



(21) 申請案號：100110456

(22) 申請日：中華民國 100 (2011) 年 03 月 25 日

(51) Int. Cl. : C07D207/10 (2006.01)

C07D211/38 (2006.01)

C07D241/04 (2006.01)

C07C225/20 (2006.01)

C09K5/10 (2006.01)

H01L23/373 (2006.01)

(30) 優先權：2010/03/26 美國

12/732,608

(71) 申請人：3M 新設資產公司 (美國) 3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY (US)  
美國

(72) 發明人：佛萊恩 瑞查德 馬克 FLYNN, RICHARD MARK (US)；維特凱克 丹尼爾 瑞夫 VITCAK, DANIEL RALPH (US)；可斯特洛 麥克 喬治 COSTELLO, MICHAEL GEORGE (US)；吐瑪 菲利普 艾瑞克 TUMA, PHILLIP ERIC (US)；布林斯其 麥克 約翰 BULINSKI, MICHAEL JOHN (US)

(74) 代理人：陳長文

(56) 參考文獻：

TW 200804326A

審查人員：彭瓊嬋

申請專利範圍項數：21 項 圖式數：0 共 31 頁

(54) 名稱

用於高溫熱傳之含氮氟基酮

NITROGEN-CONTAINING FLUOROKETONES FOR HIGH TEMPERATURE HEAT TRANSFER

(57) 摘要

本發明提供一種可用於包括一裝置及一傳熱機構之設備中之含氮氟化合物酮。所提供之氟化合物酮在高於 170°C 之溫度下係安定，對環境友好，且節約生產成本。所提供之設備可用於電子裝置之氣相焊接。

Nitrogen-containing fluorochemical ketones are provided that can be useful in apparatuses that includes a device and a mechanism for transferring heat. The provided fluorochemical ketones are stable at temperatures above 170°C, are environmentally friendly, and are economical to produce. The provided apparatuses can be useful for vapor phase soldering of electronic devices.

## 六、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本揭示案係關於一種包含含氮氟基酮作為傳熱流體之設備及方法。

### 【先前技術】

目前，各種流體被用於熱傳遞。傳熱流體之適宜性取決於應用製程。例如，某些電子應用需要呈惰性、具有高介電強度、具有低毒性、良好的環境特性及在寬廣溫度範圍內具有良好熱傳遞性之傳熱流體。其他應用需要精確的溫度控制且因此傳熱流體在整個處理溫度範圍內需為單相且該傳熱流體之特性需可預見，即該組合物保持相對恆定，以使其黏度、沸點等可預見，以使得可保持精確的溫度且可適當地設計設備。

全氟化碳、全氟聚醚(PFPE)及某些氫氟醚已被用於熱傳遞。全氟化碳(PFC)可具有高介電強度及高電阻率。PFC可為不易燃且通常可與構建材料機械相容，其顯示有限的溶解能力。另外，PFC通常顯示低毒性及良好的操作者友好性。PFC可以生成具有狹窄分子量分佈之產物的方法製造。然而PFC及PFPE會顯示一個重大缺點，即較長的環境持久性，其可引起高度的全球變化潛勢。目前用作傳熱流體以冷卻電子或電氣設備之材料包括PFC、PFPE、聚矽氧油、及煙油。此等傳熱流體各存在某些缺點。PFC及PFPE可具環境持久性。聚矽氧油及煙油通常係易燃。

全氟酮化合物包括一類商業上有價值之化合物，其顯示

多種性質。該類化合物係中性，且在某些情況下係出人意料地呈惰性、熱安定性及水解安定性。該等性質已使其可用作傳熱劑、潤滑劑，及甚至可作為滅火劑。

### 【發明內容】

持續需要適合市場之高溫需求(例如用於氣相焊接)的傳熱流體。亦持續需要在使用溫度下具有熱安定性並具有較短大氣壽命從而使其全球暖化潛勢減小之傳熱流體。所提供之氟化合物酮易於製造，在高溫下可作為良好的傳熱流體，且產生可均一製得之產物。此外，其等在使用溫度下(通常高於170°C)可為熱安定，且相較於習知材料具有相對更短的大氣壽命。亦需要包含此等氟化合物酮之用於高溫傳熱的設備及方法。

在本揭示案中：

「鏈中雜原子」係指碳鏈中鍵結至碳原子以形成碳-雜原子-碳鏈的非碳原子(例如氧及氮)；

「裝置」係指經加熱、冷卻或保持在預定溫度下之物體或發明物；

「惰性」係指在正常使用條件下一般係非化學反應性之化學組合物；

「機構」係指零件系統或機械設備；及

「全氟-」(例如，關於基團或部份，如在「全氟伸烷基」或「全氟烷基羰基」或「全氟化」之情況下)意指完全氟化，以使得(除可另外說明以外)不存在可經氟置換之碳鍵結氫原子；

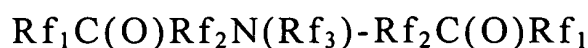
「三級氮」係指含三個除氫以外的取代基之氮原子；及

「末端」係指在分子末端或僅有一個基團與其鍵結之部份或化學基團。

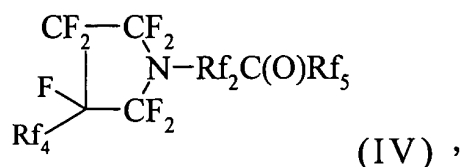
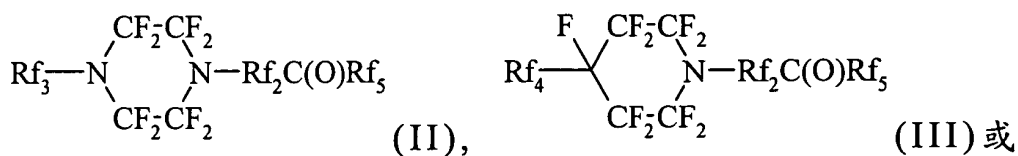
在一態樣中，提供一種氟化合物含氮二酮化合物，其包含第一末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該全氟烷基具有3至10個鏈中碳原子，其可視需要包含一或多個鏈中氧原子；鍵結至該第一末端分支鏈全氟烷基羰基之具有4個或更多個鏈中碳或氮原子之至少一個直鏈、分支鏈或環狀全氟伸烷基鏈段，該全氟伸烷基鏈段含有一或多個鏈中三級氮原子；及第二末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該全氟烷基具有3至10個鏈中碳原子，其可視需要包括一或多個鏈中氧原子，其中該第二全氟烷基羰基係鍵結至該全氟伸烷基鏈段。通常，所提供之氟化合物二酮在環境壓力下具有170°C或更高的沸點。

