질 및 5.7% 만의 퍼플루오로이소부틸 플루오라이드를 함유하는 하부상 847 g이 형성되었다. 그후에, 하부상을 수 세척하고, 무수 황산 마그네슘

으로 건조시키고, 분별 증류하여 가스 크로마토그래피 및 질량 분광분석법 ("gcms")에 의해 확인된 바와 같은 95.2% 순도 (47% 이론치 수율) 및 73 °C의 비점을 가진 1,1,1,2,4,5,5,5-옥타플루오로-2,4-비스(트리플루오로메틸)펜탄-3-온 359 g을 얻었다.

<87> $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ -

<88> 1,1,1,2,4,4,5,5,6,6,6-운데카플루오로-2-트리플루오로메틸-헥산-3-온

<89> 교반기, 가열기 및 열전대가 장치된 청정 건조 600 mL 파르 반응기에 무수 플루오르화 칼륨 5.8 g (0.10 mol) 및 무수 디글라임 108 g을 첨가하였다. 반응기의 내용물을 교반시키고 드라이 아이스로 냉각하면서 $\text{n-C}_3\text{F}_7\text{COF}$ (약 95.0% 순도) 232.5 g (1.02 mol)을 밀폐된 반응기에 첨가하였다. 그후에 반응기 및 그의 내용물을 가열하고, 72 °C의 온도에 도달하였을 때, $\text{CF}_2=\text{CFCF}_3$ (헥사플루오로프로필렌) 141 g (0.94 mol)을 85 psig (5150 torr 절대)의 압력에서 3.25 시간에 걸쳐 첨가하였다. 헥사플루오로프로필렌을 첨가하는 동안에, 압력을 90 psig (5400 torr 절대) 미만으로 유지하면서 반응기의 온도를 85 °C로 서서히 증가시켰다. 헥사플루오로프로필렌 첨가 말기의 압력은 40 psig (2800 torr 절대)이었고 추가의 4시간 유지 기간 내내 변화되지 않았다. 하부상을 분별 증류하여 가스 크로마토그래피에 의해 확인된 바와 같은 99.9%의 순도 및 72.5 °C의 비점을 가진 1,1,1,2,4,4,5,5,6,6,6-운데카플루오로-2-트리플루오로메틸-헥산-3-온 243.5 g을 얻었다. 구조는 gcms에 의해 확인하였다.

<90> $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CF}_2\text{CH}_3$ - 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄

<91> 이 히드로플루오로카본은 솔베이 (Solvay; Societe Anonyme, Brussels, Belgium 소재)에서 상품명 솔칸 (SOLKANE)TM 365 mfc 플루오르화 유체로서 판매된다.

<92> 실시예 1-3 및 비교예 C1-C4

<93> 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 각종 플루오르화 케톤의 각종 혼합물을 760 torr에서 증류하여 그들이 이성분 공비물을 형성하는지를, 그렇다면 다음 절차를 이용하여 공비물의 조성 (중량%) 및 비점 (b.p.)을 확인하였다. 혼합물을 제조하고 동심관 증류탑 (모델 9333, Ace Glass (Vineland, NJ 소재)로부터 판매됨)에서 주위 실험실 압력 (760 ± 1 torr)에서 증류하였다. 각 경우에, 증류를 60분 이상 동안 총 환류에서 평형화하였다. 각 증류의 경우, 각각의 총 액체 충전량이 약 5 부피%인 6가지 일련의 증류물 샘플을 20 대 1의 액체 환류비로 분리관 작동시키면서 취하였다. 그후에, RTX-200 모세 분리관 및 열 전도도 검출기를 갖춘 HP-5890 시리즈 II 플러스 가스 크로마토그래피 (Restek Corporation (Bellefonte, PA 소재)로부터 판매됨)를 사용하여 증류물 샘플의 조성을 분석하였다. 각 증류물의 비점은 열전대를 사용하여 측정하였다. 이 시험 절차 이후에, 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄의 공비물은 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$, $(\text{CF}_3)_2\text{CFC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ 및 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ 인 것으로 확인되었다.

