

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 064 628

21 N° d'enregistrement national : 17 52581

51 Int Cl⁸ : C 07 C 17/20 (2017.01), C 07 C 17/25, 17/383, 17/38, 21/18

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 28.03.17.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 05.10.18 Bulletin 18/40.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : ARKEMA FRANCE Société anonyme — FR.

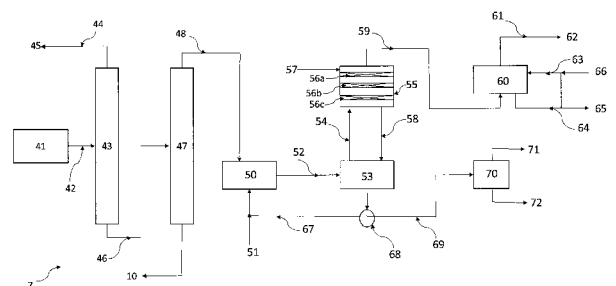
72 Inventeur(s) : DEUR-BERT DOMINIQUE et WENDLINGER LAURENT.

73 Titulaire(s) : ARKEMA FRANCE Société anonyme.

74 Mandataire(s) : ARKEMA FRANCE Société anonyme.

54 PROCÉDE DE PRODUCTION ET DE PURIFICATION DU 2,3,3,3-TÉTRAFLUOROPROPÈNE.

57 L'invention se réfère à un procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène mis en oeuvre à partir d'une composition de départ comprenant les étapes de mise en contact, en présence d'un catalyseur, de la composition de départ avec HF pour produire une composition A comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), des produits intermédiaires B consistant en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), et des produits secondaires C consistant en E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa); récupération de ladite composition A et purification de celle-ci pour former et récupérer un premier courant gazeux G1 comprenant HCl, 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie du HF n'ayant pas réagi, une partie des produits intermédiaires B et une partie des produits secondaires C; et un courant, de préférence liquide, L1 comprenant une partie du HF n'ayant pas réagi, une partie des produits intermédiaires B et une partie des produits secondaires C.



FR 3 064 628 - A1



Procédé de production et de purification du 2,3,3,3-tétrafluoropropène

Domaine technique de l'invention

L'invention se rapporte à un procédé de purification du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène.
5 En outre, l'invention se rapporte également à un procédé de production et de purification du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène.

Arrière-plan technologique de l'invention

Les hydrofluorocarbures (HFC) et en particulier les hydrofluorooléfines (HFOs), telles
10 que le 2,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (HFO-1234yf) sont des composés connus pour leurs propriétés de réfrigérants et fluides caloporteurs, extinctrices, propulseurs, agents moussants, agents gonflants, diélectriques gazeux, milieu de polymérisation ou monomère, fluides supports, agents pour abrasifs, agents de séchage et fluides pour unité de production d'énergie. Les HFO ont été identifiés comme des alternatives souhaitables au HCFC du fait de leurs faibles
15 valeurs d'ODP (Ozone Depletion Potential ou potentiel d'appauvrissement de la couche d'ozone) et de GWP (Global Warming Potential ou potentiel de réchauffement climatique).

La plupart des procédés de fabrication des hydrofluorooléfines font appel à une réaction de fluoration et/ou de dehydrohalogénéation. Ce type de réaction est effectué en phase gazeuse et génère des impuretés qu'il faut par conséquent éliminer pour obtenir le composé désiré dans
20 un degré de pureté suffisant pour les applications visées.

Par exemple, dans le cadre de la production de 2,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (HFO-1234yf), la présence d'impuretés telles que le trans-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zd), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze) et le 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) sont observées. Ces impuretés sont des isomères des composés principaux visant à être obtenues
25 par le procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoro-1-propène outre ce dernier, i.e. 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb). Compte tenu des points d'ébullition respectifs du trans-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zd), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze) et le 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa), ceux-ci peuvent s'accumuler dans la boucle réactionnelle et ainsi empêcher la formation des produits
30 d'intérêt.