在另一態樣中，提供一種氟化合物含氮單酮化合物，其包含第一末端經取代或未經取代之環狀全氟烷基，其中該環狀全氟烷基包含全氟哌嗪基、全氟哌啶基或全氟吡咯啶基，該等基團可視需要經1至4個碳原子之全氟烷基取代或未經取代；鍵結至該第一末端環狀全氟烷基之具有1至4個碳原子的直鏈或分支鏈全氟伸烷基鏈段；及第二末端分支鏈七氟異丙基羰基。

在另一態樣中，提供一種具有下式之化合物：



(I)



其中 Rf<sub>1</sub> 表示具有 3 至 10 個碳原子之分支鏈或環狀全氟烷基或其組合，Rf<sub>2</sub> 係具有 1 至 4 個碳原子之直鏈或分支鏈全氟化伸烷基，Rf<sub>3</sub> 係具有 1 至 4 個碳原子之直鏈或分支鏈全氟烷基或 -Rf<sub>2</sub>C(O)Rf<sub>5</sub>，Rf<sub>4</sub> 係 F- 或具有 1 至 4 個碳原子之直鏈或分支鏈全氟烷基，且 Rf<sub>5</sub> 係 -CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>。在某些實施例中，Rf<sub>1</sub> 可包含至少一個鏈中氧原子。

在另一態樣中，提供一種用於熱傳遞之設備，其包括一裝置及一傳熱至該裝置或自該裝置傳熱之機構，該機構包括傳熱流體，該傳熱流體包含氟化合物含氮二酮化合物，其包含第一末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該全氟烷基具有 3 至 10 個鏈中碳原子，其可視需要包含一或多個鏈中氧原子；鏈結至該第一末端分支鏈全氟烷基羰基之具有 4 個或更多個鏈中碳或氮原子之至少一個直鏈、分支鏈或環狀全氟伸烷基鏈段，該全氟伸烷基鏈段含有一或多個鏈中三級氮原子；及第二末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該全氟烷基具有 3 至 10 個鏈中碳原子，其可視需要包括一或多個鏈中氧原子，其中該第二全氟烷基羰基係鏈結至該全氟伸烷基鏈段，或視需要之氟化合物含氮單酮化合物，其包含

第一末端經取代或未經取代之環狀全氟烷基，其中該環狀全氟烷基包含全氟哌嗪基、全氟哌啶基或全氟吡咯啶基，該等基團可視需要經1至4個碳原子之全氟烷基取代或未經取代；鍵結至該第一末端環狀全氟烷基之具有1至4個碳原子的直鏈或分支鏈全氟伸烷基鏈段；及第二末端分支鏈七氟異丙基羰基。該裝置可為電子元件。該機構傳熱至該裝置或自其傳熱且包含氟化合物酮。該設備可用於(例如)電子元件之氣相焊接。

最後，在另一態樣中，提供一種傳熱方法，其包括提供一裝置及利用一機構傳熱至該裝置或自該裝置傳熱，該機構包括：傳熱流體，其中該傳熱流體包含氟化合物酮化合物，其包含第一末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該全氟烷基具有3至10個鏈中碳原子，其可視需要包括一或多個鏈中氧原子；鍵結至該第一末端分支鏈全氟烷基羰基之具有4個或更多個鏈中碳或氮原子之至少一個直鏈、分支鏈或環狀全氟伸烷基鏈段，該全氟伸烷基鏈段含有一或多個鏈中三級氮原子；及第二末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該全氟烷基具有3至10個鏈中碳原子，其可視需要包括一或多個鏈中氧原子，其中該第二全氟烷基羰基係鍵結至該全氟伸烷基鏈段，或視需要之氟化合物含氮單酮化合物，其包含第一末端經取代或未經取代之環狀全氟烷基，其中該環狀全氟烷基包含全氟哌嗪基、全氟哌啶基或全氟吡咯啶基，該等基團可視需要經具有1至4個碳原子之全氟烷基取代或未經取代；鍵結至該第一末端環狀全氟烷基之具有1

至4個碳原子之直鏈或分支鏈全氟伸烷基鏈段；及第二末端分支鏈七氟異丙基羰基。

所提供之含氮氟化合物單酮及二酮提供可用於傳熱流體之化合物。所提供之氟化合物酮具有出人意料地良好熱安定性。其等亦具有高介電強度，低導電性、化學惰性及良好的環境特性。所提供之氟化合物酮亦可用於氣相焊接。

上述概要並不意欲描述本發明之各項實施的各揭示性實施例。以下詳細描述更特定地舉例說明示例性實施例。

### 【實施方式】

在以下描述中，應理解可預期其他實施例且可在不脫離本發明之範疇或精神的情況下實施。因此，以下詳細描述並不具有限制性。

除非另外說明，否則本說明書及申請專利範圍中所使用之所有表示特徵大小、含量及物理特性的數字應被理解為在所有情況下均經術語「約」修飾。因此，除非另外相反地指出，否則上述說明書及隨附申請專利範圍中所闡述之數字參數係近似值，其可根據試圖由熟習此項技術者利用本文所揭示之教示獲得之所需性質而變化。藉由端點所使用之數值範圍包括此範圍中之所有數字(例如1至5包括1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、及5)及此範圍內之任何範圍。

持續需要尤其適合市場之高溫需求(例如在氣相焊接中)的傳熱流體。在該應用中，通常使用170°C至250°C之溫度，其中以200°C尤其適用於使用鉛基焊料的焊接應用且

以 230°C 適用於更高熔點之無鉛焊料。目前，用於此應用中之材料係全氟聚醚類。過去，已出售某些用於此應用領域之全氟化胺。儘管全氟聚醚在使用溫度下具有所需的熱安定性，但由於其高含氟量，其亦具有極高的環境持久性及極長的大氣壽命及伴隨高全球暖化潛勢之缺點。因此，需要新穎的材料，其具有短很多的大氣壽命，但仍有充分的安定性以用於氣相焊接及其他高溫熱傳應用中。

已揭示一些氫氟醚作為傳熱流體。典型的氫氟醚可見於 2008 年 11 月 3 日申請之題為「Methods of Making Fluorinated Ethers, Fluorinated Ethers and Uses Thereof」的美國專利申請案第 12/263,661 號，及美國專利公開案第 2007/0267464 號 (Vitcak 等人) 及 2008/0139683 號 (Flynn 等人)，及美國專利案第 7,128,133 號及 7,390,427 號 (Costello 等人) 中。然而，需要一種呈惰性、具有高介電強度、低導電性、化學惰性、熱安定性及有效的熱傳遞性，在寬廣的溫度範圍內係液體，在寬廣的溫度範圍內具有良好的傳熱性且亦具有適當的短大氣壽命以使其之全球暖化潛勢相對低之傳熱流體。