<94> 확인된 각 공비물 및 모용제에 대한 밀폐 용기 시험 인화점을 ASTM D-3278에 기재된 절차에 따라서 측정하였다.

<95> 그후에, 공비물 및 그의 순수한 모용제를 미국 특허 제5,275,669호 (Van Der Puy 등)에 기재된 바와 유사한 시험 절차에 따라서 분자량을 증가시키는 노르말 탄화수소를 용해하는 그의 능력에 대해 시험하였다. 이 시험 절차 이후에, 시험 유사공비 조성물 0.5 내지 2 mL를 바이알에 첨가하였다. 그후에, 동부피의 n-헥산 ($\text{n-C}_6\text{H}_{14}$)을 동일한 바이알에 첨가하였다. 바이알을 뚜껑을 닫아서 밀폐하고, 바이알을 흔들어서 두 성분을 혼합하였다. 수분 동안 흔들리지 않게 침강시킨 후에 탁한 혼합물 또는 상 분할이 일어났다면, 유사공비 조성물은 LSH ("최대 가용성 탄화수소") <6 등급이었다. n-헥산으로 맑은 용액이 형성되었다면, n-헥산을 n-헵탄 ($\text{n-C}_7\text{H}_{16}$)으로 대체하여 시험을 반복하였다. 그후에, n-헵탄으로 탁한 혼합물 또는 상 분할이 일어났다면, 유사공비 조성물은 LSH 6 등급이었다. 탁한 혼합물 또는 상 분할이 관찰될 때까지 더 고급 동족 n-알칸으로 시험을 계속적으로 반복하였다. 얻어진 LSH 등급은 시험 유사공비 조성물과 동 부피로 균질 용액을 형성한 최대 가용성 n-알칸의 탄소 사슬 길이에 해당하였다. 예를 들면, n-노난 ($\text{n-C}_9\text{H}_{20}$)이 최대 가용성 n-알칸이었지만, n-데칸 ($\text{n-C}_{10}\text{H}_{22}$)이 상 분할을 일으켰다면, LSH 등급은 9로서 기록되었다. 모든 LSH 등급은 실온에서 측정되었다.

<96> 3가지 공비물 및 순수한 모용제의 조성 (중량%), 비점 (760 torr에서) 및 밀폐 용기 시험 인화점을 각각 실시예 1-3 및 비교예 C1-C4로서 하기 표 1에 나타내었다. 또한, 표 1에 각 공비물 및 모용제에 대한 LSH 등급을

나타내었다.

표 1

<97>

실시예	조성	b.p. (°C)	밀폐 용기 시험 인화점(°C)	LSH
1	48.3% $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CF}_2\text{CH}_3$ 51.7% $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$	35.4	비인화됨	9
2	79.0% $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CF}_2\text{CH}_3$ 21.0% $(\text{CF}_3)_2\text{CFC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$	39.6	비인화됨	9
3	86.7% $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CF}_2\text{CH}_3$ 13.3% $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$	39.9	비인화됨	9
C1	$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CF}_2\text{CH}_3$	40.0	-22	9
C2	$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$	49	비인화됨	6
C3	$(\text{CF}_3)_2\text{CFC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$	71.5	비인화됨	6
C4	$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$	74	비인화됨	6

<98>

표 1의 데이터는 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄과 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$, $(\text{CF}_3)_2\text{CFC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ 및 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ 각각 사이에서 더 낮은 비점의 공비물이 형성됨을 나타낸다. 데이터는 또한 이들 공비물이 밀폐 용기 시험 인화점을 갖지 않음을 나타내며, 이는 공비물이 비인화성을 의미하는 것이다. 또한, 각 공비물에 대해 측정된 LSH 값은 순수한 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄에 대해 측정된 것과 증가였으며, 이는 각 공비물에서의 두 모용제가 더 우수한 가용성을 갖게 됨을 나타낸다.

