



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0114758
 (43) 공개일자 2008년12월31일

(51) Int. Cl.

C11D 7/28 (2006.01) C11D 7/50 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7023419

(22) 출원일자 2008년09월25일

심사청구일자 없음

번역문제출일자 2008년09월25일

(86) 국제출원번호 PCT/US2007/005242

국제출원일자 2007년02월28일

(87) 국제공개번호 WO 2007/100885

국제공개일자 2007년09월07일

(30) 우선권주장

60/777,350 2006년02월28일 미국(US)

(71) 출원인

이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니

미합중국 테라웨이주 (우편번호 19898) 월밍تون시
 마아켓 스트리이트 1007

(72) 발명자

미너, 바바라, 하빌랜드

미국 21921 매릴랜드주 엘크톤 그린해븐 드라이브
 233

슈웨이처, 멜로디, 에이.

미국 19808 엘라웨이주 월밍تون 브라켄 애비뉴
 1821

(74) 대리인

김영, 양영준, 양영환

전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 세정 분야를 위한 플루오르화 화합물을 포함하는 공비 조성물

(57) 요 약

본 발명은 플루오르화 올레핀과, 1종 이상의 알콜, 할로카본, 히드로플루오로카본 또는 플루오로에테르 및 이들의 배합물을 포함하는 조성물에 관한 것이다. 일 실시양태에서, 이들 조성물은 공비물 또는 공비유사물이다. 또다른 실시양태에서, 이들 조성물은 세정 분야에서 표면으로부터 오일 및/또는 다른 잔류물을 제거하기 위한 디그리싱제 또는 디플럭싱제로서 유용하다.

특허청구의 범위

청구항 1

R^1 및 R^2 가 독립적으로 C1 내지 C5 퍼플루오로알킬기로부터 선택되는 화학식 E- 또는 Z- $R^1\text{CH}=\text{CHR}^2$ 의 플루오르화 올레핀과, 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르, 히드로플루오로카본 및 이들의 배합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 화합물을 포함하는 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 조성물이 R^1 및 R^2 가 독립적으로 C1 내지 C5 퍼플루오로알킬기로부터 선택되는 화학식 E- 또는 Z- $R^1\text{CH}=\text{CHR}^2$ 의 플루오르화 올레핀과, 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르 및 히드로플루오로카본으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 화합물을 포함하는 공비 또는 공비 유사 조성물인 조성물.

청구항 3

알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르 및 히드로플루오로카본으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 화합물이 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, n-프로판올, 트랜스-1,2-디클로로에틸렌, 트리클로로에틸렌, 테트라클로로에틸렌, $\text{C}_4\text{F}_9\text{OCH}_3$, $\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$, HFC-43-10mee, HFC-365mfc 또는 이들의 배합물인 제2항의 공비 또는 공비 유사 조성물.

청구항 4

약 60 내지 약 99 중량%의 F14E 및 약 1 내지 약 40 중량%의 메탄올;

약 70 내지 약 99 중량%의 F14E 및 약 1 내지 약 30 중량%의 이소프로판올;

약 72 내지 약 99 중량%의 F14E 및 약 1 내지 약 28 중량%의 에탄올;

약 1 내지 약 75 중량%의 F14E 및 약 25 내지 약 99 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;

약 1 내지 약 99 중량%의 F14E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 n-프로필브로마이드;

약 1 내지 약 99 중량%의 F14E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 $\text{C}_4\text{F}_9\text{OCH}_3$;

약 1 내지 약 99 중량%의 F14E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 $\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$;

약 1 내지 약 99 중량%의 F14E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 HFC43-10mee;

약 1 내지 약 91 중량%의 F24E 및 약 99 내지 약 9 중량%의 메탄올;

약 57 내지 약 91 중량%의 F24E 및 약 43 내지 약 9 중량%의 이소프로판올;

약 57 내지 약 92 중량%의 F24E 및 약 43 내지 약 8 중량%의 에탄올;

약 1 내지 약 63 중량%의 F24E 및 약 99 내지 약 37 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;

약 1 내지 약 70 중량%의 F24E 및 약 99 내지 약 30 중량%의 n-프로필브로마이드;

약 61 내지 약 99 중량%의 F24E 및 약 39 내지 약 1 중량%의 퍼클로로에틸렌;

약 40 내지 약 84 중량%의 F24E 및 약 60 내지 약 16 중량%의 트리클로로에틸렌;

약 1 내지 약 99 중량%의 F24E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 $\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$;

약 86 내지 약 99 중량%의 F22E 및 약 14 내지 약 1 중량%의 메탄올;

약 88 내지 약 99 중량%의 F22E 및 약 12 내지 약 1 중량%의 이소프로판올;

약 88 내지 약 99 중량%의 F22E 및 약 12 내지 약 1 중량%의 에탄올;

약 48 내지 약 87 중량%의 F22E 및 약 52 내지 약 13 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;

약 64 내지 약 99 중량%의 F22E 및 약 36 내지 약 1 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F22E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 HFC-43-10mee;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F22E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 HFC-365mfc;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F22E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 C₄F₉OCH₃;
 약 86 내지 약 99 중량%의 F13iE 및 약 14 내지 약 1 중량%의 메탄올;
 약 87 내지 약 99 중량%의 F13iE 및 약 13 내지 약 1 중량%의 이소프로판올;
 약 88 내지 약 99 중량%의 F13iE 및 약 12 내지 약 1 중량%의 에탄올;
 약 46 내지 약 86 중량%의 F13iE 및 약 54 내지 약 14 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;
 약 64 내지 약 99 중량%의 F13iE 및 약 36 내지 약 1 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F13iE 및 약 99 내지 약 1 중량%의 HFC-43-10mee;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F13iE 및 약 99 내지 약 1 중량%의 HFC-365mfc;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F13iE 및 약 99 내지 약 1 중량%의 C₄F₉OCH₃;
 약 57 내지 약 99 중량%의 F3i3iE 및 약 43 내지 약 1 중량%의 메탄올;
 약 73 내지 약 99 중량%의 F3i3iE 및 약 27 내지 약 1 중량%의 이소프로판올;
 약 73 내지 약 99 중량%의 F3i3iE 및 약 27 내지 약 1 중량%의 에탄올;
 약 1 내지 약 76 중량%의 F3i3iE 및 약 99 내지 약 24 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F3i3iE 및 약 99 내지 약 1 중량%의 C₄F₉OC₂H₅;
 약 43 내지 약 86 중량%의 F3i3iE 및 약 57 내지 약 14 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F3i3iE 및 약 99 내지 약 1 중량%의 C₄F₉OCH₃;
 약 84 내지 약 99 중량%의 F13E 및 약 16 내지 약 1 중량%의 메탄올;
 약 86 내지 약 99 중량%의 F13E 및 약 14 내지 약 1 중량%의 이소프로판올;
 약 86 내지 약 99 중량%의 F13E 및 약 14 내지 약 1 중량%의 에탄올;
 약 42 내지 약 84 중량%의 F13E 및 약 58 내지 약 16 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;
 약 61 내지 약 99 중량%의 F13E 및 약 39 내지 약 1 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F13E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 HFC-43-10mee;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F13E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 C₄F₉OCH₃;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F13E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 C₄F₉OC₂H₅;
 약 1 내지 약 99 중량%의 F13E 및 약 99 내지 약 1 중량%의 HFC365mfc;
 약 1 내지 약 69 중량%의 F3i4E 및 약 99 내지 약 31 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;
 약 1 내지 약 89 중량%의 F3i4E 및 약 99 내지 약 11 중량%의 메탄올;
 약 1 내지 약 88 중량%의 F3i4E 및 약 99 내지 약 12 중량%의 이소프로판올;
 약 1 내지 약 89 중량%의 F3i4E 및 약 99 내지 약 11 중량%의 에탄올;
 약 1 내지 약 72 중량%의 F3i4E 및 약 99 내지 약 28 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 1 내지 약 70 중량%의 F44E 및 약 99 내지 약 30 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 1 내지 약 70 중량%의 F14E, 약 29 내지 약 98 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 30 중

량%의 메탄올;

약 1 내지 약 70 중량%의 F14E, 약 29 내지 약 98 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 20 중량%의 에탄올;

약 1 내지 약 70 중량%의 F14E, 약 20 내지 약 70 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 70 중량%의 $C_4F_9OCH_3$;

약 1 내지 약 70 중량%의 F14E, 약 29 내지 약 90 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 60 중량%의 $C_4F_9OC_2H_5$;

약 1 내지 약 80 중량%의 F14E, 약 15 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 80 중량%의 HFC-43-10mee;

약 1 내지 약 70 중량%의 F14E, 약 10 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 80 중량%의 HFC-365mfc;

약 1 내지 약 50 중량%의 F24E, 약 40 내지 약 98 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 25 중량%의 메탄올;

약 1 내지 약 60 중량%의 F24E, 약 39 내지 약 98 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 20 중량%의 에탄올;

약 1 내지 약 70 중량%의 F24E, 약 20 내지 약 70 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 70 중량%의 $C_4F_9OCH_3$;

약 1 내지 약 60 중량%의 F24E, 약 30 내지 약 80 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 60 중량%의 $C_4F_9OC_2H_5$;

약 45 내지 약 85 중량%의 F22E, 약 14 내지 약 54 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 10 중량%의 메탄올;

약 1 내지 약 89 중량%의 F22E, 약 10 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 85 중량%의 HFC-365mfc;

약 1 내지 약 70 중량%의 F22E, 약 29 내지 약 70 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 70 중량%의 $C_4F_9OCH_3$;

약 1 내지 약 80 중량%의 F22E, 약 19 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 중량% 내지 약 80 중량%의 HFC-43-10mee;

약 45 내지 약 85 중량%의 F13iE, 약 14 내지 약 54 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 10 중량%의 메탄올;

약 1 내지 약 89 중량%의 F13iE, 약 10 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 80 중량%의 HFC-43-10mee;

약 1 내지 약 89 중량%의 F13iE, 약 10 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 84 중량%의 HFC-365mfc;

약 1 내지 약 75 중량%의 F13iE, 약 24 내지 약 70 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 70 중량%의 $C_4F_9OCH_3$;

약 1 내지 약 70 중량%의 F3i3iE, 약 29 내지 약 95 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 25 중량%의 메탄올;

약 1 내지 약 65 중량%의 F3i3iE, 약 34 내지 약 98 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 15 중량%의 에탄올;

약 1 내지 약 69 중량%의 F3i3iE, 약 30 내지 약 70 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 69

중량%의 $C_4F_9OCH_3$;

약 1 내지 약 69 중량%의 F3i3iE, 약 30 내지 약 80 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 69 중량%의 $C_4F_9OC_2H_5$;

약 45 내지 약 80 중량%의 F13E, 약 19 내지 약 54 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 10 중량%의 메탄올;

약 1 내지 약 85 중량%의 F13E, 약 14 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 80 중량%의 HFC-43-10mee;

약 1 내지 약 85 중량%의 F13E, 약 14 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 80 중량%의 HFC-365mfc;

약 1 내지 약 80 중량%의 F13E, 약 19 내지 약 70 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 70 중량%의 $C_4F_9OCH_3$;

약 1 내지 약 30 중량%의 F3i4E, 약 25 내지 약 69 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 30 내지 약 69 중량%의 $C_4F_9OCH_3$;

약 1 내지 약 50 중량%의 F3i4E, 약 30 내지 약 98 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 1 내지 약 60 중량%의 $C_4F_9OC_2H_5$; 및

약 1 내지 약 70 중량%의 F44E, 약 1 내지 약 60 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 약 29 내지 약 98 중량%의 $C_4F_9OC_2H_5$ 로 이루어진 군으로부터 선택된 공비 또는 공비 유사 조성물을 포함하는 제2항의 공비 또는 공비 유사 조성물.