La purification de ce type de mélange réactionnel peut être effectuée par différentes techniques connues de l'art antérieur, telles que par exemple la distillation. Cependant lorsque les composés à purifier ont des points d'ébullition trop proches ou lorsque ceux-ci forment des

compositions azéotropes ou quasi-azéotropes, la distillation n'est pas un procédé efficace. Des procédés de distillation extractive ont ainsi été décrits.

On connaît par EP 0 864 554 un procédé de purification d'un mélange comprenant 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) et 1-chloro-3,3,3-trifluoro-trans-1-propène (1233zd) par
5 distillation en présence d'un solvant ayant un point d'ébullition supérieur à celui de 1-chloro-3,3,3-trifluoro-trans-1-propène.

On connaît par WO 03/068716 un procédé de récupération de pentafluoroéthane à partir d'un mélange comprenant du pentafluoroéthane et du chloropentafluoroéthane par distillation en présence d'hexafluoropropène.

10 On connaît aussi par WO 98/19982 un procédé de purification du 1,1-difluoroéthane par distillation extractive. Le procédé consiste à mettre en contact un agent d'extraction avec un mélange de 1,1-difluoroéthane et de chlorure de vinyle. L'agent d'extraction est choisi parmi les hydrocarbures, les alcools, les chlorocarbures ayant un point d'ébullition compris entre 10°C et 120°C. Comme mentionné par WO 98/19982, la sélection de l'agent d'extraction peut s'avérer
15 complexe en fonction des produits à séparer.

On connaît par WO 2013/088195 un procédé de préparation de 2,3,3,3-tetrafluoropropène à partir de 1,1,1,2,3-pentachloropropane et/ou 1,1,2,2,3-pentachloropropane. Il existe donc toujours un besoin pour la mise en œuvre d'un procédé particulier de purification du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène.

20

Résumé de l'invention

Dans un procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène, le choix de conditions opérationnelles particulières peut favoriser la présence de certaines impuretés ou d'isomères de celles-ci. La présence d'impuretés telles que 1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze) peut
25 être observée tout comme celle de 1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zd) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa). Ces impuretés peuvent provenir de réactions secondaires induites par des composés produits intermédiairement pendant la production du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène, et peuvent présenter des propriétés physiques telles que leur élimination peut s'avérer complexe. La présente invention permet notamment la production de 2,3,3,3-
30 tetrafluoro-1-propène avec une pureté améliorée.

Selon un premier aspect, l'invention fournit un procédé de production et de purification du 2,3,3,3-tetrafluoropropène (1234yf) mis en œuvre à partir d'une composition de départ comprenant au moins un composé de formule (I) $\text{CH}_{(n+2)}(\text{X})_m\text{-CH}_p(\text{X})_{(n+1)}\text{-CX}_{(3+p-m)}$ où X représente

indépendamment F ou Cl ; n, m, p sont indépendamment les uns des autres 0 ou 1 avec $(n+m) = 0$ ou 1, $(n+p) = 0$ ou 1 et $(m-p) = 0$ ou 1, au moins un X étant Cl,; ledit procédé comprenant les étapes de :

