

 <b>(19) 대한민국특허청(KR)</b> <b>(12) 공개특허공보(A)</b>	<b>(11) 공개번호</b> 10-2011-0005815 <b>(43) 공개일자</b> 2011년01월19일
<p>(51) Int. Cl.  <i>C07C 17/26</i> (2006.01) <i>C07C 21/18</i> (2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2010-7023271</p> <p>(22) 출원일자(국제출원일자) 2009년03월18일          심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2010년10월18일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/US2009/037459</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2009/117458          국제공개일자 2009년09월24일</p> <p>(30) 우선권주장          61/037,847 2008년03월19일 미국(US)</p>	<p>(71) 출원인          이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니          미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시          마아캣트 스트리트 1007</p> <p>(72) 발명자          선, 셰후이          미국 08085 뉴저지주 스웨데스보로 프레드릭 블러          바드 44          나파, 마리오, 조셉          미국 19711 델라웨어주 네워크 오크릿지 코트 3          리, 원-청          미국 19707 델라웨어주 호케신 호크스 코트 229</p> <p>(74) 대리인          양영준, 양영환, 김영</p>
<p>전체 청구항 수 : 총 10 항</p>	
<b>(54) 1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 제조 방법</b>	

**(57) 요약**

1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 제조 방법이 개시된다. 이 방법은 아미드 용매 및 2,2'-바이피리딘의 존재 하에서 2,2-다이클로로-1,1,1-트라이플루오로에탄을 구리와 반응시키는 단계를 포함한다. 1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 제조 방법이 또한 개시된다. 이 방법은 아미드 용매 및 Cu(I) 염의 존재 하에서 2,2-다이클로로-1,1,1-트라이플루오로에탄을 구리와 반응시키는 단계를 포함한다. 1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 제조 방법이 추가로 개시된다. 이 방법은 아미드 용매, 2,2'-바이피리딘 및 Cu(I) 염의 존재 하에서 2,2-다이클로로-1,1,1-트라이플루오로에탄을 구리와 반응시키는 단계를 포함한다.

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

아미드 용매 및 2,2'-바이피리딘의 존재 하에서 2,2-다이클로로-1,1,1-트라이플루오로에탄을 구리와 반응시키는 단계를 포함하는 1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 제조 방법.

### 청구항 2

아미드 용매 및 Cu(I) 염의 존재 하에서 2,2-다이클로로-1,1,1-트라이플루오로에탄을 구리와 반응시키는 단계를 포함하는 1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 제조 방법.

### 청구항 3

아미드 용매, 2,2'-바이피리딘 및 Cu(I) 염의 존재 하에서 2,2-다이클로로-1,1,1-트라이플루오로에탄을 구리와 반응시키는 단계를 포함하는 1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 제조 방법.

### 청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 아미드 용매는 다이메틸포름아미드, 다이메틸아세트아미드 및 N-메틸피롤리돈으로 이루어진 군으로부터 선택되는 방법.

### 청구항 5

제4항에 있어서, 상기 아미드 용매는 다이메틸포름아미드인 방법.

### 청구항 6

제2항 또는 제3항에 있어서, 상기 Cu(I) 염은 CuCl, CuBr, CuI 및 아세트산구리(I)로 이루어진 군으로부터 선택되는 방법.

### 청구항 7

제6항에 있어서, 상기 Cu(I) 염은 CuCl인 방법.

### 청구항 8

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 아민의 존재 하에서 수행되는 방법.

### 청구항 9

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 약 20℃ 내지 약 150℃의 온도에서 수행되는 방법.

### 청구항 10

제9항에 있어서, 상기 온도는 약 60℃ 내지 약 150℃인 방법.

## 명세서

### 기술분야

[0001] 본 발명은 2,2-다이클로로-1,1,1-트라이플루오로에탄 및 구리를 사용한 1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 생성에 관한 것이다.

### 배경기술

[0002] 플루오로카본 업계는 몬트리올 의정서(Montreal Protocol)의 결과로서 단계적으로 폐지되고 있는 오존을 파괴하는 클로로플루오로카본(CFC) 및 하이드로클로로플루오로카본(HCFC)의 대체 냉매 및 폼 팽창제(foam expansion agent)를 찾기 위해 지난 수 십년 동안 연구해 왔다. 많은 응용을 위한 해결책은 폼 팽창제, 냉매, 용매, 소화제 및 추진제로서의 사용을 위한 하이드로플루오로카본(HFC) 화합물의 상업화였다. 이들 새로운 화합물, 예를 들어 HFC-245fa(1,1,1,3,3-펜타플루오로프로판)는 0의 오존 파괴 지수를 가지며, 따라서 몬트리올 의정서의 결

과로서의 현재 규정에 의한 단계적 폐지에 영향을 받지 않는다.