청구항 5

약 59.1°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 85.1 중량%의 F14E 및 14.9 중량%의 메탄올;

약 66.9°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 87.1 중량%의 F14E 및 12.9 중량%의 이소프로판올;

약 65.2°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 87.9 중량%의 F14E 및 12.1 중량%의 에탄올;

약 44.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 44.3 중량%의 F14E 및 55.7 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;

약 66.6°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 54.4 중량%의 F14E 및 45.6 중량%의 n-프로필브로마이드;

약 63.4°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 72.1 중량%의 F24E 및 27.9 중량%의 메탄올;

약 74.1°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 78.1 중량%의 F24E 및 21.9 중량%의 이소프로판올;

약 71.8°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 79.2 중량%의 F24E 및 20.8 중량%의 에탄올;

약 45°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 24.5 중량%의 F24E 및 75.5 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;

약 70.2°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 25.7 중량%의 F24E 및 74.3 중량%의 n-프로필브로마이드;

약 89.9°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 85.2 중량%의 F24E 및 14.8 중량%의 퍼클로로에틸렌;

약 75.9°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 65.0 중량%의 F24E 및 35.0 중량%의 트리클로로에틸렌;

약 43.7°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 95.8 중량%의 F22E 및 4.2 중량%의 메탄올;
 약 47.2°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 98.0 중량%의 F22E 및 2.0 중량%의 이소프로판올;
 약 46.6°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 97.6 중량%의 F22E 및 2.4 중량%의 에탄올;
 약 33.9°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 71.0 중량%의 F22E 및 29.0 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;
 약 43.3°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 87.0 중량%의 F22E 및 13.0 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 47.9°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 89.8 중량%의 F22E 및 10.2 중량%의 HFC-43-10mee;
 약 39.2°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 29.3 중량%의 F22E 및 70.7 중량%의 HFC-365mfc;
 약 44.4°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 95.5 중량%의 F13iE 및 4.5 중량%의 메탄올;
 약 48.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 97.8 중량%의 F13iE 및 2.2 중량%의 이소프로판올;
 약 47.5°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 97.4 중량%의 F13iE 및 2.6 중량%의 에탄올;
 약 34.4°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 70.2 중량%의 F13iE 및 29.8 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;
 약 44.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 86.4 중량%의 F13iE 및 13.6 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 48.8°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 95.3 중량%의 F13iE 및 4.7 중량%의 HFC-43-10mee;
 약 39.5°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 24.6 중량%의 F13iE 및 75.4 중량%의 HFC-365mfc;
 약 59.8°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 85.0 중량%의 F3i3iE 및 15.0 중량%의 메탄올;
 약 70.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 89.2 중량%의 F3i3iE 및 10.8 중량%의 이소프로판올;
 약 67.8°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 89.0 중량%의 F3i3iE 및 11.0 중량%의 에탄올;
 약 44.5°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 44.1 중량%의 F3i3iE 및 55.9 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;
 약 75.7°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 22.8 중량%의 F3i3iE 및 77.2 중량%의 C₄F₉OC₂H₅;
 약 61.3°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 67.4 중량%의 F3i3iE 및 32.6 중량%의 n-프로필브로마이드;
 약 47.3°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 94.4 중량%의 F13E 및 5.6 중량%의 메탄올;
 약 51.9°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 96.9 중량%의 F13E 및 3.1 중량%의 이소프로판올;
 약 51.1°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 96.5 중량%의 F13E 및 3.5 중량%의 에탄올;
 약 36.3°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 66.3 중량%의 F13E 및 33.7 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;
 약 47.1°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 83.7 중량%의 F13E 및 16.3 중량%의 n-프로필브로마이드;

약 52.3°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 59.5 중량%의 F13E 및 40.5 중량%의 HFC-43-10mee;

약 47.6°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 7.6 중량%의 F3i4E 및 92.4 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌;

약 65.4°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 42.8 중량%의 F3i4E 및 57.2 중량%의 메탄올;

약 81.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 57.8 중량%의 F3i4E 및 42.2 중량%의 이소프로판올;

약 77.3°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 58.7 중량%의 F3i4E 및 41.3 중량%의 에탄올;

약 69.6°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 31.9 중량%의 F3i4E 및 68.1 중량%의 n-프로필브로마이드;

약 70.9°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 8.1 중량%의 F44E 및 91.9 중량%의 n-프로필브로마이드;

약 39.9°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 34.4 중량%의 F14E, 59.0 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 6.6 중량%의 메탄올;

약 43.2°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 41.9 중량%의 F14E, 55.1 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 3.0 중량%의 에탄올;

약 41.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 10.3 중량%의 F24E, 80.3 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 9.4 중량%의 메탄올;

약 43.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 24.8 중량%의 F24E, 70.9 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 4.3 중량%의 에탄올;

약 32.6°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 67.9 중량%의 F22E, 29.7 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 2.4 중량%의 메탄올;

약 33.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 45.4 중량%의 F22E, 27.2 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 27.4 중량%의 HFC-365mfc;

약 33.0°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 66.9 중량%의 F13iE, 30.6 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 2.5 중량%의 메탄올;

약 34.4°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 69.8 중량%의 F13iE, 29.8 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 0.4 중량%의 HFC-43-10mee;

약 33.3°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 41.9 중량%의 F13iE, 27.8 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 30.3 중량%의 HFC-365mfc;

약 40.1°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 32.9 중량%의 F3i3iE, 60.2 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 6.9 중량%의 메탄올;

약 43.8°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 41.1 중량%의 F3i3iE, 56.3 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 2.6 중량%의 에탄올;

약 34.5°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 62.2 중량%의 F13E, 34.7 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 3.1 중량% 메탄올;

약 36.1°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 48.0 중량%의 F13E, 33.2 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 18.8 중량%의 HFC-43-10mee; 및

약 34.4°C의 온도에서 증기압이 약 14.7 psia (101 kPa)인, 23.1 중량%의 F13E, 30.3 중량%의 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 및 46.6 중량%의 HFC-365mfc로 이루어진 군으로부터 선택된 공비 또는 공비유사 조성물을 포함하는 제2항의 공비 또는 공비 유사 조성물.

청구항 6

- a. 잔류물을 포함하는 표면을 제1항의 조성물과 접촉시키고,
- b. 조성물로부터 표면을 회수하는 것을 포함하는 세정 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 에어로졸 추진제를 더 포함하는 조성물.

청구항 8

제7항에 있어서, 에어로졸 추진제가 공기, 질소, 이산화탄소, 디플루오로메탄, 트리플루오로메탄, 디플루오로에탄, 트리플루오로에탄, 테트라플루오로에탄, 펜타플루오로에탄, 헵타플루오로프로판 및 펜타플루오로프로판으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 조성물.

청구항 9

제6항에 있어서, 상기 잔류물이 오일을 포함하는 것인 방법.

청구항 10

제6항에 있어서, 상기 잔류물일 로진 플럭스(rosin flux)를 포함하는 것인 방법.

청구항 11

제6항에 있어서, 상기 표면이 접적 회로 장치인 방법.

명세서**<1> 관련 출원(들)의 상호 참조**

본 출원은 2006년 2월 28일자로 출원된 미국 가출원 제60/777,350호를 우선권 주장한다.

기술 분야

<3> 본 발명은 플루오르화 올레핀 또는 플루오르화 케톤과, 1종 이상의 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르 또는 히드로플루오로카본 및 이들의 배합물을 포함하는 조성물에 관한 것이다. 이들 조성물은 공비물 또는 공비유사물이고, 세정 분야에서 디플럭싱제(defluxing agent)로서 유용하며, 표면으로부터 오일 또는 잔류물을 제거하는데 유용하다.

배경 기술

<4> 플럭스 잔류물(flux residue)은 로진 플럭스(rosin flux)를 사용하여 조립된 마이크로 전자공학 부재에 항상 존재한다. 현대의 전자 회로 기판은 회로 및 부재 밀도가 증가되는 방향으로 발전되고 있기 때문에, 납땜 후 철저한 기판 세정이 중요한 처리 단계가 되고 있다. 납땜 후, 플럭스-잔류물은 종종 유기 용매로 제거된다. 디플럭싱 용매는, 세척될 기판을 손상시키지 않으면서 플럭스 및 플럭스 잔류물을 제거할 수 있도록 불연성이 있고, 독성이 낮고, 용해력이 높아야 한다. 또한, 사용시 최적의 성능을 위해서, 오일 및 그리스와 같은 다른 유형의 잔류물이 이를 장치로부터 효과적으로 제거되어야 한다.

<5> 몬트리올 의정서의 결과로 이전의 CFC 및 HCFC 모두는 거의 제거되어야 하기 때문에, 오존을 고갈시키지 않는 대안적인 용매가 사용되고 있다. 비등점, 가연성 및 용매력 특성은 종종 용매 혼합물을 제조함으로써 조정될 수 있지만, 이들 혼합물은 사용 동안 바람직하지 않은 정도로 분별되지 때문에 이들은 종종 만족스럽지 않다. 이러한 용매 혼합물은 또한 용매 종류 동안 분별되며, 이로 인해 최초 조성물의 용매 혼합물을 회수하는 것이 실질적으로 불가능하다.