<99>

실시예 4-15

<100>

이러한 일련의 실험에서, 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 (PFB)과, $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (C6 PFK), $(\text{CF}_3)_2\text{CFC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (*i, i*-C7 PFK) 또는 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (*n, i*-C7 PFK)의 각종 블렌드에 대해 밀폐 용기 시험 (ASTM D-3278) 인화점을 측정하였다.

<101>

결과는 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

<102>

실시예	중량%				밀폐 용기 시험 인화점 (°C)
	PFB	C6 PFK	<i>i, i</i> -C7 PFK	<i>n, i</i> -C7 PFK	
4	70	30	---	---	비인화됨
5	80	20	---	---	비인화됨
6	85	15	---	---	비인화됨
7	90	10	---	---	비인화됨
8	95	5	---	---	비인화됨
9	60	---	40	---	비인화됨
10	70	---	30	---	비인화됨
11	80	---	20	---	비인화됨
12	90	---	10	---	비인화됨
13	95	---	5	---	비인화됨
14	90	---	---	10	비인화됨
15	95	---	---	5	비인화됨

<103>

표 2의 데이터는 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 모두 3가지 플루오르화 케톤을 함유하는 유사공비 조성물이 95

% 이상의 PFB 농도에서 밀폐 용기 시험 인화점을 나타내지 않음을 입증한다.

<104> 실시예 16-18

<105> 본 발명의 유사공비 조성물에 대한 백분율 범위는 에블리오메터 또는 비점 장치 (특별하게는 칼-글래스 퍼 리써 치, 인크. (Cal-Glass for Research, Inc.; Costa Mesa, CA 소재)로부터 판매되는 모델 MBP-100)를 사용하여 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 (PFB)과, $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (C6 PFK), $(\text{CF}_3)_2\text{CFC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (*i, i*-C7 PFK) 또는 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (*n, i*-C7 PFK)의 시험 혼합물의 비점을 측정하여 확인하였다. 이 시험을 실시하기 위해, 시험 조성물의 더 낮은 비점 성분 (전형적으로 25 내지 30 mL의 양)을 비점 장치에 첨가하고, 가열하여 그의 비점까지 (전형적으로 약 30분) 평형화되도록 하였다. 평형화 후에, 비점을 기록하고, 약 1.0 mL 등분량의 더 높은 비점 성분을 장치에 첨가하고, 형성된 새로운 조성물을 약 15분 동안 평형화되도록 하고, 그 시점에서 비점을 기록하였다. 시험을 기본적으로는 상기한 바와 같이 하여, 약 25 내지 30 mL의 더 높은 비점 성분이 첨가될 때까지 약 1.0 mL의 더 높은 비점 성분을 15분 마다 시험 혼합물에 첨가하며 계속하였다. 시험 혼합물이 더 낮은 비점 성분 (즉, 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄)의 비점 보다 더 낮은 비점을 나타내었을 때 유사공비 조성물의 존재가 인식되었다.

<106> 결과의 유사공비 조성물 범위는 표 3에 나타내었다. 모든 비점 측정을 760 ± 1 torr의 압력에서 실시하였다.

표 3

실시예	플루오르화 케톤	플루오르화 케톤 농도 (중량% 범위)	PFB 농도 (중량% 범위)
16	C6 PFK	1.0-87.5	12.5-99.0
17	<i>i, i</i> -C7 PFK	1.0-39.0	61.0-99.0
18	<i>n, i</i> -C7 PFK	1.0-26.5	73.5-99.0