- 5 a) mise en contact, en présence d'un catalyseur, de la composition de départ avec HF pour produire une composition **A** comprenant HCl, une partie du HF n'ayant pas réagi, 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), des produits intermédiaires **B** consistant en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), et des produits secondaires **C** consistant en E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa);
- 10 b) récupération de ladite composition **A** et purification, de préférence distillation, de celle-ci pour former et récupérer un premier courant gazeux **G1** comprenant HCl, 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie du HF n'ayant pas réagi, une partie des produits intermédiaires **B** et une partie des produits secondaires **C**; et un
- 15 courant, de préférence liquide, **L1** comprenant une partie du HF n'ayant pas réagi, une partie des produits intermédiaires **B** et une partie des produits secondaires **C**; caractérisé en ce que ledit premier courant gazeux **G1** purifié par les étapes suivantes :
- b1) distillation du courant gazeux **G1** pour récupérer un courant **G1a** comprenant du HCl, avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **G1b** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie du HF n'ayant pas réagi, ladite une partie des produits
- 20 intermédiaires **B** et ladite une partie des produits secondaires **C**, avantageusement en bas de colonne de distillation, de préférence le courant **G1b** est liquide ;
- b2) distillation dudit courant **G1b** obtenu à l'étape b1) pour former un courant **G1c** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie dudit HF n'ayant pas réagi, une
- 25 portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**, avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **G1d** comprenant une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**, avantageusement en bas de colonne de distillation, de préférence le courant **G1d** est recyclé à l'étape a), en particulier le courant **G1d** est liquide ;
- 30 b3) mise en contact du courant **G1c** avec une solution aqueuse d'acide fluorhydrique de concentration supérieure à 40% pour former un courant **G1c'** diphasique comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), de l'acide fluorhydrique, une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**,

b4) stockage dudit courant **G1c'** diphasique dans un réservoir tampon, ledit second courant diphasique étant constitué d'une phase liquide et d'une phase gazeuse,

b5) passage de ladite phase gazeuse dudit courant **G1c'** dans une colonne d'absorption alimentée à contre-courant par un flux aqueux pour former un courant **G1c''** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une
5 portion de ladite partie des produits secondaires **C** et un courant **G1c'''** comprenant HF, avantageusement le courant **G1c'''** est liquide.

Selon un mode de réalisation préféré le procédé comprend également les étapes :

b6) neutralisation dudit courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) par une solution aqueuse
10 alcaline pour former un courant neutralisé, et

b7) séchage dudit courant neutralisé obtenu à l'étape b6), de préférence sur tamis moléculaire, pour former un courant neutralisé et séché **G1c''''**.

Selon un mode de réalisation préféré, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisé à l'étape b3) est à une température comprise entre 0 à 30°C avant sa mise en contact avec le
15 courant **G1c**.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant diphasique consiste en une phase gazeuse comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C** et une phase liquide comprenant de l'acide fluorhydrique et moins de 5% en poids de composés organiques
20 sélectionnés parmi le groupe consistant en 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C** sur base du poids total de ladite phase liquide.

Selon un mode de réalisation préféré, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit courant **G1c'** et du courant **G1c'''** est distillée pour former un courant **G2c**,
25 de préférence en tête de colonne de distillation, comprenant de l'acide fluorhydrique contenant moins de 500 ppm d'eau et un courant **G3c**, de préférence en pied de colonne de distillation, comprenant de l'acide fluorhydrique sous forme d'une solution aqueuse de concentration inférieure à 50% en poids.

Selon un mode de réalisation préféré, le courant **G1c''** ou le courant **G1c''''** comprend
30 moins de 5% en poids d'acide fluorhydrique sur base du poids total dudit courant **G1c''** ou dudit courant **G1c''''**.

Selon un mode de réalisation préféré, le procédé comprend une étape c), subséquente à l'étape b5) ou à l'étape b7), dans laquelle le courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) ou le courant

G1c''' obtenu à l'étape b7) comprend 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) ; et ledit courant **G1c''** ou **G1c'''** est distillé pour former un courant **G1e** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) et un courant **G1f** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), avantageusement le courant **G1f** obtenu à l'étape c) est séparé par distillation extractive.

Selon un autre mode de réalisation préféré, le procédé comprend une étape c), subséquente à l'étape b5) ou à l'étape b7), dans laquelle le courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) ou le courant **G1c'''** obtenu à l'étape b7) comprend 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) ; et ledit courant **G1c''** ou **G1c'''** est distillé pour former un courant **G1e'** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et un courant **G1f'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), avantageusement le courant **G1c''** ou **G1c'''** est distillé par distillation extractive.