<6> 공비 용매 혼합물은 디플럭싱, 디그리싱(de-greasing) 분야 및 다른 세정제 요구에 필요한 특성을 가질 수 있다. 공비 혼합물은 최고 또는 최저 비등점을 나타내고, 비등 시 분별되지 않는다. 비등 조건 하에서 조성물의 본질적인 불연성이, 혼합물의 개별 성분의 비가 사용 동안 변화하지 않을 것이고 용매력 특성이 마찬가지로 일정하게 유지될 것이라는 것을 보장한다.

- <7> 본 발명은 반도체 칩 및 회로 기판 세정, 디플렉션, 및 디그리싱 공정에서 유용한 공비 및 공비유사 조성물을 제공한다. 본 발명의 조성물은 불연성이고, 이들은 분별되지 않기 때문에 사용 동안 가연성 조성물을 생성하지 않을 것이다. 또한, 사용된 공비 용매 혼합물은 조성 변화 없이 재증류되고 재사용될 수 있다.
- <8> <발명의 개요>
- <9> 본 발명은 플루오르화 올레핀과, 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르, 히드로플루오로카본 및 이들의 배합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 화합물을 포함하는 조성물에 관한 것이다. 일 실시양태에서, 상기 1종 이상의 화합물은
- <10> n-프로필브로마이드,
- <11> 트리클로로에틸렌,
- <12> 테트라클로로에틸렌,
- <13> 트랜스-1,2-디클로로에틸렌,
- <14> 메탄올,
- <15> 에탄올,
- <16> n-프로판올,
- <17> 이소프로판올,
- <18> C₄F₉OCH₃,
- <19> C₄F₉OC₂H₅,
- <20> HFC-43-10mee,
- <21> HFC-365mfc 및
- <22> 이들의 배합물
- <23>로 이루어진 군으로부터 선택된다
- <24> 일 실시양태에서, 조성물은 공비물 또는 공비유사물이다. 또한, 본 발명은 집적 회로 장치와 같은 표면으로부터의 잔류물의 제거 및 표면의 세정 방법에 관한 것이다.

발명의 상세한 설명

- <25> 본 발명자들은 언급된 모든 참고문헌들의 내용 전문을 본원에 참고로 구체적으로 인용한다. 양, 농도, 또는 다른 값 또는 변수가 범위, 바람직한 범위 또는 바람직한 상한값과 바람직한 하한값의 목록으로 주어질 경우, 이는 범위들이 개별적으로 개시되어 있는지와 관계없이 임의의 상한 범위 한계값 또는 바람직한 값과 임의의 하한 범위 한계값 또는 바람직한 값의 임의의 쌍으로부터 형성된 모든 범위를 명백하게 개시하는 것으로 이해되어야 한다. 일정 범위의 수치가 본원에 언급된 경우, 달리 언급되지 않는 한, 그 범위는 그의 끝값 및 이 범위 내의 모든 정수 및 분수를 포함하는 것을 의도한다. 범위가 한정된 경우, 본 발명의 범위는 언급된 특정 값으로 제한되는 것을 의도하지 않는다.
- <26> 일 실시양태에서, 본 발명은 R¹ 및 R²가 독립적으로 C1 내지 C5 퍼플루오로알킬기인 화학식 E- 또는 Z-R¹CH=CHR² (화학식 I)의 화합물과, 1종 이상의 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르 또는 히드로플루오로카본 및 이들의 배합물을 포함하는 조성물에 관한 것이다. R¹ 및 R² 기의 예로는 CF₃, C₂F₅, n-C₃F₇, i-C₃F₇, n-C₄F₉, n-C₅F₁₁ 및 i-C₄F₉가 포함되지만, 이에 제한되지는 않는다. 예시적이고 비제한적인 화학식 I의 화합물을 하기 표 1에 기재하였다.

표 1

코드	구조	IUPAC명
F11E	$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHCF}_3$	1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐
F12E	$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHC}_2\text{F}_5$	1,1,1,4,4,5,5,6-옥타플루오로-2-펜
F13E	$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CH}(\text{n-C}_3\text{F}_7)$	1,1,1,4,4,5,5,6,6-헥사플루오로-2-헥센
F13iE	$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CH}(\text{i-C}_3\text{F}_7)$	1,1,1,4,4,5,5,5-헵타플루오로-4-(트리플루오로에틸)-2-펜
F22E	$\text{C}_2\text{F}_5\text{CH}=\text{CHC}_2\text{F}_5$	1,1,1,2,2,5,5,6,6-헥사플루오로-3-헥센
F14E	$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CH}(\text{n-C}_4\text{F}_9)$	1,1,1,4,4,5,5,6,6,7,7,7-도데카플루오로헵트-2-펜
F23E	$\text{C}_2\text{F}_5\text{CH}=\text{CH}(\text{n-C}_3\text{F}_7)$	1,1,1,2,2,5,5,6,6,7,7,7-도데카플루오로헵트-3-엔
F23iE	$\text{C}_2\text{F}_5\text{CH}=\text{CH}(\text{i-C}_3\text{F}_7)$	1,1,1,2,2,5,5,6,6-노나플루오로-5-(트리플루오로에틸)헥스-3-엔
F15E	$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CH}(\text{n-C}_5\text{F}_{11})$	1,1,1,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8-데트라데카플루오로옥트-2-엔
F24E	$\text{C}_2\text{F}_5\text{CH}=\text{CH}(\text{n-C}_4\text{F}_9)$	1,1,1,2,2,5,5,6,6,7,7,8,8-데트라데카플루오로옥트-3-엔
F313iE	$\text{i-C}_3\text{F}_7\text{CH}=\text{CH}(\text{i-C}_3\text{F}_7)$	1,1,1,2,5,6,6-옥타플루오로-2,5-비스(트리메틸플루오로)헥스-3-엔
F33iE	$\text{n-C}_3\text{F}_7\text{CH}=\text{CH}(\text{i-C}_3\text{F}_7)$	1,1,1,2,5,5,6,6,7,7,7-운데카플루오로-2(트리플루오로에틸)헵트-3-엔
F34E	$\text{n-C}_3\text{F}_7\text{CH}=\text{CH}(\text{n-C}_4\text{F}_9)$	1,1,1,2,2,3,3,6,6,7,7,8,8,9,9-헥사데카플루오로는-4-엔
F314E	$\text{i-C}_3\text{F}_7\text{CH}=\text{CH}(\text{n-C}_4\text{F}_9)$	1,1,1,2,5,5,6,6,7,7,8,8-트리스카이데카플루오로-2(트리플루오로에틸)옥트-3-엔
F44E	$\text{n-C}_4\text{F}_9\text{CH}=\text{CH}(\text{n-C}_4\text{F}_9)$	1,1,1,2,2,3,3,4,4,7,7,8,8,9,9,10,10,10-옥타데카플루오로데크-5-엔

<27>

<28>

화학식 I의 화합물은 화학식 R^1I 의 퍼플루오로알킬요오다이드를 화학식 $\text{R}^2\text{CH}=\text{CH}_2$ 의 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀과 접촉시켜서 화학식 $\text{R}^1\text{CH}_2\text{CHIR}^2$ 의 트리히드로요오도퍼플루오로알칸을 형성함으로써 제조할 수 있다. 이어서, 트리히드로요오도퍼플루오로알칸을 탈히드로요오드화시켜 $\text{R}^1\text{CH}=\text{CHR}^2$ 를 형성할 수 있다. 대안적으로는, 올레핀 $\text{R}^1\text{CH}=\text{CHR}^2$ 는, 화학식 R^2I 의 퍼플루오로알킬요오다이드를 화학식 $\text{R}^1\text{CH}=\text{CH}_2$ 의 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀과 반응시켜서 형성된 화학식 $\text{R}^1\text{CHICH}_2\text{R}^2$ 의 트리히드로요오도퍼플루오로알칸을 탈히드로요오드화시켜 제조할 수 있다.

<29>

상기한 퍼플루오로알킬요오다이드와 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 접촉은 반응 온도에서 반응물과 생성물의 자생 압력(autogenous pressure) 하에서 작동할 수 있는 적합한 반응조에서 반응물을 배합함으로써 회분식 모드에서 수행할 수 있다. 적합한 반응조에는 스테인레스강, 특히 오스테나이트계의 스테인레스강, 및 널리 공지된 고니켈 합금, 예컨대 모넬(Monel)® 니켈-구리 합금, 하스텔로이(Hastelloy)® 니켈 기재 합금 및 이코넬(Inconel)® 니켈-크롬 합금으로부터 제조된 것을 포함한다. 대안적으로는, 반응 온도에서 펌프와 같은 적합한 첨가 기구를 사용하여 퍼플루오로알킬요오다이드 반응물에 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀 반응물을 첨가하는 반회분식으로 반응을 수행할 수 있다.

<30>

퍼플루오로알킬요오다이드 대 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 비율은 약 1:1 내지 약 4:1, 바람직하게는 약 1.5:1 내지 2.5:1이어야 한다. 비율이 1.5:1보다 작으면 문헌 [Jeanneaux, et. al., Journal of Fluorine Chemistry, Vol. 4, pages 261-270 (1974)]에서 보고된 바와 같이 많은 양의 2:1 부가물이 생성되는 경향이 있다.

<31>

상기 퍼플루오로알킬요오다이드와 상기 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 접촉을 위한 온도는 바람직하게는 약 150°C 내지 300°C, 보다 바람직하게는 약 170°C 내지 약 250°C, 가장 바람직하게는 약 180°C 내지 약 230°C 범위 내이다. 상기 퍼플루오로알킬요오다이드와 상기 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 접촉을 위한 압력을 바람직하게는 반응 온도에서의 반응물의 자생 압력이다.

<32>

퍼플루오로알킬요오다이드와 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 반응에 적합한 접촉 시간은 약 0.5시간 내지 18시간, 바람직하게는 약 4 내지 약 12시간이다.

<33>

퍼플루오로알킬요오다이드와 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 반응에 의해서 제조된 트리히드로요오도퍼플루오

로알칸은 탈히드로요오드화 단계에 직접 사용될 수 있거나, 또는 바람직하게는 탈히드로요오드화 단계 전에 회수되어 증류에 의해 정제될 수 있다.