[0003] HFC는 성층권 오존의 파괴에는 기여하지 않지만, "온실 효과"에의 그들의 기여 - 즉, 그들은 지구 온난화에 기여한다 - 로 인하여 염려스러운 것이다. 지구 온난화에 대한 그들의 기여 결과, HFC는 감시 하에 있게 되었으며, 그들의 광범위한 사용이 또한 미래에는 제한될 수 있다. 따라서, 낮은 오존 파괴 표준뿐만 아니라 낮은 지구 온난화 지수 둘 모두를 충족하는 조성물에 대한 필요성이 있다. 소정 하이드로플루오로올레핀, 예를 들어 1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐(F11E)이 두 가지 목적 모두를 충족하는 것으로 여겨진다.

[0004] 미국 특허 제5,516,951호에서, 아오야마(Aoyama)는 2,2-다이클로로-1,1,1-트라이플루오로에탄(HCFC-123)을 구리 및 아민과 반응시킴으로써 F11E를 제조하는 방법을 개시하였다. 그러나, 수율이 낮다. 문헌[J. Org. Chem. 1997, 62, 1576-1577]에서 수(Xu) 등에 의해 보고된 결과에 따르면, 그러한 방법은 분리하기 어려운  $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{Cl}$  부산물 및 다른 불순물을 생성한다.

## 발명의 내용

### 과제의 해결 수단

[0005] F11E의 제조 방법이 제공되어 있다. 본 방법은 아마이드 용매 및 2,2'-바이피리딘의 존재 하에서 HCFC-123을 구리와 반응시키는 단계를 포함한다.

[0006] F11E의 제조 방법이 또한 제공되어 있다. 본 방법은 아마이드 용매 및 Cu(I) 염의 존재 하에서 HCFC-123을 구리와 반응시키는 단계를 포함한다.

[0007] F11E의 제조 방법이 추가로 제공되어 있다. 본 방법은 아마이드 용매, 2,2'-바이피리딘 및 Cu(I) 염의 존재 하에서 HCFC-123을 구리와 반응시키는 단계를 포함한다.

[0008] 상기의 일반적인 설명 및 하기의 상세한 설명은 단지 예시적이고 설명적이며, 첨부된 특허청구범위에 한정된 바와 같이 본 발명을 제한하지 않는다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0009] 이하에서 설명되는 실시양태의 상세 사항을 다루기 전에, 몇몇 용어를 정의하거나 또는 명확히 하기로 한다.

[0010] F11E는 2개의 배위 이성체 중 하나인 E 또는 Z로서 존재할 수 있다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, F11E는 이성체, E-F11E 또는 Z-F11E뿐만 아니라 그러한 이성체의 임의의 조합 또는 혼합물을 말한다.

[0011] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "포함하다", "포함하는", "함유하다", "함유하는", "갖는다", "갖는"이라는 용어 또는 이들의 임의의 다른 변형은 배타적이지 않은 포함을 커버하고자 한다. 예를 들어, 요소들의 목록을 포함하는 공정, 방법, 용품, 또는 장치는 반드시 그러한 요소만으로 제한되지는 않고, 명확하게 열거되지 않거나 그러한 공정, 방법, 용품, 또는 장치에 내재적인 다른 요소를 포함할 수도 있다. 더욱이, 명백히 반대로 기술되지 않는다면, "또는"은 포괄적인 '또는'을 말하며 배타적인 '또는'을 말하는 것은 아니다. 예를 들어, 조건 A 또는 B는 하기 중 어느 하나에 의해 만족된다: A는 참 (또는 존재함)이고 B는 거짓 (또는 존재하지 않음), A는 거짓 (또는 존재하지 않음)이고 B는 참 (또는 존재함), A 및 B 모두가 참 (또는 존재함).

[0012] 또한, 부정관사("a" 또는 "an")의 사용은 본 명세서에서 설명되는 요소들 및 구성요소들을 설명하기 위해 채용된다. 이는 단지 편의상 그리고 본 발명의 범주의 전반적인 의미를 제공하기 위해 행해진다. 이러한 표현은 하나 또는 적어도 하나를 포함하는 것으로 파악되어야 하며, 단수형은 그 수가 명백하게 단수임을 의미하는 것이 아니라면 복수형을 또한 포함한다.