據信具有適宜結構且沸點為至少 170°C 之全氟化酮具有所需的安定性及必需的短大氣壽命及因此具有低全球暖化潛勢，從而使其成為此等高溫熱傳應用之可用候選者。例如，低分子量酮  $C_2F_5COCF(CF_3)_2$  可以 NOVEC 649 購自 3M 公司 (St. Paul, MN)，且其在較低大氣壓下具有光化學活性且具有約 5 天之大氣壽命。預期較高分子量之全氟化含氮

單酮或二酮具有類似的UV光譜吸收，此導致類似的光化學壽命且預期由於其結構僅引起微小變化。所提供之含氮氟化合物酮包含第一末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該全氟烷基具有3至10個鏈中碳原子，其可視需要包括一或多個鏈中氧原子；鍵結至該第一末端分支鏈全氟烷基羰基之具有4個或更多個鏈中碳或氮原子之至少一個直鏈、分支鏈或環狀全氟伸烷基鏈段，該全氟伸烷基鏈段含有一或多個鏈中三級氮原子；及第二末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該全氟烷基具有3至10個鏈中碳原子，其可視需要包括一或多個鏈中氧原子，其中該第二全氟烷基羰基係鍵結至該全氟伸烷基鏈段，或視需要之氟化合物含氮單酮化合物，其包含第一末端經取代或未經取代之環狀全氟烷基，其中該環狀全氟烷基包含全氟哌嗪基、全氟哌啶基或全氟吡咯啶基，該等基團可視需要經具有1至4個碳原子之全氟烷基取代或未經取代；鍵結至該第一末端環狀全氟烷基之具有1至4個碳原子之直鏈或分支鏈全氟伸烷基鏈段；及第二末端分支鏈七氟異丙基羰基。

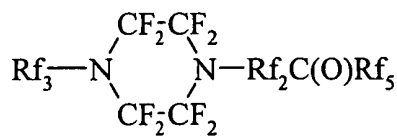
分支鏈全氟烷基羰基具有包含3至10個鏈中碳原子之全氟烷基。此外，該等全氟烷基羰基之烷基可具有含1至4個碳原子之分支鏈全氟烷基且亦可包含一或多個鏈中氧原子。

所提供之含氮氟化合物酮包含一或兩個羰基。所提供之氟化合物含氮二酮通常在含4個或更多個鏈中碳或氮原子之直鏈、分支鏈或環狀全氟伸烷基鏈段的各端具有末端全

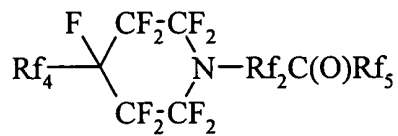
氟烷基羰基，該全氟伸烷基鏈段係實質上鍵結於該兩個末端全氟烷基羰基之間且含有一或多個鏈中三級氮原子。在某些實施例中，所提供之二酮係A-B-A結構的對稱分子，其中A係全氟烷基羰基且B係全氟伸烷基鏈段。所提供之氟化合物含氮單酮具有包含全氟哌嗪基、全氟哌啶基或全氟吡咯啶基之全氟烷基，其中該等基團可視需要經含1至4個碳原子之全氟烷基取代。所提供之含氮氟化合物酮具有包括以下之化學結構：



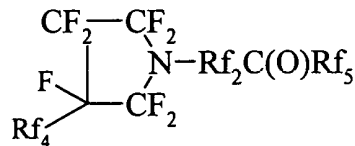
(I)



(II),

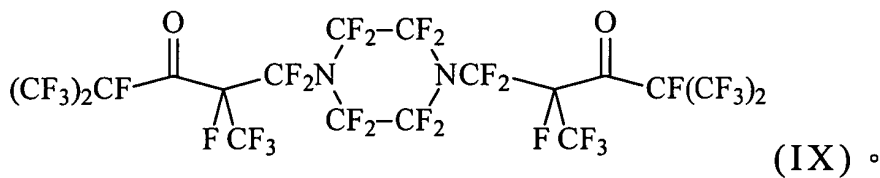
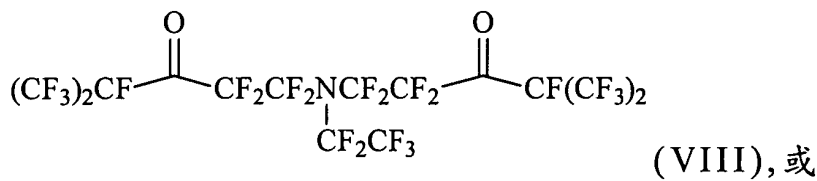
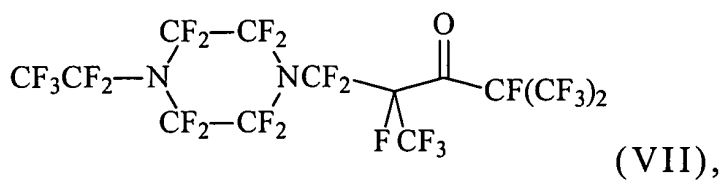
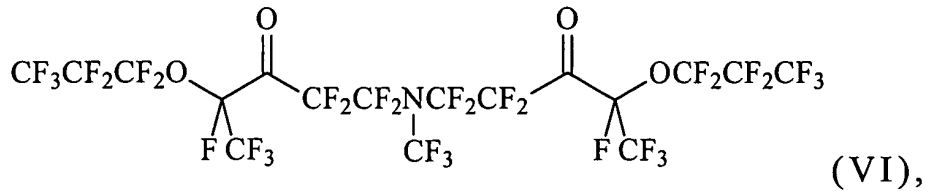
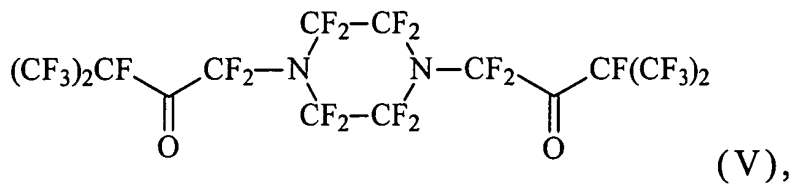