- <34> 또다른 실시양태에서, 퍼플루오로알킬요오다이드와 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 접촉은 촉매의 존재하에서 수행한다. 일 실시양태에서, 적합한 촉매는 VIII족 전이 금속 착물이다. 대표적인 VIII족 전이 금속 착물은, 리간드 L이 포스핀 리간드, 포스파이트 리간드, 카르보닐 리간드, 이소니트릴 리간드, 알켄 리간드, 또는 이들의 조합일 수 있는 0가 NiL₄ 착물을 포함하지만, 이에 제한되지는 않는다. 이러한 일 실시양태에서, Ni(0)L₄ 착물은 NiL₂(CO)₂ 착물이다. 구체적인 일 실시양태에서, VIII족 전이 금속 착물은 비스(트리페닐 포스핀)니켈(0) 디카르보닐이다. 일 실시양태에서, 퍼플루오로알킬요오다이드 대 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 비율은 약 3:1 내지 약 8:1이다. 일 실시양태에서, 촉매의 존재에서 상기 퍼플루오로알킬요오다이드와 상기 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 접촉을 위한 온도는 약 80°C 내지 약 130°C 범위 내이다. 또다른 실시양태에서, 이 온도는 약 90°C 내지 약 120°C이다.
- <35> 일 실시양태에서, 촉매의 존재에서 퍼플루오로알킬요오다이드와 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 반응을 위한 접촉 시간은 약 0.5시간 내지 약 18시간이다. 또다른 실시양태에서, 접촉 시간은 약 4 내지 약 12시간이다.
- <36> 탈히드로요오드화 단계는 트리히드로요오도퍼플루오로알칸과 염기 물질을 접촉시켜 수행한다. 적합한 염기 물질은 알칼리 금속 수산화물 (예를 들어, 수산화나트륨 또는 수산화칼륨), 알칼리 금속 산화물 (예를 들어, 산화나트륨), 알칼리 토금속 수산화물 (예를 들어, 수산화칼슘), 알칼리 토금속 산화물 (예를 들어, 산화칼슘), 알칼리 금속 알콕시드 (예를 들어, 메톡시화 나트륨 또는 에톡시화 나트륨), 수성 암모니아, 나트륨 아미드, 또는 염기 물질의 혼합물, 예컨대 소다 석회를 포함한다. 바람직한 염기 물질은 수산화나트륨 및 수산화칼륨이다.
- <37> 상기한 트리히드로요오도퍼플루오로알칸과 염기 물질의 접촉은 액상에서, 바람직하게는 두 반응물의 적어도 일부를 용해시킬 수 있는 용매의 존재에서 수행할 수 있다. 탈히드로요오드화 단계에 적합한 용매는 알콜 (예를 들어, 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, n-부탄올, 이소부탄올 및 t-부탄올), 니트릴 (예를 들어, 아세토니트릴, 프로피오니트릴, 부티로니트릴, 벤조니트릴 또는 아디포니트릴), 디메틸 술폭시드, N,N-디메틸포름아미드, N,N-디메틸아세트아미드 또는 술포란과 같은 1종 이상의 극성 유기 용매를 포함한다. 용매의 선택은 염기 물질의 용해도, 퍼플루오로알킬요오다이드의 용해도, 및 퍼플루오로알킬트리히드로올레핀의 용해도뿐만 아니라, 생성물의 비등점 및 정제 동안 소량의 용매를 생성물로부터 분리하는 것의 용이성에 따라 좌우된다. 전형적으로는, 에탄올 또는 이소프로판올이 반응을 위한 양호한 용매이다. 생성물로부터의 용매의 분리는 증류, 추출, 상 분리 또는 이들의 조합으로 수행할 수 있다.
- <38> 전형적으로는, 탈히드로요오드화 반응은 적합한 반응조에서 반응물 중 하나 (염기 물질 또는 트리히드로요오도퍼플루오로알칸)를 나머지 반응물에 첨가함으로써 수행할 수 있다. 상기 반응조는 유리, 세라믹, 또는 금속으로부터 제조될 수 있고, 바람직하게는 임펠러 또는 다른 교반 장치로 교반된다.
- <39> 탈히드로요오드화 반응에 적합한 온도는 약 10°C 내지 약 100°C, 바람직하게는 약 20°C 내지 약 70°C이다. 탈히드로요오드화 반응은 주변 압력 또는 김압 또는 승압에서 수행할 수 있다. 화학식 I의 화합물이 형성될 때 이것이 반응조로부터 증류제거되는 탈히드로요오드화 반응을 주목할 만하다.
- <40> 대안적으로는, 탈히드로요오드화 반응은 상기 염기 물질의 수용액과, 알칸 (예를 들어, 헥산, 헵탄 또는 옥탄), 방향족 탄화수소 (예를 들어, 톨루엔), 할로겐화 탄화수소 (예를 들어, 메틸렌 클로라이드, 에틸렌 디클로라이드, 클로로포름, 사염화탄소 또는 퍼클로로에틸렌), 또는 에테르 (예를 들어, 디에틸 에테르, 메틸 tert-부틸에테르, 테트라히드로푸란, 2-메틸 테트라히드로푸란, 디옥산, 디메톡시에탄, 디글라임, 또는 테트라글라임)와 같은 극성이 보다 낮은 1종 이상의 유기 용매 중의 트리히드로요오도퍼플루오로알칸의 용액을 상 이동 촉매의 존재 하에 접촉시킴으로써 수행할 수 있다. 적합한 상 이동 촉매는 4급 암모늄 할라이드 (예를 들어, 테트라부틸암모늄 브로마이드, 테트라부틸암모늄 히드로슬레이트, 트리에틸벤질암모늄 클로라이드, 도데실트리메틸암모늄 클로라이드, 및 트리카프릴릴메틸암모늄 클로라이드), 4급 포스포늄 할라이드 (예를 들어, 트리페닐메틸포스포늄 브로마이드 및 테트라페닐포스포늄 클로라이드), 크라운 에테르 (예를 들어, 18-크라운-6 및 15-크라운-5)로 당업계에 공지된 시클릭 에테르 화합물을 포함한다.
- <41> 대안적으로는, 탈히드로요오드화 반응은 1종 이상의 고체 또는 액체 염기 물질(들)에 트리히드로요오도퍼플루오로알칸을 첨가함으로써 용매 없이 수행할 수 있다.
- <42> 탈히드로요오드화 반응에 적합한 반응 시간은 반응물의 용해도에 따라 약 15분 내지 약 6시간 또는 그

이상이다. 전형적으로는, 탈히드로요오드화 반응은 신속하며, 완결까지는 약 30분 내지 약 3시간이 필요하다.

<43> 화학식 I의 화합물은 상 분리, 임의로는 물 침가 후의 상 분리, 증류, 또는 이들의 조합에 의해서 탈히드로요오드화 반응 혼합물로부터 회수할 수 있다.

<44> 또다른 실시양태에서, 본 발명은 퍼플루오로에틸 이소프로필 케톤 (1,1,1,2,2,4,5,5,5-노나플루오로-4-(트리플루오로메틸)-3-펜탄온 (PEIK)과, 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르, 및 히드로플루오로카본으로 이루어진 군으로부터 선택된 2종 이상의 화합물을 포함하는 조성물에 관한 것이다. PEIK는 CAS 등록 번호가 756-13-8이고 3M™ (미국 미네소타주 세인트 폴 소재)에서 입수 가능하다.

<45> 또다른 실시양태에서, 본 발명은 노나플루오로-1-헥센(3,3,4,4,5,5,6,6,6-노나플루오로-1-헥센) (PFBE)과, 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르 및 히드로플루오로카본 및 이들의 배합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 화합물을 포함하는 조성물에 관한 것이다. HFC-1549fz로도 공지된 3,3,4,4,5,5,6,6,6-노나플루오로-1-헥센은 CAS 등록 번호가 19430-93-4이며, 이.아이. 듀폰 디 네모아스 앤드 캄파니 (E.I. DuPont de Nemours & Co) (미국 델라웨어주 월밍تون 소재)로부터 입수 가능하다.

<46> 또다른 실시양태에서, 본 발명은 플루오르화 올레핀 또는 플루오르화 케톤과, 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르 및 히드로플루오로카본으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 화합물을 포함하는 공비 또는 공비유사 조성물을 사용하여 표면을 세정하는 방법에 관한 것이다.

<47> 상기 표 1의 플루오로올레핀 PEIK 및 PFBE를 하기 표 2에 열거된 화합물과 배합하여 본 발명의 조성물을 형성할 수 있다. PFBE와 배합될, 알콜, 할로카본, 플루오로알킬 에테르 및 히드로플루오로카본으로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 화합물은 알콜, 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 단독, C₄F₉OCH₃ 단독, HFC-43-10mee 단독, HFC-365mfc 단독, 또는 트랜스-1,2-디클로로에틸렌과 C₄F₉OC₂H₅의 혼합물이 아니어야 한다.

표 2

화합물명	화학 구조식	별칭 (또는 약어)	CAS 등록 번호
<u>할로카본</u>			
트리클로로에틸렌	$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$	TCE	79-01-6
테트라클로로에틸렌 (또는 페클로로에틸렌)	$\text{CCl}_2=\text{CCl}_2$	PCE	127-18-4
n-프로필브로마이드	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$	nPBr	
트랜스-1,2- 디클로로에틸렌	$\text{CHCl}=\text{CHCl}$	t-DCE	156-60-5
<u>알콜</u>			
메탄올	CH_3OH	MeOH	67-56-1
에탄올	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	EtOH	64-17-5
n-프로판올	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	n-PrOH	71-23-8
이소프로판올	$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$	IPA	67-63-0
<u>플루오로에테르</u>			
이성질체 1,1,1,2,2,3,3,4,4- 노나플루오로-4- 메톡시부탄 및 2-(에톡시- 디플루오로메릴)- 1,1,1,2,3,3,3- 헵타플루오로프로판의 혼합물	$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCH}_3$ 및 $(\text{CF}_3)_2\text{CFCF}_2\text{OCH}_3$	$\text{C}_4\text{F}_9\text{OCH}_3$ 및 163702-08-7	163702-07-6
이성질체 1-에톡시- 1,1,1,2,2,3,3,4,4,4- 노나플루오로부탄 및 2-(에톡시- 디플루오로메릴)- 1,1,1,2,3,3,3- 헵타플루오로프로판의 혼합물	$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OC}_2\text{H}_5$ 및 $(\text{CF}_3)_2\text{CFCF}_2\text{OC}_2\text{H}_5$	$\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$ 및 163702-06-5	163702-05-4
<u>하드로플루오로카본</u>			
1,1,1,2,3,4,4,5,5,5- 데카플루오로펜坦	$\text{CF}_3\text{CHFCHFCF}_2\text{CF}_3$	HFC-43-10mee	
1,1,1,3,3- 펜타플루오로부탄	$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CF}_2\text{CH}_3$	HFC-365mfc	

<48>

<49>

상기 표 2에 열거된 화합물은 화학제품 공급원으로부터 시판된다. $\text{C}_4\text{F}_9\text{OCH}_3$ 및 $\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$ 는 3M™ (미국 미네소타 주 세인트 폴 소재)으로부터 입수가능하다. HFC-43-10mee는 이.아이. 듀폰 디 네모아스 앤드 캄파니 (미국 멜라웨이주 월밍تون 소재)로부터 입수가능하다. HFC-365mfc는 솔베이-솔렉시스(Solvay-Solexis)로부터 입수가능하다.