[0013] 달리 정의되지 않는 한, 본원에서 사용되는 모든 기술적 및 과학적 용어는 본 발명이 속하는 기술 분야의 숙련자에 의해 통상적으로 이해되는 바와 동일한 의미를 갖는다. 본 명세서에서 설명되는 것과 유사하거나 등가인 방법 및 재료가 본 발명의 실시 형태의 실시 또는 시험에서 사용될 수 있지만, 적합한 방법 및 재료가 후술된다. 본 명세서에서 언급되는 모든 간행물, 특허 출원, 특허, 및 다른 참조 문헌은 특정 구절이 인용되지 않으면 전체적으로 참고로 본 명세서에 통합된다. 상충되는 경우에는, 정의를 포함한 본 명세서가 좌우할 것이다. 게다가, 재료, 방법, 및 실시예는 단지 예시적인 것이며 제한하고자 하는 것은 아니다.

[0014] 고수율 및/또는 고선택성을 제공하는 F11E의 제조 방법에 대한 필요성을 인식하여, 발명자들은 여기에서 F11E의 제조 방법을 제공한다. 본 방법은 아마이드 용매 및 2,2'-바이피리딘의 존재 하에서 HCFC-123을 구리와 반응시키

는 단계를 포함한다.

- [0015] HCFC-123은 미국 델라웨어주 소재의 이. 아이. 듀폰 디 네모아 앤드 컴퍼니 인코포레이티드(E. I. du Pont de Nemours and Company incorporated)로부터 구매가능하다.
- [0016] 본 발명에 사용되는 구리는 0가를 갖는 금속 구리이다. 본 발명의 일 실시 형태에서, 구리 분말이 반응에 사용된다.
- [0017] 본 발명에 사용되는 전형적인 아미드 용매에는 다이메틸포름아미드(DMF), 다이메틸아세트아미드, N-메틸피롤리돈 등이 포함된다. 본 발명의 일 실시 형태에서, 아미드 용매는 DMF이다.
- [0018] F11E의 다른 제조 방법이 또한 제공되어 있다. 본 방법은 아미드 용매 및 Cu(I) 염의 존재 하에서 HCFC-123을 구리와 반응시키는 단계를 포함한다.
- [0019] 본 발명에 사용되는 전형적인 Cu(I) 염에는 CuCl, CuBr, CuI, 아세트산구리(I) 등이 포함된다. 본 발명의 일 실시 형태에서, Cu(I) 염은 CuCl이다.
- [0020] 선택적으로, 아민이 또한 반응 혼합물에 존재할 수 있다. 전형적으로, 그러한 아민에는 다이메틸아민, 다이에틸아민, 다이-n-프로필아민, 다이아이소프로필아민, 다이-n-부틸아민 등과 같은 2차 아민; 트라이메틸아민, 트라이에틸아민, 트라이-n-프로필아민, 트라이아이소프로필아민, 트라이-n-부틸아민 등과 같은 3차 아민; 모르폴린, 피페라진, 피페리딘, 피롤리딘 등과 같은 환형 아민이 포함된다.
- [0021] F11E의 제조 방법이 추가로 제공되어 있다. 본 방법은 아미드 용매, 2,2'-바이피리딘 및 Cu(I) 염의 존재 하에서 HCFC-123을 구리와 반응시키는 단계를 포함한다.
- [0022] 많은 태양 및 실시 형태가 전술되었으며, 이들은 단지 예시적이며 제한적이지 않다. 본 명세서를 읽은 후에, 숙련자는 다른 태양 및 실시 형태가 본 발명의 범주로부터 벗어남이 없이 가능성을 이해한다.
- [0023] 실시 형태들 중 임의의 하나 이상의 실시 형태의 다른 특징 및 이득이 하기의 상세한 설명 및 특허청구범위로부터 명백해질 것이다.
- [0024] 반응 공정에 사용되는 온도는 전형적으로 약 20℃ 내지 약 150℃의 범위이다. 본 발명의 일 실시 형태에서, 반응 공정에 사용되는 온도는 약 60℃ 내지 약 150℃의 범위이다.
- [0025] 반응 시간은 중요하지 않으며, 전형적으로 약 0.5시간 내지 약 10시간의 범위이다.
- [0026] 반응에 사용되는 압력은 중요하지 않다. 전형적으로, 반응은 자생 압력(autogenous pressure) 하에서 수행된다.
- [0027] [실시예]
- [0028] 본 명세서에서 설명된 개념은 하기의 실시예에서 추가로 설명될 것이며, 이러한 실시예는 특허청구범위에서 기술되는 본 발명의 범주를 제한하지 않는다.
- [0029] 실시예 1
- [0030] 실시예 1은 2,2'-바이피리딘, CuCl 및 DMF의 존재 하에서의 반응을 보여준다.
- [0031] 실온에서, 80 mL의 피셔 포터(Fisher Porter) 관을 1.85 g(0.029 mol)의 Cu 분말, 2 g(0.013 mol)의 HCFC-123, 0.15 g(0.0015 mol)의 CuCl, 0.3 g(0.0019 mol)의 2,2'-바이피리딘 및 10 mL의 DMF로 충전시켰다. 이 관을 5분 동안 N<sub>2</sub>로 퍼징하고, 이어서 밀봉하였다. 반응 혼합물을 4시간 동안 80℃에서 교반하였다. 관의 압력을 80℃에서 72.4 kPa(10.5 psig)로 증가시켰다. 관을 실온으로 냉각시킨 후, 관의 압력을 31.0 kPa(4.5 psig)까지 강하시켰다. 반응의 종료시에, 관 내의 생성 혼합물의 증기상 및 액체상 둘 모두를 GC-MS에 의해 분석하였다. 분석 결과가 하기 표 1 및 표 2에 GC 면적%의 단위로 주어졌다. GC 면적%가 0.05 미만인 소량의 부산물은 이들 표에 포함시키지 않았다.
- [0032] [표 1]