(III) 或



(IV),

Rf<sub>1</sub>表示含3至10個碳原子且視需要包含至少一個鏈中氧原子之分支鏈或環狀全氟烷基或其組合；Rf<sub>2</sub>係含1至4個碳原子之直鏈或分支鏈全氟化伸烷基；Rf<sub>3</sub>係含1至4個碳原子之直鏈或分支鏈全氟烷基或-Rf<sub>2</sub>C(O)Rf<sub>5</sub>；Rf<sub>4</sub>係F-或含1至4個碳原子之直鏈或分支鏈全氟烷基；Rf<sub>5</sub>係(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CF-。示例性Rf<sub>1</sub>基團包括(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CF-、C<sub>3</sub>F<sub>7</sub>OCF(CF<sub>3</sub>)-、CF<sub>3</sub>OC<sub>3</sub>F<sub>6</sub>OCF(CF<sub>3</sub>)-、C<sub>4</sub>F<sub>9</sub>OCF(CF<sub>3</sub>)-及CF<sub>3</sub>OCF(CF<sub>3</sub>)-。在某些實施例中，所提供之氟化合物酮包括：



在某些實施例中，提供一種需要熱傳遞之設備。該設備包括一裝置及一利用傳熱流體傳熱至該裝置或自該裝置傳熱之機構。典型的設備包括冷藏系統、冷卻系統、測試設備及加工設備。其他實例包括用於自動化測試設備以測試半導體晶粒之性能之測試頭；用於固定光阻去除機、步進器、蝕刻器、PECVD工具中之矽晶圓的晶圓夾盤；恆溫浴、及熱衝擊測試浴。在其他實施例中，所提供之設備可包括冷藏運輸車、熱泵、超市食品冷卻器、商品展示櫃、

儲存庫冷藏系統、地熱加熱系統、太陽能加熱系統、有機蘭金(Rankine)循環裝置及其組合。

在某些實施例中，所提供之設備包括一裝置。該裝置在本文中係定義為待冷卻、加熱或保持在選定溫度下之組件、工件、組零件等。該等裝置包括電氣組件、機械組件或光學組件。本發明裝置之實例包括(但不限於)微處理器、用於製造半導體裝置之晶圓、功率控制半導體、配電開關裝置、電源變壓器、電路板、多晶片模組、封裝或未封裝之半導體裝置、雷射器、化學反應器、燃料電池及電化學電池。在某些實施例中，該裝置可包括冷卻器、加熱器或其組合。在其他實施例中，該裝置可包括待焊接之電子元件及焊料。通常，焊接所需的熱可由溫度高於 $170^{\circ}\text{C}$ 、高於 $200^{\circ}\text{C}$ 、高於 $230^{\circ}\text{C}$ 或甚至更高之氣相提供。

在某些實施例中，本發明包括一傳熱機構。熱係藉由使該傳熱機構與該裝置熱接觸而傳遞。當該傳熱機構與該裝置熱接觸時，其自該裝置移除熱或提供熱至該裝置，或使該裝置保持在選定溫度下。熱流方向(離開裝置或進入裝置)係由該裝置與該傳熱機構之間的相對溫差決定。

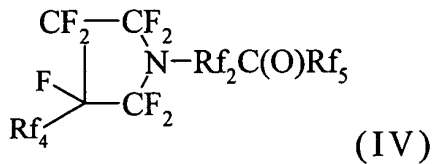
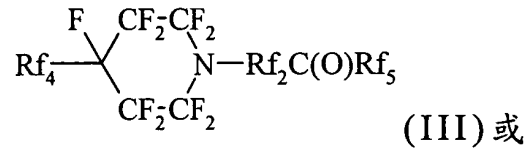
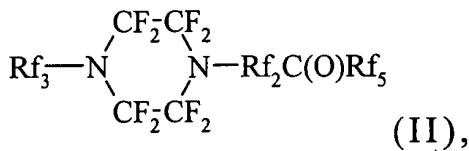
該傳熱機構可包括用於控制傳熱流體之設備，其包括(但不限於)泵、閥門、流體圍阻系統、壓力控制系統、冷凝器、熱交換器、熱源、散熱片、冷藏系統、主動溫度控制系統、及被動溫度控制系統。適宜的傳熱機構之實例包括(但不限於)PECVD工具中之溫度控制晶圓夾盤、用於晶粒性能測試之溫度控制測試頭、半導體處理設備中之溫度

控制工作區、熱衝擊測試浴貯液器、及恆溫浴。在某些系統(例如蝕刻器、光阻去除機、PECVD室、氣相焊接裝置及熱衝擊測試器)中，上限所需操作溫度可高達170°C，高達200°C，或甚至更高。

該傳熱機構包括所提供之傳熱流體。所提供之傳熱流體可藉由具有以下化學結構之含氮氟化合物酮表示：



(I)



$\text{Rf}_1$ 表示含3至10個碳原子且視需要包含至少一個鏈中氧原子之分支鏈或環狀全氟烷基或其組合； $\text{Rf}_2$ 係含1至4個碳原子之直鏈或分支鏈全氟化伸烷基； $\text{Rf}_3$ 係含1至4個碳原子之直鏈或分支鏈全氟烷基或 $-\text{Rf}_2\text{C}(\text{O})\text{Rf}_5$ ； $\text{Rf}_4$ 係F-或含1至4個碳原子之直鏈或分支鏈全氟烷基； $\text{Rf}_5$ 係 $(\text{CF}_3)_2\text{CF}-$ 。典型的 $\text{Rf}_1$ 基團包括 $(\text{CF}_3)_2\text{CF}-$ 、 $\text{C}_3\text{F}_7\text{OCF}(\text{CF}_3)-$ 、 $\text{CF}_3\text{OC}_3\text{F}_6\text{OCF}(\text{CF}_3)-$ 、 $\text{C}_4\text{F}_9\text{OCF}(\text{CF}_3)-$ 及 $\text{CF}_3\text{OCF}(\text{CF}_3)-$ 。

所提供之設備及傳熱流體滿足市場對高溫熱傳流體的需求。所提供之含氮氟化合物酮提供安定的高溫傳熱流體。在某些實施例中，所提供之含氮氟化合物酮提供安定的高溫傳熱流體，該流體在加熱並保持在231°C之溫度下達至

少7天時，如藉由氣相層析法/質譜法(CG/MS)所測定，其純度實質上未發生變化。

在一實施例中，該等裝置可包括用於測試半導體晶粒性能之設備。該等晶粒係自半導體基板晶圓切割之個別「晶片」。該等晶粒源自半導體鑄造廠且必須經檢查以確保其等符合功能性要求及處理器速度要求。該測試係用於自不符合該等性能要求之晶粒中篩選「良裸晶粒」(KGD)。此測試通常係在約-80°C至約100°C之溫度範圍內進行。