<50>

본 발명의 조성물은 바람직한 양의 개별 성분을 배합함으로써 임의의 통상적인 방법에 의해 제조할 수 있다. 바람직한 방법은 바람직한 성분의 양을 청량한 후, 적절한 용기에서 성분을 배합하는 것이다. 필요할 경우, 교반할 수 있다.

<51>

본 발명의 조성물은 상기 표 1에 열거한 플루오로올레핀, PEIK 또는 PFBE 중 하나와, 트리클로로에틸렌, 테트라클로로에틸렌, 트랜스-1,2-디클로로에틸렌, n-프로필브로마이드, 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올, $\text{C}_4\text{F}_9\text{OCH}_3$, $\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$, HFC-43-10mee, HFC-365mfc 및 이들의 배합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 화합물을 함유하는 조성물을 포함한다. 일 실시양태에서, 이러한 조성물은 공비물 또는 공비유사물이다. 본 발명의 예외는, 본 발명의 조성물에서, PFBE가 알콜, 트랜스-1,2-디클로로에틸렌 단독, $\text{C}_4\text{F}_9\text{OCH}_3$ 단독, HFC-43-10mee 단독, HFC-365mfc 단독 또는 트랜스-1,2-디클로로에틸렌과 $\text{C}_4\text{F}_9\text{OC}_2\text{H}_5$ 의 혼합물과 배합되지 않는다는 것이다.

<52>

본원에서 사용된 바와 같이, 공비 조성물은, 혼합물이 실질적인 조성 변화 없이 증류되고 일정하게 비등하는 조성물과 같이 거동하는, 2종 이상의 물질의 일정하게 비등하는 액체 혼합물이다. 공비물로서 특징지어지는 일정하게 비등하는 조성물은 동일한 물질의 비(non)공비 화합물의 조성물의 비등점과 비교할 경우 최대 또는 최소

비등점을 나타낸다. 본원에서 사용된 바와 같이 공비 조성물은, 액체의 부분 증발 또는 증류에 의해서 생성된 증기가 액체와 조성이 동일하다는 점에서 단일 물질과 같이 거동하는, 2종 이상의 물질의 액체 혼합물인 균일한 공비물을 포함한다. 본원에서 사용되는 공비 조성물은 또한 액상이 2개 이상의 액상으로 분리되는 불균일 공비물을 포함한다. 이들 실시양태에서, 공비점에서, 증기상은 2개의 액상과 평형이며 3상 모두는 조성이 상이하다. 불균일 공비물의 2개의 평형 액상을 합하고 모든 액상의 조성을 계산하면, 이는 증기상의 조성과 동일할 것이다.

<53> 본원에서 사용된 바와 같이, 때로는 "근공비(near azeotropic) 조성물"로도 지칭되는 용어 "공비유사 조성물"은 단일 물질과 같이 거동하고 일정하게 비등하거나 또는 실질적으로 일정하게 비등하는, 2종 이상의 물질의 액상 혼합물을 의미한다. 공비유사 조성물을 특징짓는 한 방식은, 액체의 부분 증발 또는 증류에 의해서 생성된 증기가 이것이 증발되거나 증류된 액체와 조성이 실질적으로 동일하다는 것이다. 즉, 혼합물은 실질적인 조성 변화 없이 증류/환류한다. 공비유사 조성물을 특징짓는 또 다른 방식은, 특정 온도에서 조성물의 포점(bubble point) 증기압과 조성물의 이슬점(dew point) 증기압이 실질적으로 동일하다는 것이다. 본원에서, 조성물의 50 중량%가 예컨대 증발 또는 비등에 의해서 제거된 후, 최초 조성물과, 증발 또는 비등에 의해서 최초 조성물의 50 중량%가 제거된 후 남아있는 조성물 간의 증기압 차이가 10% 미만인 경우, 조성물은 공비유사물이다.

<54> 증기 디그리서(degreaser) 또는 디플럭서(defluxer)와 같은 세정 장치에서, 축 밀봉재, 호스 연결, 납땜된 이음부 및 과피된 라인에서의 누출을 통해 작업 동안 일부 세정 조성물의 손실이 발생할 수 있다. 또한, 작업 조성물은 장비에서의 유지 관리 동안 대기로 방출될 수 있다. 조성물이 순수한 화합물 또는 공비 조성물 또는 공비 유사 조성물이 아니면, 장비로부터 대기로의 누출 또는 방출 시 조성이 변할 수 있으며, 이로 인해 장비에 남아 있는 조성물이 가연성이 되거나 또는 허용할 수 없는 성능을 나타낼 수 있다. 따라서, 누출 또는 비등제거 시 무시할 수 있을 정도로 분별되는 단일 플루오르화 탄화수소 또는 공비 조성물 또는 공비유사 조성물을 세정 조성물로서 사용하는 것이 바람직하다.

<55> 본 발명의 일 실시양태의 공비 조성물을 하기 표 3에 열거하였다.

표 3

화합물 A	화합물 B	wt% A	wt% B	T($^{\circ}$ C)
F14E	메탄올	85.1	14.9	59.1
F14E	이소프로판올	87.1	12.9	66.9
F14E	에탄올	87.9	12.1	65.2
F14E	t-DCE	44.3	55.7	44.0
F14E	nPBr	54.4	45.6	66.6
F24E	메탄올	72.1	27.9	63.4
F24E	이소프로판올	78.1	21.9	74.1
F24E	에탄올	79.2	20.8	71.8
F24E	t-DCE	24.5	75.5	45
F24E	nPBr	25.7	74.3	70.2
F24E	PCE	85.2	14.8	89.9
F24E	TCE	65.0	35.0	75.9
PEIK	메탄올	97.0	3.0	43.5
PEIK	이소프로판올	96.7	3.3	45.5
PEIK	에탄올	96.8	3.2	44.7
PEIK	t-DCE	72.9	27.1	34.7
PEIK	43-10mee	73.2	26.8	47.7
PEIK	365mfc	38.8	61.2	38.1
PFBE	메탄올	92.2	7.8	50.6
PFBE	이소프로판올	95.2	4.8	56.3
PFBE	에탄올	94.8	5.2	55.2
PFBE	t-DCE	52.8	47.2	41.3

<56>

PFBE	nPBr	82.3	17.7	57.1
F22E	메탄올	95.8	4.2	43.7
F22E	이소프로판올	98.0	2.0	47.2
F22E	에탄올	97.6	2.4	46.6
F22E	t-DCE	71.0	29.0	33.9
F22E	nPBr	87.0	13.0	43.3
F22E	43-10mee	89.8	10.2	47.9
F22E	365mfc	29.3	70.7	39.2
F13IE	메탄올	95.5	4.5	44.4
F13IE	이소프로판올	97.8	2.2	48.0
F13IE	에탄올	97.4	2.6	47.5
F13IE	t-DCE	70.2	29.8	34.4
F13IE	nPBr	86.4	13.6	44.0
F13IE	43-10mee	95.3	4.7	48.8
F13IE	365mfc	24.6	75.4	39.5
F313IE	메탄올	85.0	15.0	59.8
F313IE	이소프로판올	89.2	10.8	70.0
F313IE	에탄올	89.0	11.0	67.8
F313IE	t-DCE	44.1	55.9	44.5
F313IE	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	22.8	77.2	75.7
F313IE	nPBr	67.4	32.6	61.3
F13E	메탄올	94.4	5.6	47.3
F13E	이소프로판올	96.9	3.1	51.9
F13E	에탄올	96.5	3.5	51.1
F13E	t-DCE	66.3	33.7	36.3
F13E	nPBr	83.7	16.3	47.1
F13E	43-10mee	59.5	40.5	52.3
F314E	t-DCE	7.6	92.4	47.6
F314E	메탄올	42.8	57.2	65.4
F314E	이소프로판올	57.8	42.2	81.0
F314E	에탄올	58.7	41.3	77.3
F314E	nPBr	31.9	68.1	69.6
F44E	nPBr	8.1	91.9	70.9

<57>

<58> 또한, 또다른 실시양태에서, 본 발명의 공비 조성물은 상기 표 2로부터의 화합물을 포함하는 3성분 및 4성분 공비 조성물을 포함할 수 있다. 이를 고차수(higher order) 공비 조성물의 비제한적인 예를 조성물의 대기압 비등점과 함께 하기 표 4에 예시하였다.

표 4

화합물 A	화합물 B	화합물 C	wt% A	wt% B	wt% C	T(C)
F14E	t-DCE	메탄올	34.4	59.0	6.6	39.9
F14E	t-DCE	에탄올	41.9	55.1	3.0	43.2
F24E	t-DCE	메탄올	10.3	80.3	9.4	41.0
F24E	t-DCE	에탄올	24.8	70.9	4.3	43.0
PEIK	t-DCE	메탄올	71.5	26.4	2.1	33.0
PEIK	t-DCE	에탄올	73.0	25.7	1.3	34.2
PEIK	t-DCE	43-10mee	57.0	26.9	16.1	34.3
PEIK	t-DCE	365mfc	43.7	24.1	32.2	32.6
PFBE	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	40.1	47.5	12.4	41.3
F22E	t-DCE	메탄올	67.9	29.7	2.4	32.6
F22E	t-DCE	365mfc	45.4	27.2	27.4	33.0
F13IE	t-DCE	메탄올	66.9	30.6	2.5	33.0
F13IE	t-DCE	43-10mee	69.8	29.8	0.4	34.4
F13IE	t-DCE	365mfc	41.9	27.8	30.3	33.3
F313IE	t-DCE	메탄올	32.9	60.2	6.9	40.1
F313IE	t-DCE	에탄올	41.1	56.3	2.6	43.8
F13E	t-DCE	메탄올	62.2	34.7	3.1	34.5
F13E	t-DCE	43-10mee	48.0	33.2	18.8	36.1
F13E	t-DCE	365mfc	23.1	30.3	46.6	34.4

<59>

<60> 본 발명의 2성분 공비유사 조성물을 하기 표 5에 열거하였다.