(증기상)			
E-F11E	Z-F11E	CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>3</sub> Cl	HCFC-123
82.62	13.93	0.18	3.23

[0033]

[0034] [표 2]

(액체상)

E-F11E	Z-F11E	CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>2</sub> Cl	HCFC-123	미지 성분
46.88	49.71	0.65	2.40	0.33

[0035]

[0036] 실시예 2

[0037] 실시예 2는 CuCl 및 DMF의 존재 하에서의 반응을 보여준다.

[0038] 실온에서, 80 ml의 피셔 포트 관을 4 g(0.063 mol)의 Cu 분말, 2 g(0.013 mol)의 HCFC-123, 0.15 g(0.0015 mol)의 CuCl 및 10 ml의 DMF로 충전시켰다. 이 관을 5분 동안 N<sub>2</sub>로 퍼징하고, 이어서 밀봉하였다. 반응 혼합물을 6시간 동안 90℃에서 교반하였다. 관의 압력을 90℃에서 68.9 kPa(10 psig)로 증가시켰다. 관을 실온으로 냉각시킨 후, 관의 압력을 27.6 kPa(4 psig)까지 강하시켰다. 반응의 종료시에, 관 내의 생성 혼합물의 증기상 및 액체상 둘 모두를 GC-MS에 의해 분석하였다. 분석 결과가 하기 표 3 및 표 4에 GC 면적%의 단위로 주어졌다. GC 면적%가 0.05 미만인 소량의 부산물은 이들 표에 포함시키지 않았다.

[0039] [표 3]

(증기상)

E-F11E	Z-F11E	CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>2</sub> Cl	HCFC-123
60.84	10.27	0.09	20.80

[0040]

[0041] [표 4]

(액체상)

E-F11E	Z-F11E	CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>2</sub> Cl	HCFC-123	미지 성분
15.31	16.21	0.10	68.19	0.19

[0042]

[0043] 실시예 3

[0044] 실시예 3은 2,2'-바이피리딘 및 DMF의 존재 하에서의 반응을 보여준다.

[0045] 실온에서, 80 ml의 피셔 포트 관을 3.9 g(0.06 mol)의 Cu 분말, 4 g(0.026 mol)의 HCFC-123, 0.3 g(0.0019 mol)의 2,2'-바이피리딘 및 10 ml의 DMF로 충전시켰다. 이 관을 5분 동안 N<sub>2</sub>로 퍼징하고, 이어서 밀봉하였다. 반응 혼합물을 4시간 동안 80℃에서 교반하였다. 관의 압력을 80℃에서 106.9 kPa(15.5 psig)로 증가시켰다. 관을 실온으로 냉각시킨 후, 관의 압력을 37.9 kPa(5.5 psig)까지 강하시켰다. 반응의 종료시에, 관 내의 생성 혼합물의 증기상 및 액체상 둘 모두를 GC-MS에 의해 분석하였다. 분석 결과가 하기 표 5 및 표 6에 GC 면적%의 단위로 주어졌다. GC 면적%가 0.05 미만인 소량의 부산물은 이들 표에 포함시키지 않았다.