在某些實例中，對該等晶粒逐個進行測試，並將個別晶粒固定在夾盤中。此夾盤提供用於冷卻晶粒之設備作為其設計的部份。在其他實例中，將若干晶粒固定在夾盤中並按順序或平行進行測試。在此情況下，該夾盤在測試步驟期間供若干晶粒冷卻。在高溫下測試晶粒以測定其在高溫條件下之性能特徵可係有利。在此情況下，在遠高於室溫下具有良好冷卻性質之傳熱流體係有利。在某些情況下，該等晶粒係在極低溫度下測試。例如，互補型金屬氧化物半導體(「CMOS」)裝置尤其在低溫下運行更快。若一件自動化測試設備(ATE)使用「板上」CMOS裝置作為其固定邏輯硬體之部份，則將該邏輯硬體保持在低溫下可係有利。

因此，為提供ATE最大的多功能性，傳熱流體通常在低溫及高溫下均表現良好(即通常在寬廣的溫度範圍內具有良好的傳熱性)，呈惰性(即不易燃、低毒性、非化學反應性)，具有高介電強度，具有低環境影響且在整個操作溫

度範圍內具有可預見之傳熱性質。

在另一實施例中，該等裝置可包括蝕刻器。蝕刻器可在約70°C至約15°C之溫度範圍內運行。在蝕刻期間，通常使用反應性電漿以將特徵各向異性地蝕刻於半導體中。該半導體可包括矽晶圓或包括II-VI族或III-V族半導體。在某些實施例中，該等半導體材料可包括(例如)III-V族半導體材料，例如GaAs、InP、AlGaAs、GaInAsP、或GaInNAs。在其他實施例中，所提供之方法可用於蝕刻II-VI族半導體材料(例如可包括鎘、鎂、鋅、硒、碲及其組合之材料)。典型的II-VI族半導體材料可包括CdMgZnSe合金。其他II-VI族半導體材料(例如CdZnSe、ZnSSe、ZnMgSSe、ZnSe、ZnTe、ZnSeTe、HgCdSe、及HgCdTe)亦可利用所提供之方法蝕刻。該等待處理之半導體通常保持恆定的溫度。因此，通常使用可在整個溫度範圍內具有單相之傳熱流體。此外，該傳熱流體通常在整個範圍內具有可預見之性能，以使得可精確地保持溫度。

在其他實施例中，該等裝置可包括在約40°C至約150°C之溫度下運行之光阻去除機。光阻去除機係可移除由正型或負型光阻劑組成之光敏性有機掩膜的裝置。此等掩膜係在蝕刻期間用於在蝕刻半導體上提供圖案。

在某些實施例中，該等裝置可包括可在約40°C至約80°C之溫度下運行之步進器。步進器係用於半導體製造之光微影蝕刻法的必需部份，其中製得製造所需之中間掩膜。中間掩膜係包含需利用步進器步進及重複之圖案影像以曝露

整個晶圓或掩膜的工具。中間掩膜係用於製造曝露光敏性掩膜所需之光及陰影圖案。用於步進器之薄膜通常保持在 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 之溫度視窗內，以使製得之中間掩膜保持良好性能。

在其他實施例中，該等裝置可包括可在約 $50^{\circ}\text{C}$ 至約 $150^{\circ}\text{C}$ 之溫度下運行的電漿增強化學氣相沈積(PECVD)室。在PECVD製程中，氧化矽、氮化矽、及碳化矽之薄膜可藉由在包含矽及氧氣、氮氣或碳中之至少任一者之試劑氣體混合物中引發之化學反應於晶圓上生長。支撐該晶圓之夾盤在各選定溫度下係保持於一致的恆溫下。

在其他實施例中，該等裝置可包括電子裝置，例如處理器(包括微處理器)。隨著此等電子裝置之功率變得越來越高，每單位時間內產生之熱量亦增加。因此，傳熱機構在處理器性能中發揮重要作用。傳熱流體通常具有良好的傳熱性能、良好的電相容性(即使用於「間接接觸」應用中，例如彼等使用冷卻板者)、及低毒性、低(或無)可燃性及低環境影響。良好的電相容性需要候選傳熱流體顯示高介電強度、高體積電阻率及對極性材料之低溶解力。此外，該傳熱流體必須顯示良好的機械相容性，即其不可以不利的方式影響一般的構建材料。

所提供之裝置在本文中係定義為待冷卻、加熱或保持在選定溫度下之組件、工件、組零件等。該等裝置包括電氣組件、機械組件及光學組件。本發明裝置之實例包括(但不限於)微處理器、用於製造半導體裝置之晶圓、功率控

制半導體、配電開關裝置、電源變壓器、電路板、多晶片模組、封裝及未封裝的半導體裝置、化學反應器、燃料電池及雷射器。

所提供之設備包括一傳熱機構。熱係藉由使該傳熱機構與該裝置熱接觸而傳遞。當該傳熱機構與該裝置熱接觸時，其自該裝置移除熱或提供熱至該裝置，或使該裝置保持在選定溫度下。熱流方向(離開裝置或進入裝置)係由該裝置與該傳熱機構之間的相對溫差決定。所提供之設備亦可包括冷藏系統、冷卻系統、測試設備及加工設備。在某些實施例中，所提供之設備可為恆溫浴或熱衝擊測試浴。

該傳熱機構包含所提供的傳熱流體。此外，該傳熱機構可包括用於控制該傳熱流體之設備，其包括(但不限於)：泵、閥門、流體圍阻系統、壓力控制系統、冷凝器、熱交換器、熱源、散熱片、冷藏系統、主動溫度控制系統、及被動溫度控制系統。適宜的傳熱機構之實例包括(但不限於)PECVD工具中的溫度控制晶圓夾盤、用於晶粒性能測試之溫度控制測試頭、半導體處理設備中之溫度控制工作區域、熱衝擊測試浴貯液器、及恆溫浴。恆溫浴通常係在較寬的溫度範圍內操作。因此，所需的傳熱流體較佳具有較寬的液體範圍及良好的低溫熱傳特性。具有該等性質之傳熱流體使該恆溫浴具有極寬的操作範圍。通常，大多數測試流體需要流體換出以獲得寬廣的溫度極限。且，良好的溫度控制對於準確預測該等傳熱流體的物理性質係必要。

在其他態樣中，提供一種傳熱方法，其包括提供一裝置及利用一機構傳熱至該裝置或自該裝置傳熱。該機構可包含傳熱流體，例如本文所揭示之含氮氟化合物酮。所提供之方法可包括氣相焊接，其中該裝置係待焊接之電子元件。

本發明之目的及優點係藉由以下實例進一步說明，但此等實例中所述之特定材料及其含量，及其他條件及細節不應被解釋為過度限制本發明。

### 實例

除非另外說明，否則所有溶劑及試劑可購自 Milwaukee, WI之Aldrich Chemical Co.。如本文中所使用，「NOVEC-7200」係指乙基全氟丁基醚且可購自3M公司，St. Paul, MN。亦如本文中所使用，「HFPO」指六氟丙烯氧化物且「HFP」指六氟丙烯。「二甘醇二甲醚」指二乙二醇二甲醚。