표 5

화합물 A	화합물 B	wt% A	wt% B	T(C)
F14E	메탄올	60-99	1-40	59.1
F14E	이소프로판올	70-99	1-30	66.9
F14E	에탄올	72-99	1-28	65.2
F14E	t-DCE	1-75	25-99	44.0
F14E	nPBr	1-99	1-99	66.6
F14E	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-99	1-99	50
F14E	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-99	1-99	50
F14E	43-10mee	1-99	1-99	50

F24E	메탄올	1-91	9-99	63.4
F24E	이소프로판올	57-91	9-43	74.1
F24E	에탄올	67-92	8-43	71.8
F24E	t-DCE	1-63	37-99	46.1
F24E	nPBr	1-70	30-99	70.2
F24E	PCE	61-99	1-39	89.9
F24E	TCE	40-84	16-60	76.9

F24E	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-99	1-99	50
------	--	------	------	----

PEIK	메탄올	91-99	1-9	43.5
PEIK	이소프로판올	57-99	1-16	45.5
PEIK	에탄올	85-99	1-15	44.7
PEIK	t-DCE	50-88	12-50	34.7
PEIK	4310mcee	1-99	1-99	47.7
PEIK	365mfc	1-99	1-99	38.1
PEIK	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-99	1-99	50

PFBE	메탄올	80-99	1-20	50.6
PFBE	이소프로판올	83-99	1-17	56.3
PFBE	에탄올	83-99	1-17	55.2
PFBE	t-DCE	21-79	21-79	41.3
PFBE	nPBr	44-99	1-55	57.1
PFBE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-99	1-99	50
PFBE	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-99	1-99	50
PFBE	43-10mee	1-99	1-99	50
PFBE	365mfc	1-99	1-99	50

F22E	메탄올	86-99	1-14	43.7
F22E	이소프로판올	88-99	1-12	47.2
F22E	에탄올	88-99	1-12	46.8
F22E	t-DCE	48-87	13-52	33.9
F22E	nPBr	64-99	1-38	43.3
F22E	43-10mee	1-99	1-99	47.9
F22E	365mfc	1-99	1-99	39.2
F22E	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-99	1-99	50

F13IE	메탄올	86-99	1-14	44.4
F13IE	이소프로판올	87-99	1-13	48.0
F13IE	에탄올	88-99	1-12	47.5
F13IE	t-DCE	46-86	14-54	34.4
F13IE	nPBr	64-99	1-36	44.0
F13IE	43-10mee	1-99	1-99	48.8
F13IE	365mfc	1-99	1-99	39.5
F13IE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-99	1-99	50

F313IE	메탄올	57-99	1-43	59.8
F313IE	이소프로판올	73-99	1-27	70.0
F313IE	에탄올	73-99	1-27	67.8
F313IE	t-DCE	1-76	24-99	44.5
F313IE	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-99	1-99	75.7
F313IE	nPBr	43-86	14-57	61.3
F313IE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-99	1-99	50

F13E	메탄올	84-99	1-16	47.3
F13E	이소프로판올	86-99	1-14	51.9
F13E	에탄올	86-99	1-14	51.1
F13E	t-DCE	42-84	16-58	36.3
F13E	nPBr	61-99	1-39	47.1
F13E	43-10mee	1-99	1-99	52.3
F13E	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-99	1-99	50
F13E	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-99	1-99	50
F13E	365mfc	1-99	1-99	50

F314E	t-DCE	1-69	31-99	47.6
F314E	메탄올	1-89	11-99	65.4
F314E	이소프로판올	1-88	12-99	81
F314E	에탄올	1-89	11-99	77.3
F314E	nPBr	1-72	28-99	69.6

<63>

F44E	nPBr	1-70	30-99	70.9
------	------	------	-------	------

<64>

상기 표의 2성분 공비유사 조성물 이외에, 고차수 (3성분 또는 4성분) 공비유사 조성물이 본 발명에 포함된다. 3성분 또는 보다 고차수의 공비유사 조성물의 비제한적인 예를 하기 표 6에 열거하였다.

표 6

화합물 A	화합물 B	화합물 C	wt% A	wt% B	wt% C	T(℃)	
F14E	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-70	20-70	1-70	50	
F14E	t-DCE	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-70	29-90	1-60	50	
F14E	t-DCE	43-10mee	1-80	16-60	1-80	50	
F14E	t-DCE	365mfc	1-70	10-60	1-80	50	
F14E	t-DCE	메탄올	1-70	29-98	1-30	39.9	
F14E	t-DCE	에탄올	1-70	29-98	1-20	43.2	
F24E	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-70	20-70	1-70	50	
F24E	t-DCE	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-60	30-80	1-60	50	
F24E	t-DCE	메탄올	1-50	40-98	1-25	41.0	
F24E	t-DCE	에탄올	1-60	39-98	1-20	45.0	
PEIK	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-70	20-50	1-70	50	
PEIK	t-DCE	메탄올	50-85	14-49	1-9	33.0	
PEIK	t-DCE	에탄올	50-85	14-49	1-9	34.2	
PEIK	t-DCE	43-10mee	1-85	10-65	1-80	34.3	
PEIK	t-DCE	365mfc	1-85	1-55	1-85	32.6	
PFBE	t-DCE	43-10mee	1-70	20-60	1-79	50	
PFBE	t-DCE	365mfc	1-70	15-60	1-80	50	
PFBE	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-75	24-75	1-70	41.3	
F22E	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-70	29-70	1-70	50	
F22E	t-DCE	43-10mee	1-80	19-60	1-80	50	
F22E	t-DCE	메탄올	45-85	14-54	1-10	32.6	
F22E	t-DCE	365mfc	1-89	10-60	1-85	33.0	
F13IE	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-75	24-70	1-70	50	
F13IE	t-DCE	메탄올	45-85	14-54	1-10	33.0	
F13IE	t-DCE	43-10mee	1-89	10-60	1-80	34.4	
F13IE	t-DCE	365mfc	1-89	10-60	1-84	33.3	
F313IE	t-DCE	메탄올	1-70	29-95	1-25	40.1	
F313IE	t-DCE	에탄올	1-65	34-98	1-15	43.8	
F313IE	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-69	30-70	1-69	50	
F313IE	t-DCE	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-69	30-80	1-69	50	
F13E	t-DCE	메탄올	45-80	19-54	1-10	34.5	
F13E	t-DCE	43-10mee	1-85	14-60	1-80	36.1	
F13E	t-DCE	365mfc	1-85	14-60	1-80	34.4	
F13E	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-80	19-70	1-70	50	
F314E	t-DCE	C ₄ F ₉ OCH ₃	1-30	25-69	30-69	50	
F314E	t-DCE	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-50	30-98	1-60	50	
<65>	F44E	t-DCE	C ₄ F ₉ OC ₂ H ₅	1-70	1-60	29-98	50

본 발명의 또 다른 실시양태에서, 본 발명의 조성물은 에어로졸 추진제를 추가로 포함할 수 있다. 에어로졸 추진제는 본 발명의 조성물을 저장 용기로부터 에어로졸 형태로 표면으로 이송하는 것을 도울 수 있다. 에어로졸 추진제는 임의로는 총 조성물의 25 중량% 이하로 본 발명의 조성물에 포함된다. 대표적인 에어로졸 추진제는 공기, 질소, 이산화탄소, 디플루오로메탄 (HFC-32, CH₂F₂), 트리플루오로메탄 (HFC-23, CHF₃), 디플루오로에탄 (HFC-152a, CHF₂CH₃), 트리플루오로에탄 (HFC-143a, CH₃CF₃; 또는 HFC-143, CHF₂CH₂F), 테트라플루오로에탄 (HFC-134a, CF₃CH₂F; HFC-134, CHF₂CHF₂), 웅타플루오로에탄 (HFC-125, CF₃CHF₂), 헵타플루오로프로판 (HFC-227ea, CF₃CHFCF₃), 웅타플루오로프로판 (HFC-245fa, CF₃CH₂CHF₂), 디메틸 에테르 (CH₃OCH₃), 또는 이들의 혼합물을 포함한다.

<68> 본 발명의 일 실시양태에서, 본 발명의 공비 조성물은 효과적인 세정제, 디플러서 및 디그리서이다. 특히, 본 발명의 공비 조성물은 플립 칩, μBGA (볼 그리드 어레이(ball grid array)) 및 칩 스케일 또는 다른 진보된 고밀도 패키징 소자가 구비된 회로 기판을 디플러싱하는데 유용하다. 플립 칩, μBGA, 및 칩 스케일은 반도체 산업에 사용되는 고밀도 패키징 소자를 나타내고 반도체 산업의 종사자들에게 널리 이해되는 용어이다.

<69> 또 다른 실시양태에서, 본 발명은 표면 또는 기판을 본 발명의 조성물과 접촉시키고, 조성물로부터 표면 또는 기판을 회수하는 것을 포함하는, 표면 또는 기판으로부터 잔류물을 제거하는 방법에 관한 것이다.

<70> 본 발명의 일 방법 실시양태에서, 표면 또는 기판은 집적 회로 장치일 수 있고, 이 경우 잔류물은 로진 플러스 또는 오일을 포함한다. 집적 회로 장치는 플립 칩, μBGA, 또는 칩 스케일 패키징 소자와 같은 다양한 유형의 소자가 구비된 회로 기판일 수 있다. 표면 또는 기판은 또한 스테인레스강과 같은 금속 표면일 수 있다. 로진 플러스는 RMA (약 활성 로진), RA (활성 로진), WS (수용성) 및 OA (유기산)를 비롯한 (이에 제한되지는 않음) 집적 회로 장치의 납땜에 일반적으로 사용되는 임의의 유형일 수 있다. 오일 잔류물은 미네랄 오일, 자동차용 오일 및 실리콘 오일을 포함하지만, 이에 제한되지는 않는다.