<108> 실시예 19-22

<109> 50/50 및 20/80 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (C6 PFK)/1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 (PFB) 유사공비 조성물 (둘다 비인화성) 중의 각종 플루오르화유 및 비플루오르화유의 용해도를, 용기 무게를 단 나사형 유리 바이알에서 유사공비 조성물 또는 모용제 중의 하나 (즉, 순수한 PFB 또는 C6 PFK)의 샘플을 칭량하여 결정하였다. 그후에, 시험 오일을 소량 증분시키며 시험 오일이 더 이상 용해되지 않을 때까지 공비물 또는 모용제에 첨가하였다. 불용성의 이러한 시점은, 혼합물, 즉 격렬한 혼합 후에 형성된 2상 또는 탁한 혼합물이 비균질하게 되는 시점으로서 육안으로 확인되었다. 그후에, 바이알 및 그의 내용물을 재칭량하여 불용성을 나타내기 위해 첨가된 시험 오일의 양을 확인하고, 용제 중의 오일의 최대 농도를 계산하였다. 다음의 시험 오일을 사용하였다:

<110> 광유 - 백색, 경질 파라핀유 (밀도 = 0.838 g/cm^3), 시그마 알드리치 케미칼 캠퍼니 (Sigma Aldrich Chemical Company)로부터 판매됨.

<111> 실리콘유 - MED-361 실리콘유 (점도 = 350 cps), 누실 실리콘 테크놀로지 (NuSil Silicone Technology; Santa Barbara, CA 소재)로부터 판매됨.

<112> PFPE유 - BRAYCOTM 815Z 퍼플루오로폴리에테르유, 카스트롤 인더스트리얼 (Castrol Industrial; Irvine, CA 소재)로부터 판매됨.

<113> 폴리에스테르유 - ICEMATICTM SW-22 폴리에스테르유, 카스트롤 인더스트리얼로부터 판매됨.

<114> 용해도 결과는 표 4에 나타내었다.

표 4

실시예	시험 오일	하기 성분 중의 용해도 (%)			
		C6 PFK	PFB	50/50 C6 PFK/PFB	20/80 C6 PFK/PFB
19	광유	0.2	0.3	0.1	0.1
20	실리콘유	0.1	0.1	0.1	0.3
21	PFPE유	혼화성	2.0	혼화성	5.3
22	폴리에스테르유	0.8	혼화성	7.3	혼화성

표 4의 데이터는, 광유를 제외하고는, 본 발명의 비인화성 유사공비 조성물이 어느 모용제와도 적어도 동등한 오일의 전체 가용화를 제공하였음을 나타낸다.

실시예 23-24

폴리우레탄 폼을 다음 시험 절차를 이용하여 발포제로서 본 발명의 유사공비 조성물을 이용하여 취입하였다. 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 31.7 g 및 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (C6 PFK)(실시예 23) 또는 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (*n, i*-C7 PFK)(실시예 24) 3.5 g의 혼합물을 6000 rpm으로 셋팅된 펜드라우릭 (Pendraulic) LD-50 고전단력 믹서를 사용하여 3.5 g의 실리콘 계면활성제 B-8423 (T.H. Goldschmidt로부터 판매됨)과, 122 g의 폴리올 1832 A2 (520 mg KOH/g의 히드록시 당량, 4.6 pbw의 함수량, 3.7 g N,N-디메틸시클로헥실아민의 촉매 함량 및 25 °C에서 약 820 cps의 점도를 갖는 폴리에테르 폴리올; 바이엘 에이지 (Bayer AG)로부터 상품명 BAYTHERM™ VP-PU 1751 A/2로부터 판매됨)로 유화시켰다. 이 에멀전에 6000 rpm에서 15초 동안 혼합하면서 199 g의 DESMODUR™ 44V-20 (31.5 중량%의 이소시아네이트 함량 및 25 °C에서 200 ± 40 cps의 점도를 갖는 중합성 이소시아네이트; 바이엘 에이지에서 판매됨)을 첨가하였다. 생성된 혼합물을 50 °C로 예열된 350 cm x 350 cm x 60 cm 알루미늄 주형에 부었다. 경화된 폼 샘플에 대해 밀도, 초기 열 전도도 및 50 °C에서 2주 동안 노화시킨 후의 열 전도도를 측정하였다. 결과는 표 5에 나타내었다.