[0046] [표 5]

(증기상)

E-F11E	Z-F11E	CF <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>2</sub> Cl	HCFC-123
81.79	13.67	0.13	0.16	4.21

[0047]

[0048] [표 6]

(액체상)

E-F11E	Z-F11E	CF <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CF <sub>3</sub>	CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>2</sub> Cl	HCFC-123	미지 성분
44.44	45.69	0.15	0.36	8.88	0.46

[0049]

[0050] 실시예 4

[0051] 실시예 4는 다이-n-부틸아민, CuCl 및 DMF의 존재 하에서의 반응을 보여준다.

[0052] 실온에서, 80 ml의 피셔 포트 관을 1.85 g(0.029 mol)의 Cu 분말, 2 g(0.013 mol)의 HCFC-123, 0.15 g(0.0015 mol)의 CuCl, 3 g(0.023 mol)의 다이-n-부틸아민 및 10 ml의 DMF로 충전시켰다. 이 관을 5분 동안 N<sub>2</sub>로 퍼징하고, 이어서 밀봉하였다. 반응 혼합물을 6시간 동안 80℃에서 교반하였다. 관의 압력을 80℃에서 68.9 kPa(10 psig)로 증가시켰다. 관을 실온으로 냉각시킨 후, 관의 압력을 27.6 kPa(4 psig)까지 강하시켰다. 반응의 종료시에, 관 내의 생성 혼합물의 증기상 및 액체상 둘 모두를 GC-MS에 의해 분석하였다. 분석 결과가 하기 표 7 및 표 8에 GC 면적%의 단위로 주어졌다. GC 면적%가 0.05 미만인 소량의 부산물은 이들 표에 포함시키지 않았다.

[0053] [표 7]

(증기상)

$\text{CF}_2=\text{CH}_2$	1.77
$\text{CF}_3\text{CH}_3$	0.07
$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CF}_3$	0.16
$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{Cl}$	1.01
E-F11E	77.73
Z-F11E	12.77
$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHCF}_2\text{Cl}$	0.21
HCFC-123	3.47
미지 성분	2.68

[0054]

[0055] [표 8]

(액체상)

$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CF}_3$	0.21
$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{Cl}$	3.10
E-F11E	34.07
Z-F11E	41.26
$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHCF}_2\text{Cl}$	0.51
$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHCF}_2\text{H}$	0.47
HCFC-123	13.99
미지 성분	6.39

[0056]

[0057] 실시예 5(비교용)

[0058] 실시예 5는 다이-n-부틸아민 및 CuCl의 존재 하에서의 반응을 보여준다.

[0059] 실온에서, 80 ml의 피셔 포트 관을 1.85 g(0.029 mol)의 Cu 분말, 2 g(0.013 mol)의 HCFC-123, 0.2 g(0.002 mol)의 CuCl 및 10 g(0.08 mol)의 다이-n-부틸아민으로 충전시켰다. 이 관을 5분 동안  $\text{N}_2$ 로 퍼징하고, 이어서 밀봉하였다. 반응 혼합물을 6.5시간 동안 40 내지 80°C에서 교반하였다. 관의 압력을 80°C에서 75.8 kPa(11 psig)로 증가시켰다. 관을 실온으로 냉각시킨 후, 관의 압력을 27.6 kPa(4 psig)까지 강하시켰다. 반응 혼합물은 또한 냉각시 고형물로 변화하였다. 10 ml의 DMF를 고형물 내로 첨가하였으며, 고형물 물질의 약 절반이 용해되었다. 관 내의 생성 혼합물의 증기상 및 액체상 둘 모두를 GC-MS에 의해 분석하였다. 분석 결과가 하기 표 9 및 표 10에 GC 면적%의 단위로 주어졌다. GC 면적%가 0.05 미만인 소량의 부산물은 이들 표에 포함시키지 않았다.