<71> 본 발명의 방법에서, 표면 또는 기관을 접촉시키는 수단은 중요하지 않으며, 조성물을 함유하는 용기에 장치를 침지시키거나, 조성물을 장치에 분무하거나, 조성물이 습윤된 물질로 장치를 닦음으로써 성취될 수 있다. 대안적으로는, 조성물은 또한 이러한 잔류물 제거를 위해서 고안된 증기 디그리싱 또는 디플러싱 기구에 사용될 수 있다. 이러한 증기 디그리싱 또는 디플러싱 장비는 다른 회사를 중에서 특히 포워드 테크놀로지(Forward Technology) (크레스트 그룹(Crest Group)의 계열사, 미국 뉴저지주 트렌顿 소재), 트레크 인더스트리스(Trek Industries) (미국 캘리포니아주 아주사 소재), 및 울트로닉스, 인크.(Ultronix, Inc.) (미국 펜실베니아주 하트필드 소재)와 같은 다양한 공급처로부터 입수 가능하다.

<72> 표면으로부터 잔류물을 제거하는데 효과적인 조성물은 카우리-부탄올 값(Kauri-Butanol value) (Kb)이 약 10 이상, 바람직하게는 약 40 이상, 보다 바람직하게는 약 100 이상인 것일 것이다. 주어진 조성물에 대한 카우리-부탄올 값 (Kb)은 다양한 유기 잔류물 (예를 들어, 기계 및 통상적인 냉각 윤활제)을 용해시키는 상기 조성물의 능력을 반영한다. Kb 값은 ASTM D-1133-94에 의해서 측정할 수 있다.

<73> 하기 구체적인 실시예는 단지 본 발명을 예시하는 의미이며 어떤식으로든 제한하려는 의미가 아니다.

실시예

실시예 1

1,1,1,4,4,5,5,6,6,7,7,7-도데카플루오로헵트-2-엔 (F14E)의 합성

C₄F₉CH₂CHICF₃의 합성

<77> 퍼플루오로-n-부틸요오다이드 (180.1 g, 0.52 mole) 및 3,3,3-트리플루오로프로펜 (25.0 g, 0.26 mole)을 400 ml 하스텔로이™ 진탕 투브에 첨가하고, 428 PSI의 최대값으로 증가되는 자생압력 하에서 8시간 동안 200°C로 가열하였다. 반응조를 실온으로 냉각한 후, 생성물을 수집하였다. 이 반응의 생성물, 및 실질적으로 동일한 방식 (반응들 중 하나가 반응물의 양이 2배인 것을 제외함)으로 수행된 다른 2개의 생성물을 합하고 증류하여 C₄F₉CH₂CHICF₃ 322.4 g을 얻었다 (52.2°C/35 mm, 수율 70%).

C₄F₉CH₂CHICF₃의 F14E로의 전환

<79> 교반 막대, 충전 증류 컬럼 및 증류 헤드(still head)가 장치된 2 L 등근 바닥 플라스크에 이소프로필 알콜 (95 ml), KOH (303.7 g, 0.54 mole) 및 물 (303 ml)을 충전하였다. 실온에서 C₄F₉CH₂CHICF₃ (322.4 g, 0.73 mole)을 첨가 깔때기를 통해 수성 KOH/IPA 혼합물에 적가하였다. 이어서, 반응물을 65 내지 70°C로 가열하고 증류에 의해 생성물을 수집하였다. 증류물을 수집하고, 나트륨 메타비슬파이트 및 물로 세척하고, MgSO₄ 상에서 건조한 후, 유리 헬릭스로 패킹된 6 inch (15.2 cm) 컬럼을 통해 증류하였다. 생성물 F14E (173.4 g, 수율 76%)는 78.2°C에서 비등하였다. 이것을 NMR 스펙트로스코피로 특성 규정하였다 (¹⁹F: δ -66.7 (CF₃, m, 3F), -81.7 (CF₃, m, 3F), -124.8 (CF₂, m, 2F), -126.4 (CF₂, m, 2F), -114.9 ppm (CF₂, m, 2F), ¹H: 6.58d)

실시예 2

1,1,1,2,2,5,5,6,6,7,7,8,8,8-테트라데카플루오로옥트-3-엔 (F24E)의 합성

C₄F₉CHICH₂C₂F₅의 합성

<83> 퍼플루오로에틸요오다이드 (220 g, 0.895 mole) 및 3,3,4,4,5,5,6,6,6-노나플루오로헥스-1-엔 (123 g, 0.50 mole)을 400 ml 하스텔로이™ 진탕 투브에 첨가하고, 자생 압력 하에서 10시간 동안 200°C로 가열하였다. 이것으로부터의 생성물, 및 실질적으로 유사한 조건 하에서 수행된 다른 2개의 생성물을 합하고, 10 중량%의 수성 나트륨 비슬파이트 200 ml 2분획으로 세척하였다. 유기상을 염화칼슘 상에서 건조한 후, 증류하여 37% 수율로 C₄F₉CH₂CHICF₃ (79 내지 81°C/ 67 내지 68 mm Hg) 277.4 g을 얻었다.

C₄F₉CHICH₂C₂F₅의 F24E로의 전환

<85> 기계적 교반기, 첨가 깔때기, 응축기 및 써모커플이 장치된 1 L 등근 바닥 플라스크에 C₄F₉CHICH₂C₂F₅ (277.4 g, 0.56 mole) 및 이소프로판올 (217.8 g)을 충전하였다. 첨가 깔때기에 물 83.8 g 중에 용해된 수산화칼륨 (74.5

g, 1.13 mole)을 충전하였다. 온도를 21°C에서 42°C로 천천히 승온시키고 약 1시간에 걸쳐 빠르게 교반하면서 플라스크에 KOH 용액을 적가하였다. 반응물을 물로 회석하고 생성물을 상 분리로 회수하였다. 생성물을 10 중량%의 수성 나트륨 비슬파이트 50 mL 분획 및 물로 세척하고, 염화칼슘 상에서 건조한 후, 대기압에서 증류하였다. 생성물 F24E (128.7 g, 63%)는 95.5°C에서 비등하였고, 이를 NMR로 특성 규정하였다 (^{19}F : δ -81.6 (CF₃, m, 3F), -85.4 (CF₃, m, 3F), -114.7 (CF₂, m, 2F), -118.1 (CF₂, m, 2F), -124.8 ppm (CF₂, m, 2F), -126.3 ppm (CF₂, m, 2F); ^1H : δ 6.48; 클로로포름-d 용액).

<86>

실시예 3

<87>

1,1,1,4,5,5,5-헵타플루오로-4-(트리플루오로메틸)-페트-2-엔 (F13iE)의 합성

<88>

CF₃CHICH₂CF(CF₃)₂의 합성

<89>

(CF₃)₂CFI (265 g, 0.9 mole) 및 3,3,3-트리플루오로프로펜 (44.0 g, 0.45 mole)을 400 mL 하스텔로이™ 진탕 튜브에 첨가하고, 585 psi의 최대값으로 증가되는 자생 압력 하에서 8시간 동안 200°C로 가열하였다. 생성물을 실온에서 수집하여 62% 수율로 (CF₃)₂CFCH₂CHICF₃ (76 내지 77°C/200 mm) 110 g을 얻었다.

<90>

(CF₃)₂CFCH₂CHICF₃의 F13iE로의 전환

<91>

교반 막대가 장치되고 짧은 경로(short path) 증류 컬럼 및 드라이 아이스 트랩에 연결된 500 mL 둥근 바닥 플라스크에 이소프로필 알콜 (50 mL), KOH (109 g, 1.96 mole) 및 물 (109 mL)을 충전하였다. 혼합물을 42°C로 가열하고, (CF₃)₂CFCH₂CHICF₃ (109 g, 0.28 mole)을 첨가 깔때기를 통해 적가하였다. 첨가 동안, 온도가 42에서 55°C로 승온하였다. 30분 동안 환류 후, 플라스크 내의 온도는 62°C로 승온하였고, 증류시켜 생성물을 수집하였다. 생성물을 수집하고, 물로 세척하고, MgSO₄로 건조하고, 증류하였다. 생성물 F13iE (41 g, 수율 55%)는 48 내지 50°C에서 비등하였고, 이를 NMR로 특성 규정하였다 (19F: δ -187.6 (CF, m, 1F), -77.1 (CF₃, m, 6F), -66.3 (CF₃, m, 3F); 클로로포름-d 용액).

<92>

실시예 4

<93>

C₄F₉CHICH₂C₂F₅의 합성

<94>

3,3,4,4,5,5,6,6,6-노나플루오로헥스-1-엔 (20.5 g, 0.0833 mole), 비스(트리페닐 포스핀)니켈(0) 디카르보닐 (0.53 g, 0.0008 mole) 및 퍼플루오로에틸요오다이드 (153.6 g, 0.625 mole)을 210 mL 하스텔로이™ 진탕 튜브에 첨가하고, 자생 압력 하에서 8시간 동안 100°C로 가열하였다. 생성물을 GC-MS로 분석한 결과, C₄F₉CHICH₂C₂F₅ (64.3 GC 영역%) 및 이부가물 (3.3 GC 영역%)이 존재함을 나타내었다. 3,3,4,4,5,5,6,6,6-노나플루오로헥스-1-엔의 전환율은 80.1%이었다.

<95>

실시예 5

<96>

디플러싱

<97>

본 발명의 조성물은 표면으로부터 이온성 오염물 (플러스 잔류물)을 세정하는데 효과적이다. 표면 세정성을 측정하는데 사용한 시험은 하기 단계를 포함하였다.

<98>

1. 로진 플럭스를 FR-4 시험 기판 (주석 도금한(tinned) 구리로 제조된 트레이싱(tracing)이 있는 에폭시 인쇄 배선 기판) 상에 충분히 페인팅하였다.

<99>

2. 이어서, 이렇게 처리한 기판을 약 1 내지 2분 동안 약 175°C로 오븐에서 가열하여 로진 플럭스를 활성화하였다.

<100>

3. 이어서, 기판을 약 200°C에서 약 10초 동안 땀납 (Sn63, 63/37 Sn/납 땀납)에 침지하였다.

<101>

4. 이어서, 기판을 비등하는 세정 조성물에 약 3분 동안 침지시키고 부드럽게 움직여 기판을 세정하였다. 이어서, 기판을 새로운 실온의 세정 조성물 용기에 침지시켜 약 2분 동안 헹구었다.

<102>

5. 이어서, 기판을 오메가 메터(Omega Meter) 600 SMD 이온 분석기를 사용하여 잔류 이온성물질에 대해서 평가

하였다.