표 5

실시예	플루오르화 케톤	밀도 (kg/cm ³)	초기 열 전도도 (mW/mK)	노화된 열 전도도 (mW/mK)
23	C6 PFK	28.4	21.1	23.6
24	(<i>n, i</i> -C7 PFK)	29.1	21.2	23.1

표 5의 데이터는, 본 발명의 유사공비 조성물이 폼 발포제로서도 잘 기능함을 나타낸다.

실시예 25-38

작동 유체의 평가는 본 발명의 유사공비 조성물을 포함하는 작동 유체 제제를 이용하여 실시하였다. 각 제제는 가공 작업을 위한 2% 윤활성 첨가제를 포함하며, 나머지는 20/80 $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$ (C6 PFK)/1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 (PFB)의 유사공비 조성물이다. 각 제제에 대해, 9.5 mm 직경의 440C 강철 볼 및 2024 알루미늄 디스크 (약 6.25 cm 직경)가 장치된 CETR 마이크로트리보메터 (센터 퍼 트리볼로지, 인크. (Center for Tribology, Inc.; Mountain View, CA 소재)로부터 판매됨)를 사용하여 알루미늄 절삭 조건 하에 마찰 계수 (COF)를 시험하였다. 시험 전에, 400 그리트 연마지가 장치된 부엘러 (Buehler) 금속조직 연삭/연마 장치 (Buehler Ltd. (Lake Bluff, IL 소재)로부터 판매됨)를 사용하여 원판을 연마하였다. 원판을 마모시험기의 회전반 상에 장착시키고 볼이 정지되도록 볼을 고정구에 장착시켰다. 각 시험을 볼에서 125,600 mm/분의 일정 속도 및 볼에 대한 5 뉴턴의 하중으로 실시하였다. 하중을 시험의 처음 5초 안에 가하고 그후에 다음 15초에 걸쳐 5 뉴턴으로 유지하였다. 측력 및 하향력 값을 마이크로트리보메터의 로드 셀을 이용하여 시간 경과에 따라 기록하고, 측력을 하향력으로 나누어 각 시점에 대해 COF를 계산하였다. 작동 유체 제제를 시린지를 사용하여

약 20 mL/분의 속도로 회전 원판의 중앙에 첨가하여 각각의 작동 유체 제제를 시험하였다. 그후에, 고정된 강철 볼을 원판과 접촉되게 이동시키고, 계기로 표시되는 하향력이 약 1 뉴튼을 넘을 때 유체 흐름을 중지시켰다. 이후에, 작동 유체를 더 첨가하지 않았다. 동일한 원판 상의 새로운 위치에서 또한 강철 볼의 새로운 구역에서 일련의 각 시험을 실시하였다. 각 작동 유체 제제를 3회 시험하고, 평균 COF 값을 기록하였다. 그후에, COF 값을 시간의 함수로서 플롯팅하였다. "파괴 시간"은 COF가 시간에 따라 현저하게 증가하기 시작하였을 때로서 정의되었다. 우수한 작동 유체는 약 0.1 내지 약 0.2의 COF 값을 갖는 반면, 불량한 작동 유체는 약 0.5 이상의 COF 값을 갖는다. 덜 바람직한 작동 유체는 초기에는 우수한 COF 값을 나타낼 수 있지만, 시간 경과에 따라 불량한 COF 값으로 전이될 수 있음을 알 수 있다. 파괴 시간은 우수한 것으로 간주되는 작동 유체의 경우 20초 이상인 것이 바람직하다. 낮은 COF 값을 전혀 나타내지 않는 첨가제는 0의 파괴 시간으로 정해졌다. 실험 중에 COF 파괴를 나타내지 않는 작동 유체는 >20의 파괴 시간으로 정해졌다. 결과는 표 6에 요약하였다.