實例1：1,1'-(全氟哌嗪-1,4-二基)雙(1,1,3,4,4,4-六氟-3-(三氟甲基)丁-2-酮)(V)之製法

中間物(4-乙氧羰基甲基-哌嗪-1-基)乙酸乙酯之製法

將一五公升三頸圓底燒瓶配備以頂置式攪拌器、水冷凝器、溫度計及加料漏斗並利用該冷凝器上的玻璃座將該設備置於氮氣氛下。將哌嗪(230.9 g, 2.68 mol, Aldrich)、甲基第三丁基醚(2.0 L)及異丙醇(280 g)加入該燒瓶中。加熱該混合物至50°C並快速滴加氯乙酸乙酯( $\text{ClCH}_2\text{CO}_2\text{Et}$ , 658 g, 5.37 mol, Aldrich)。另添加150 mL異丙醇以使該

混合物液體在此添加期間位於中間。在接近氯乙酸乙酯添加結束時，快速滴加三乙胺(542 g, 5.37 mol, Alrich)以溶解在反應中形成之HCl並加熱該反應混合物16小時至55°C。冷卻該反應混合物並過濾固體三乙胺鹽酸鹽並以甲基第三丁基醚沖洗該濾餅一次。藉由旋轉蒸發移除該醚並在140至150°C/2 mmHg真空下蒸餾該殘留物，獲得97%純度之產物。將此物質與其他兩種製劑混合並在實質上呈美國專利第2,713,593號(Brice等人)及R.E Banks, Preparation, Properties and Industrial Applications of Organofluorine Compounds, 第19至43頁, Halsted Press, New York(1982)中所述之類型的Simons ECF單元中進行電化學氟化作用，然後蒸餾，以獲得2,2'-(全氟哌嗪-1,4-二基)雙(2,2-二氟乙醯氟)。

將2,2'-(全氟哌嗪-1,4-二基)雙(2,2-二氟乙醯氟)(70%純度, 140 g, 0.33 mol)、氟化鉀(9.57 g, 0.16 mol)與二乙二醇二甲醚(270 g)在600 mL帕爾(Parr)反應器中組合。密封該反應器並加熱該混合物至75°C。添加六氟丙烯(100 g, 0.66 mol, MDA)氣體至該反應混合物中。然後攪拌該反應混合物18小時以使該二醯基氟與六氟丙烯之反應最大化。18小時後，冷卻該反應混合物至室溫並藉由真空過濾移除該等鹽。然後將液體轉移至分液漏斗中，其中自該二乙二醇二甲醚分離下層氟化合物相。利用同心管柱，藉由分餾純化該粗產物。最終的樣品純度藉由GC-FID測得係91.4%。藉由GC/MS確認該產物質量。該產物在760 mmHg

下之沸點經測定為209℃。

實例2：5,5'-((三氟甲基)氮二基)雙(1,1,1,2,4,4,5,5-八氟-2-全氟丙氧基)戊-3-酮(VI)之製法

中間物 $\text{CH}_3\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2\text{CH}_3)_2$ 之製法

在氮氣氛下，將4-甲氧基苯酚(Aldrich, 3.5 g)及丙烯酸甲酯(Aldrich, 907 g, 10.5 mol)置於在水浴中冷卻並配備有頂置式攪拌器、溫度計、進氣管及固體二氧化碳/丙酮填充冷凝器之3 L圓底燒瓶中。歷時約兩小時，通過進氣管緩慢添加甲胺(Aldrich, 163 g, 5.25 mol)，並保持溫度低於約30℃。在添加完成後，在周圍溫度下攪拌該反應混合物16小時。然後在3 mmHg真空下，自該反應混合物蒸餾過量的丙烯酸甲酯及大量1:1加成產物，以獲得最終產物純度為96.6%之所需 $\text{CH}_3\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2\text{CH}_3)_2$ 。

$\text{CF}_3\text{N}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF})_2$ 之製法

藉由 $\text{CH}_3\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2\text{CH}_3)_2$ 在美國專利第2,713,593號(Brice等)及R.E Banks, Preparation, Properties and Industrial Applications of Organofluorine Compounds, 第19至43頁, Halsted Press, New York(1982)中所述類型的Simons ECF單元中之電化學氟化製備此物質。分餾純化獲得純度經GC-FID及GC/MS分析法測定為94.7%的物質。

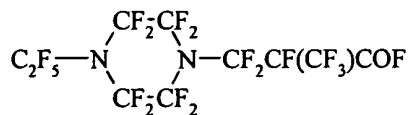
將 $\text{CF}_3\text{N}(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF})_2$ (240 g, 0.636 mol)、氟化鈉(Aldrich, 77 g, 0.51 mol)、全氟丙基乙烯基醚(Dyneon, 618 g, 2.32 mol)及二乙二醇二甲醚溶劑(400 mL)在2 L帕爾反應器中組合。密封該反應器並加熱72小時至65℃。72

小時後，冷卻該混合物並藉由GC-FID分析樣品。GC-FID顯示轉化率為87%。自該氟化銻鹽過濾產物混合物並轉移至1 L分液漏斗中。自該二乙二醇二甲醚溶劑移除下層氟酮產物相。使此氟酮相通過矽膠管柱以移除殘留的二乙二醇二甲醚。然後利用20層塔板的Oldershaw塔分餾純化該酮。藉由GC/MS確認該產物質量並藉由 $^1\text{H}$ 及 $^{19}\text{F}$  NMR確定其結構及純度。此樣品之純度係98.9%。在760 mmHg下之沸點經測定為231°C。

實例3： $\text{C}_2\text{F}_5-\text{N}(\text{CF}_2\text{CF}_2)_2-\text{N}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{COCF}(\text{CF}_3)_2)(\text{X})$ 之製法

中間物  $\text{C}_2\text{H}_5-\text{N}(\text{C}_6\text{H}_{11})_2-\text{N}-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CO}_2\text{Me}(\text{XI})$ 之製法

在55°C下，將1-乙基哌嗪(570 g, 5.0 mol, Aldrich)快速滴加至含於甲醇(375 mL)中之甲基丙烯酸甲酯(500 g, 5.0 mol, Aldrich)溶液中。在添加完成後，將該反應混合物保持在55°C下達16小時。另添加50 g甲基丙烯酸甲酯並另外加熱該反應混合物16小時至65°C。藉由旋轉蒸發移除甲醇及大部份過量甲基丙烯酸甲酯並在真空下(105至110°C/4 mmHg)蒸餾該殘留物，以獲得1051 g純度>99%之酯(XI)，然後使該酯經實質上如實例1中所述之ECF處理，以獲得全氟化鹽基氟產物(XII)，其藉由蒸餾進一步純化(沸點=158°C, 90%純度)。