[0060] [표 9]

(증기상)

$\text{CF}_2=\text{CH}_2$	5.53
$\text{CF}_3\text{CH}_3$	0.07
$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{Cl}$	1.29
$\text{C}_4\text{H}_9\text{F}_4$	0.48
$\text{CF}_3(\text{CH}_3)\text{C}=\text{CF}_2$	1.05
E-F11E	76.73
Z-F11E	11.82
$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHCF}_2\text{H}$	0.49
HCFC-123	0.14
미지 성분	2.63

[0061]

[0062] [표 10]

(액체상)

$\text{CF}_3(\text{CH}_3)\text{C}=\text{CF}_2$	0.92
E-F11E	35.71
$\text{C}_4\text{H}_9\text{F}_4$	0.27
Z-F11E	36.15
$\text{CF}_3\text{CH}=\text{CHCF}_2\text{H}$	1.77
HCFC-123	2.43
$\text{CF}_3\text{CH}=\text{NC}_4\text{H}_9$	14.26
미지 성분	11.10

[0063]

[0064] 실시예 6(비교용)

[0065] 실시예 6은 다이에틸아민의 존재 하에서의 반응을 보여준다.

[0066] 실온에서, 80 ml의 피셔 포트 관을 1.85 g(0.029 mol)의 Cu 분말, 2 g(0.013 mol)의 HCFC-123 및 3 g(0.04 mol)의 다이에틸아민으로 충전시켰다. 이 관을 5분 동안  $\text{N}_2$ 로 퍼징하고, 이어서 밀봉하였다. 반응 혼합물을 실온에서 64시간 동안 교반하였다. 관의 압력을 20.7 kPa(3 psig)로부터 34.5 kPa(5 psig)로 증가시켰다. 반응 혼합물은

중료시에 고형물로 변화였다. 10 ml의 DMF를 고형물 내로 첨가하였으며, 고형물 물질의 약 절반이 용해되었다. 관 내의 생성 혼합물의 증기상 및 액체상 둘 모두를 GC-MS에 의해 분석하였다. 분석 결과가 하기 표 11 및 표 12에 GC 면적%의 단위로 주어졌다. GC 면적%가 0.05 미만인 소량의 부산물은 이들 표에 포함시키지 않았다.

[표 11]

(증기상)

CF <sub>2</sub> =CH <sub>2</sub>	8.60
CF <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> Cl	0.56
C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> F <sub>4</sub>	1.74
CF <sub>3</sub> (CH <sub>3</sub> )C=CF <sub>2</sub>	5.11
E-F11E	65.26
Z-F11E	10.25
CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>2</sub> H	1.58
HCFC-123	2.73
CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>2</sub> Cl	1.58
미지 성분	3.85

[표 12]

(액체상)

CF <sub>3</sub> (CH <sub>3</sub> )C=CF <sub>2</sub>	1.92
E-F11E	8.92
CF <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> Cl	0.75
C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> F <sub>4</sub>	0.19
Z-F11E	26.23
CF <sub>3</sub> CH=CHCF <sub>2</sub> H	4.91
HCFC-123	10.63
미지 성분	46.46

상기 명세서에서, 개념들이 특정 실시 형태를 참조하여 설명되었다. 그러나, 당업자는 아래의 특허청구범위에 서 설명되는 바와 같은 본 발명의 범주로부터 벗어남이 없이 다양한 변형 및 변경이 이루어질 수 있음을 이해한다. 따라서, 명세서 및 도면은 제한적이라기보다 예증적인 의미로 간주되어야 하며, 그러한 모든 변형은 본 발명의 범주 내에 포함시키고자 한다.

이득, 다른 이점, 및 문제에 대한 해결책이 특정 실시 형태에 관해 전술되었다. 그러나, 이득, 이점, 문제에 대한 해결책, 그리고 임의의 이득, 이점, 또는 해결책을 발생시키거나 더 명확해지게 할 수 있는 임의의 특징부(들)는 임의의 또는 모든 특허청구범위의 매우 중요하거나, 요구되거나, 필수적인 특징부로서 해석되어서는 안 된다.

소정 특징부가 명확함을 위해 별개의 실시 형태들과 관련하여 본 명세서에서 설명되고, 단일 실시 형태와 조합하여 또한 제공될 수 있다는 것을 이해하여야 한다. 역으로, 간략함을 위해 단일 실시예와 관련하여 설명된 여러 특징부들은 별개로 또는 임의의 하위 조합으로 또한 제공될 수 있다. 아울러, 범위로 기재된 값의 참조는 그 범위 내의 각각의 모든 값을 포함한다.