표 6

실시에	윤활성 첨가제	COF	파괴 시간 (초)
25	에틸렌 글리콜 n-부틸 에테르	0.110	>20
26	디에틸렌 글리콜 n-부틸 에테르	0.116	>20
27	프로필렌 글리콜 t-부틸 에테르	0.480	1.5
28	프로필렌 글리콜 n-부틸 에테르	0.161	18.9
29	디프로필렌 글리콜 t-부틸 에테르	0.105	>20
30	디프로필렌 글리콜 n-부틸 에테르	0.104	>20
31	에틸 락테이트	0.615	0
32	에틸헥실 락테이트	0.182	>20
33	ISOPAR™ G*	0.640	0
34	ISOPAR™ L*	0.224	16.0
35	에틸 헥사노에이트	0.552	0
36	에틸 옥타노에이트	0.073	>20
37	에틸 데카노에이트	0.064	>20
38	에틸 라우레이트	0.064	>20

* 엑손 케미칼 (EXXON Chemical; Houston, TX 소재)로부터 판매됨. 기타 모든 윤활성 첨가제는 시그마-알드리치 (Sigma-Aldrich; Milwaukee, WI 소재)로부터 판매된다.

표 6의 결과는 본 발명의 유사공비 조성물이 윤활성 첨가제와 배합시에 작동 유체로서 효율적임을 나타낸다.

도면의 간단한 설명

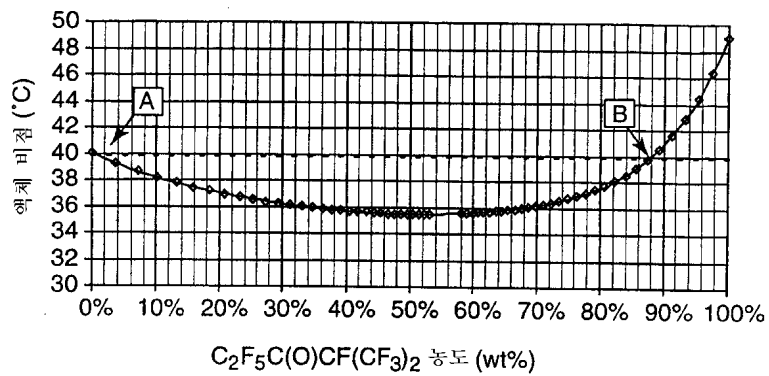
도 1은 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 $C_2F_5C(O)CF(CF_3)_2$ 의 농도에 대한 비점의 그래프이다. A 및 B 점은 유사공비 조성물에 대한 중점을 나타낸다.

도 2는 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 $CF_3CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)_2$ 의 농도에 대한 비점의 그래프이다. A 및 B 점은 유사공비 조성물에 대한 중점을 나타낸다.

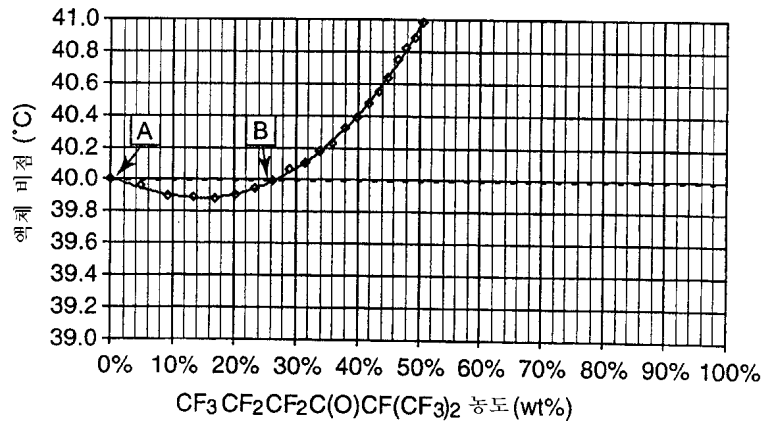
도 3은 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄 및 $(CF_3)_2CFC(O)CF(CF_3)_2$ 의 농도에 대한 비점의 그래프이다. A 및 B 점은 유사공비 조성물에 대한 중점을 나타낸다.

도면

도면1



도면2



도면3