<103> 풀럭스의 침착 전, 풀럭스의 침착 후, 및 이들 이후의 세정 절차 후에 기관을 칭량함으로써 세정 성능을 측정하였다. 결과를 하기 표 7에 나타내었다.

표 7

조성물 (중량%)	건조 중량 (g)	습윤 중량 (g)	건조 후 중량 (g)	오염 제거율 (%)
PEIK/t-DCE/MeOH (71.5/26.4/2.1)	5.4951	5.5689	5.5010	92%
	5.0578	5.1401	5.0613	96%
	5.4815	5.5554	5.4846	96%
	3.3450	5.4124	5.3483	95%
				평균 95%

<105>

실시예 6

<106>

금속 세정

<107>

그리트 블라스팅(grit blasting)되어 연마되지 않은 표면이 제공된 스테인레스강 (유형 316) 2" x 3" 시편을 예비 세척하고 오븐 건조하여 임의의 잔류 오염물을 제거하였다. 각 시편의 자체 중량을 0.1 mg까지 측정하였다. 소량의 미네랄 오일을 천으로 적용하고, 이어서 시편을 다시 칭량하여 "적재" 중량을 얻었다. 이어서, 비등하는 세정 조성물에 1분 동안 침지시켜 시편을 세정하고, 30초 동안 증발시킨 후 1분 동안 공기 건조시켰다. 이어서, 시편을 다시 칭량하고, 이를 3회 반복하여, 오염 제거율 (%)을 계산하였다. 결과를 하기 표 8에 나타내었다.

표 8

조성물 (중량%)	건조 중량 (g)	습윤 중량 (g)	건조 후 중량 (g)	오염 제거율 (%)
PEIK/t-DCE (72.9/27.1)	21.588	21.6238	21.5881	100
	21.5882	21.6217	21.5877	101
	21.2181	21.3160	21.2180	100
				평균 100

<109>

이 결과는, 본 발명의 조성물이 스테인레스강 표면으로부터 미네랄 오일 잔류물을 효과적으로 제거한다는 것을 나타내었다.

<110>

실시예 7

<111>

금속 세정

<112>

그리트 블라스팅되어 연마되지 않은 표면이 제공된 스테인레스강 (유형 316) 2" x 3" 시편을 예비 세척하고 오븐 건조하여 임의의 잔류 오염물을 제거하였다. 각 시편의 자체 중량을 0.1 mg까지 측정하였다. 소량의 DC 200 실리콘을 천으로 적용하고, 이어서 시편을 다시 칭량하여 "적재" 중량을 얻었다. 이어서, 비등하는 세정 조성물에 1분 동안 침지시켜 시편을 세정하고, 30초 동안 증발시킨 후, 1분 동안 공기 건조시켰다. 이어서, 시편을 칭량하고, 이를 3회 반복하여, 오염 제거율 (%)을 계산하였다. 결과를 하기 표 9에 나타내었다.

표 9

조성물 (중량%)	건조 중량 (g)	습윤 중량 (g)	건조 후 중량 (g)	오염 제거율 (%)
PEIK/t-DCE (72.9/27.1)	21.2183	21.26343	21.2183	100
	19.0196	19.0461	19.0198	99
	21.3960	21.4480	21.3963	99
				평균 100

<114>

이 결과는, 본 발명의 조성물이 스테인레스강 표면으로부터 실리콘 잔류물을 효과적으로 제거한다는 것을 나타

내었다.

실시예 8

금속 세정 성능

그리트 블라스팅되어 연마되지 않은 표면이 제공된 스테인레스강 (유형 316) 2" x 3" 시편을 예비 세척하고 오븐 건조하여 임의의 잔류 오염물을 제거하였다. 각 시편을 4번 칭량하여 자체 중량을 얻었다. 소량의 미네랄 오일을 천으로 적용하고, 이어서 시편을 칭량하여 "적재" 중량을 얻었다. 이어서, 비등하는 세정 조성물에 1분 동안 침지시켜 시편을 세정하고, 30초 동안 증발시킨 후, 1분 동안 공기 건조시켰다. 이어서, 시편을 칭량하고, 이를 3회 반복하여 오염 제거율 (%)을 계산하였다. 결과를 하기 표 10에 나타내었다.

표 10

조성물 (중량%)	건조 중량 (g)	습윤 중량 (g)	건조 후 중량 (g)	오염 제거율 (%)
PEIK/MeOH (97.0/3.0)	21.2968	21.3525	21.3029	89
	21.2470	21.62678	21.2530	71
	21.5313	21.5656	21.5417	70
				평균 77

이 결과는, 본 발명의 조성물이 스테인레스강 표면으로부터 미네랄 오일 잔류물을 효과적으로 제거한다는 것을 나타내었다.

실시예 9

금속 세정 성능

그리트 블라스팅되어 연마되지 않은 표면이 제공된 스테인레스강 (유형 316) 2" x 3" 시편을 예비 세척하고 오븐 건조하여 임의의 잔류 오염물을 제거하였다. 각 시편을 4번 칭량하여 자체 중량을 얻었다. 소량의 DC 200 실리콘을 천으로 적용하고, 이어서 시편을 칭량하여 "적재" 중량을 얻었다. 이어서, 비등하는 세정 조성물에 1분 동안 침지시켜 시편을 세정하고, 30초 동안 증발시킨 후, 1분 동안 공기 건조시켰다. 이어서, 시편을 칭량하고, 이를 3회 반복하여 오염 제거율 (%)을 계산하였다. 결과를 하기 표 11에 나타내었다.

표 11

조성물 (중량%)	건조 중량 (g)	습윤 중량 (g)	건조 후 중량 (g)	오염 제거율 (%)
PEIK/MeOH (97.0/3.0)	20.9536	20.9902	20.9536	100
	21.1531	21.1889	21.1528	101
	20.6276	20.6735	20.6285	98
				평균 100

실시예 10

금속 세정 성능

그리트 블라스팅되어 연마되지 않은 표면이 제공된 스테인레스강 (유형 316) 2" x 3" 시편을 예비 세척하고 오븐 건조하여 임의의 잔류 오염물을 제거하였다. 각 시편을 4번 칭량하여 자체 중량을 얻었다. 소량의 미네랄 오일을 천으로 적용하고, 이어서 시편을 칭량하여 "적재" 중량을 얻었다. 이어서, 비등하는 세정 조성물에 1분 동안 침지시켜 시편을 세정하고, 30초 동안 증발시킨 후, 1분 동안 공기 건조시켰다. 이어서, 시편을 칭량하고, 이를 3회 반복하여 오염 제거율 (%)을 계산하였다. 결과를 하기 표 12에 나타내었다.

표 12

조성물 (중량%)	건조 중량 (g)	습윤 중량 (g)	건조 후 중량 (g)	오염 제거율 (%)
-----------	-----------	-----------	-------------	------------

F24E/t-DCE (24.2/75.8)	21.6977	21.7396	21.6972	101
	19.0213	19.0848	19.0207	101
	21.2883	21.3127	21.2874	104
	21.5190	21.5599	21.5183	102
	21.5046	21.5438	21.5036	103
	평균			102

<128>

실시예 11

<129>

급속 세정 성능

<130>

그리트 블라스팅되어 연마되지 않은 표면이 제공된 스테인레스강 (유형 316) 2" x 3" 시편을 예비 세척하고 오븐 건조하여 임의의 잔류 오염물을 제거하였다. 각 시편을 4번 칭량하여 자체 중량을 얻었다. 소량의 DC 200 실리콘 오일을 천으로 적용하고, 이어서 시편을 칭량하여 "적재" 중량을 얻었다. 이어서, 비등하는 세정 조성물에 1분 동안 침지시켜 시편을 세정하고, 30초 동안 증발시킨 후, 1분 동안 공기 건조시켰다. 이어서, 시편을 칭량하고, 이를 3회 반복하여 오염 제거율 (%)을 계산하였다. 결과를 하기 표 13에 나타내었다.

표 13

<131>

조성물 (중량%)	건조 중량 (g)	습윤 중량 (g)	건조 후 중량 (g)	오염 제거율 (%)
F24E/t-DCE (24.2/75.8)	21.6973	21.817	21.7333	70
	19.0203	19.1243	19.0263	94
	21.5040	21.5912	21.5193	82
	21.5183	21.5977	21.5230	94
	21.2873	21.3495	21.2909	94
	평균			87

<132>

이 결과는, 본 발명의 조성물이 스테인레스강 표면으로부터 실리콘 잔류물을 효과적으로 제거한다는 것을 나타내었다.

<133>

실시예 12

<134>

F24E 21.8 중량%와 1,2-트랜스-디클로로에틸렌 (t-DCE) 78.2 중량%의 혼합물을 제조하고, 환류비가 10:1인 5단 중류 장치에 넣었다. 중류 헤드의 온도를 기록하고, 중류된 물질의 몇몇 분획을 일련의 시간에 걸쳐 제거하였다. 중류된 물질을 가스 크로마토그래피로 분석하였다. 데이터를 하기 표 14에 나타내었다. 조성 및 온도는 실험 동안 일정하게 유지되었으며, 이 혼합물은 공비성 거동을 나타내었다.

표 14

<135>

중류 분획	헤드 온도 (°C)	중류물 (중량%)	F24E (%)	t-DCE (%)
1	45	8	24.5	75.6
2	45	15	24.3	75.7
3	45	22	24.2	75.8
4	45	28	24.2	75.8

<136>

실시예 13

<137>

F24E 20.0 중량%, 1,2-트랜스-디클로로에틸렌 (t-DCE) 75.8 중량% 및 에탄올 4.2%의 혼합물을 제조하고, 환류비가 10:1인 5단 중류 장치에 넣었다. 중류 헤드의 온도를 기록하고, 중류된 물질의 몇몇 분획을 일련의 시간에 걸쳐 제거하였다. 중류된 물질을 가스 크로마토그래피로 분석하였다. 데이터를 하기 표 15에 나타내었다. 조성 및 온도는 실험 동안 일정하게 유지되었으며, 이 혼합물은 공비성 거동을 나타내었다.

표 15

<138>

증류 분획	헤드 온도 (°C)	증류물 (중량%)	F24E (%)	t-DCE (%)	EtOH (%)
1	43	13	24.8	71.0	4.3
2	43	19	25.3	70.4	4.3
3	43	25	24.8	70.8	4.3
4	43	32	24.8	70.9	4.3
5	43	40	24.9	70.8	4.3
6	43	47	24.8	70.9	4.3