(XII)

將蒸餾之醯基氟(75 g, 90%純度, 0.124 mol)、氟化鈉(6.21 g, 0.041 mol, Aldrich)及無水二乙二醇二甲醚(28 g, Aldrich)添加至600 mL帕爾反應器中, 密封該反應器並在氮氣下除氣並加熱至40°C。歷時兩小時分幾批添加六氟丙烯(66.4 g, 0.44 mol, 3M, St.Paul, MN), 然後在40°C下另外保持88小時。然後冷卻該反應器, 排出任何過量的六氟丙烯並自該二乙二醇二甲醚溶劑分離下層氟化合物相並蒸餾以獲得95%純度之酮產物(沸點=200°C)。藉由GC/MS確認該產物質量。該酮之IR在1770 cm<sup>-1</sup>下顯示羰基吸收。

實例4:  $(\text{CF}_3)_2\text{CFC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{—N} \begin{array}{c} \text{CF}_2\text{—CF}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CF}_2\text{—CF}_2 \end{array} \text{N—CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{C}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)_2$  (IX)之製法

中間物  $\text{CH}_3\text{OC}(\text{O})\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{—N} \begin{array}{c} \text{CF}_2\text{—CF}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{CF}_2\text{—CF}_2 \end{array} \text{N—CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{C}(\text{O})\text{OCH}_3$  (XIII)之製法

在約60°C下, 將哌嗪(502 g, 5.84 mol, Aldrich)快速滴加至含於甲醇(432 g)中之甲基丙烯酸甲酯(1284 g, 12.84 mol, Aldrich)溶液中。在添加完成後, 將溫度升高至70°C並將該反應混合物保持在此溫度下達18小時。藉由旋轉蒸發移除甲醇及大部份過量甲基丙烯酸甲酯並在真空下蒸餾該殘留物(廢棄所有在低於155°C/0.1 mmHg下沸騰的物質), 以生成95%純度之酯, 然後使該酯經實質上如實例1

中所述之ECF處理，以獲得全氟醯基氟產物，其藉由蒸餾低沸點雜質進一步純化。該醯基氟產物係固體。

將該醯基氟(126.5 g，純度約90%)、氟化鈉(18.2 g，0.12 mol)及二乙二醇二甲醚(50 g)在600 mL帕爾反應器中組合，密封該反應器並在氮氣下除氣，然後加熱至40°C。歷時5小時分幾批添加六氟丙烯(90 g，0.6 mol，3M)，然後在40°C下另外保持68小時。然後冷卻該反應器，排出過量的六氟丙烯並過濾氟化鈉固體。自該溶劑分離下層氟化合物相並將此物質(132 g)與氟化鈉(10 g)及二乙二醇二甲醚(27 g)一併加入600 mL帕爾反應器中並如上所述添加大量過量的HFP(210 g)以重複該反應。在如上所述般處理後，分析該下層氟化合物相，且藉由GC/MS測得其包含約6.3%所需之酮。蒸餾該酮至純度為83%(沸點>218°C)。

實例5： $C_2F_5N[CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)]_2$ 之製法

中間物 $C_2H_5N(CH_2CH_2CO_2CH_3)_2$ 之製法

以實質上如實例2中針對向甲胺添加兩莫耳甲基丙烯酸甲酯所述之步驟，藉由添加兩莫耳丙烯酸甲酯至乙胺中來製備該二甲酯。

製備 $C_2F_5N[CF_2CF_2COF)_2$

藉由 $C_2H_5N(CH_2CH_2CO_2CH_3)_2$ 在美國專利第2,713,593號(Brice等)及R.E Banks, Preparation, Properties and Industrial Applications of Organofluorine Compounds, 第19至43頁, Halsted Press, New York(1982)中所述類型的Simons ECF單元中之電化學氟化作用製備此物質。分餾純

化獲得純度經GC-FID及GC/MS分析法測定為76%之物質。

在潔淨乾燥的600 mL不鏽鋼帕爾壓力反應器中注入經噴霧乾燥之氟化鉀(3.4 g)、無水二乙二醇二甲醚(180 g)、NOVEC-7200(124 g)及 $C_2F_5N[CF_2CF_2COF]_2$ (165 g)。密封該容器並加熱至76°C。歷時7個小時添加HFP(112.5 g)並另外攪拌該反應16小時。然後再次歷時7小時添加HFP(58.5 g)並將該反應保持在76°C下達16小時。冷卻該混合物至室溫並將其轉移至供40 mmHg真空單板蒸餾用之1公升圓底燒瓶裝置中，並加熱該混合物至75°以移除NOVEC-7200。冷卻該燒瓶至室溫並轉移至500 mL分液漏斗中。約一小時後，分離下層氟化合物相並以約等體積水沖洗兩次，以獲得純度為82.8%之底部產物相(216 g)。藉由大氣分餾法純化獲得純度經GC-FID、GC/MS、 $^1H$ -NMR及 $^{19}F$ -NMR分析法測定為97.1%  $C_2F_5N[CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)]_2$ 之物質。

$C_3F_7OCF(CF_3)C(O)CF_2CF_2N(CF_3)CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)OC_3F_7$   
之安定性測試

在含有助焊劑之0.73 g AMTECH NC559AS焊料的存在下，使50 mL  $C_3F_7OCF(CF_3)C(O)CF_2CF_2N(CF_3)CF_2CF_2C(O)CF(CF_3)OC_3F_7$ 樣品在其231°C的大氣沸點下回流7天。使不含焊料之相同樣品亦回流7天。藉由GC/FID分析此等流體之相對純度：

表 1

樣品ID	GCFID相對純度
1.實例2(+焊料)VPS測試	98.6984
2.實例2(-焊料)VPS測試	98.5048
3.實例2純樣品(+焊料)	98.5873
4.實例2純樣品(-焊料)	98.5058

氟化物分析結果係匯總於下表2中。

表 2

樣品ID	ppm氟化物 (w/v)
1.實例2(+焊料)VPS測試	2.3 ± 0.01
2.實例2(-焊料)VPS測試	13.8 ± 0.6
3.實例2純樣品(-焊料)	2.68*

\*樣品不足以進行重複分析。

熟習此項技術者將明白不脫離本發明範疇及精神之各種修飾及更改。應理解本發明並不意欲過度受限於本文所闡述之說明性實施例及實例且該等實例及實施例係僅以舉例形式存在，且本發明之範疇僅意欲受下文中所闡述之申請專利範圍限制。本揭示案中所引用之所有參考文獻的全文以引用的方式併入本文中。

# 發明專利說明書

(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：100110456

※申請日：100.3.25

※IPC 分類：C07D; H01L

C07D 207/10 (2006.01)  
>11/38 (2006.01)  
241/64 (2006.01)  
C07C 225/10 (2006.01)  
C09K 5/10 (2006.01)  
H01L 23/373 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

用於高溫熱傳之含氮氟基酮

NITROGEN-CONTAINING FLUOROKETONES FOR HIGH  
TEMPERATURE HEAT TRANSFER

二、中文發明摘要：

本發明提供一種可用於包括一裝置及一傳熱機構之設備中之含氮氟化合物酮。所提供之氟化合物酮在高於170°C之溫度下係安定，對環境友好，且節約生產成本。所提供之設備可用於電子裝置之氣相焊接。

三、英文發明摘要：

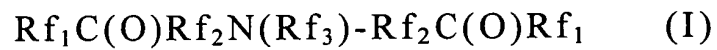
Nitrogen-containing fluorochemical ketones are provided that can be useful in apparatuses that includes a device and a mechanism for transferring heat. The provided fluorochemical ketones are stable at temperatures above 170°C, are environmentally friendly, and are economical to produce. The provided apparatuses can be useful for vapor phase soldering of electronic devices.

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



**七、申請專利範圍：**

1. 一種氟化合物含氮二酮化合物，其包含：

具有 3 至 10 個鏈中碳原子之第一末端分支鏈全氟烷基羰基，其可視需要包含一或多個鏈中氧原子；

鍵結至該第一末端分支鏈全氟烷基羰基之具有 4 個或更多個鏈中碳原子或氮原子的至少一個直鏈、分支鏈或環狀全氟伸烷基鏈段，該全氟伸烷基鏈段含有一或多個鏈中三級氮原子；及

具有 3 至 10 個鏈中碳原子之第二末端分支鏈全氟烷基羰基，其可視需要包含一或多個鏈中氧原子，其中該第二全氟烷基羰基係鍵結至該全氟伸烷基鏈段；

其中該全氟伸烷基鏈段包括全氟哌嗪基、全氟哌啶基或全氟吡咯啉基。

2. 如請求項 1 之氟化合物含氮二酮化合物，其中該第一末端分支鏈全氟烷基羰基、該第二末端分支鏈全氟烷基羰基或兩者包含至少一個鏈中氧原子。

3. 如請求項 1 之氟化合物含氮二酮化合物，其包含具有 3 至 10 個鏈中碳原子或氧原子之第二末端分支鏈全氟烷基羰基，其可視需要包含鏈中氧原子，其中該第二末端分支鏈全氟烷基羰基係鍵結至該全氟伸烷基鏈段。

4. 如請求項 1 之氟化合物含氮二酮化合物，其在環境壓力下之沸點為 170°C 或更高。

5. 一種氟化合物含氮單酮，其包含：

第一末端經取代或未經取代之環狀全氟烷基，該全氟

烷基包括全氟哌嗪基、全氟哌啶基、或全氟吡咯啶基，且具有8至15個鏈中碳原子或氮原子；

鍵結至該第一末端環狀全氟烷基之具有1至4個碳原子的直鏈或分支鏈全氟伸烷基鏈段；及

第二末端分支鏈七氟異丙基羰基。

6. 如請求項5之氟化合物含氮單酮，其中該全氟哌嗪基、全氟哌啶基、全氟吡咯啶基或其組合係經具有1至4個碳原子之全氟烷基取代。

7. 如請求項5之氟化合物含氮單酮，其在環境壓力下之沸點為170°C或更高。

8. 一種傳熱設備，其包括：

一裝置；及

一用於傳熱至該裝置或自該裝置傳熱之機構，該機構包括傳熱流體，其包含下述中之一或兩者：

a) 氟化合物含氮二酮化合物，其包含：

具有3至10個鏈中碳原子之第一末端分支鏈全氟烷基羰基；

鍵結至該第一末端分支鏈全氟烷基羰基之具有4個或更多個鏈中碳原子或氮原子的至少一個直鏈、分支鏈或環狀全氟伸烷基鏈段，該全氟伸烷基鏈段包含一或多個鏈中三級氮原子；及

具有3至10個鏈中碳原子之第二末端分支鏈全氟烷基羰基，其中該第二全氟烷基羰基係鍵結至該全氟伸烷基鏈段，

b) 1 氟化合物含氮單酮化合物，其包含：

第一末端經取代或未經取代之環狀全氟烷基，該環狀全氟烷基包含全氟哌嗪基、全氟哌啶基、或全氟吡咯啶基；

鍵結至該第一末端環狀全氟烷基之直鏈或分支鏈全氟伸烷基鏈段，該環狀全氟烷基具有1至4個碳原子；及

第二末端分支鏈七氟異丙基羰基，或其組合。

9. 如請求項8之傳熱設備，其中該第一末端分支鏈全氟烷基羰基包含一或多個鏈中氧原子。
10. 如請求項8之傳熱設備，其中該第二末端分支鏈全氟烷基羰基包含一或多個鏈中氧原子。
11. 如請求項8之傳熱設備，其中該全氟哌嗪基、全氟哌啶基、或全氟吡咯啶基係經具有1至4個碳原子之全氟烷基取代。
12. 如請求項8之傳熱設備，其中該裝置係選自微處理器、用於製造半導體裝置之半導體晶圓、功率控制半導體、電化學電池、配電開關裝置、電源變壓器、電路板、多晶片模組、封裝或未封裝之半導體裝置、燃料電池、及雷射器。
13. 如請求項12之傳熱設備，其中該電化學電池包括鋰離子電池。
14. 如請求項8之傳熱設備，其中該機構傳熱至該裝置。
15. 如請求項8之傳熱設備，其中該機構自該裝置傳熱。
16. 如請求項8之傳熱設備，其中該機構使該裝置保持在選

定溫度下。

17. 如請求項8之傳熱設備，其中該設備包括冷藏系統、冷卻系統、測試設備及加工設備。
18. 如請求項8之傳熱設備，其中該裝置包括待焊接之電子元件及焊料。
19. 如請求項18之傳熱設備，其中該機構包括氣相焊接。
20. 一種傳熱方法，其包括：
  - 提供一裝置；及
  - 利用一機構傳熱至該裝置或自該裝置傳熱，該機構包括：
    - 傳熱流體，
    - 其中該傳熱流體包含如請求項1之氟化合物、酮化合物。
21. 如請求項20之傳熱方法，其中該裝置係待焊接之電子元件。