De préférence, le courant **G1c''** ou **G1c'''** est distillé par distillation extractive suivant les étapes :

c1') mise en contact dudit courant **G1c''** ou **G1c'''** avec un agent d'extraction organique pour former un courant **G1g'**, et

c2') distillation extractive du courant **G1g'** pour former le flux **G1e'** comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène (1234yf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), avantageusement en tête de colonne de distillation, et le courant **G1h'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et ledit agent d'extraction organique, avantageusement en bas de colonne de distillation, de préférence le courant **G1h'** est liquide.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant liquide **L1** comprend une partie des produits intermédiaires **B** et tout ou partie des produits secondaires **C**, et une partie du courant liquide **L1** est porté à basse température, avantageusement entre -50°C et 20°C, pour former une première phase **L1a** comprenant une partie du HF n'ayant pas réagi et une seconde phase **L1b** comprenant lesdits produits intermédiaires **B** et lesdits produits secondaires **C** ; optionnellement ou non, ledit courant **G1d** formé à l'étape b2) est mélangé au courant liquide **L1** avant que ce dernier soit porté à basse température, avantageusement ladite première phase **L1a** est recyclée à l'étape a).

Selon un mode de réalisation préféré, ladite seconde phase **L1b** est distillée pour récupérer un courant **L1c** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **L1d** comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf), E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) ; avantageusement en bas de colonne de distillation, avantageusement ledit courant **L1c** est recyclé à l'étape a).

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **L1d** est séparé pour former un flux comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf) et un courant comprenant E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa), avantageusement la séparation dudit courant **L1d** est effectuée par distillation extractive.

Brève description des dessins

La figure 1 représente schématiquement un dispositif mettant en œuvre un procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention.

Les figures 2 et 3 représentent schématiquement un dispositif mettant en œuvre la purification du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène selon un autre mode de réalisation particulier de la présente invention.

La figure 4 représente schématiquement une partie du dispositif de purification du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention.

Description détaillée de l'invention

La présente invention permet la production et la purification du 2,3,3,3-tetrafluoropropène (1234yf). Selon un premier aspect de la présente invention, un procédé de production et de purification du 2,3,3,3-tetrafluoropropène (1234yf) est fourni. Ledit procédé est mis en œuvre à partir d'une composition de départ comprenant au moins un composé de formule $\text{CH}_{(n+2)}(\text{X})_m\text{-CH}_p(\text{X})_{(n+1)}\text{-CX}_{(3+p-m)}$ où X représente indépendamment F ou Cl ; n, m, p sont indépendamment les uns des autres 0 ou 1 avec $(n+m) = 0$ ou 1, $(n+p) = 0$ ou 1 et $(m-p) = 0$ ou 1, au moins un X étant Cl.

De préférence, ledit procédé comprend l'étape a) de mise en contact, en présence d'un catalyseur, de la composition de départ avec HF pour produire une composition **A** comprenant HCl, une partie du HF n'ayant pas réagi, 2,3,3,3-tetrafluoropropène (1234yf), des produits intermédiaires **B** consistant en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf), 1,1,1,2,2-

pentafluoropropane (245cb), et des produits secondaires **C** consistant en E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa);

De préférence, la purification de ladite composition **A** effectuée à l'étape b) comprend
5 la distillation de ladite composition **A** pour récupérer en tête de colonne de distillation un courant gazeux **G1** comprenant HCl et 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf); et en bas de colonne de distillation un courant liquide **L1** comprenant ladite une partie du HF. Tout ou partie des produits intermédiaires **B** et tout ou partie des produits secondaires **C** peuvent être contenus dans ledit courant gazeux **G1** et/ou dans ledit courant liquide **L1**.

10 De préférence, tout ou partie du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) peut être contenu dans ledit courant gazeux **G1**. Tout ou partie du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1**.

De préférence, tout ou partie du trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) peut être contenu dans ledit courant gazeux **G1**. Tout ou partie du trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-
15 propène (1234zeE) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1**.

De préférence, tout ou partie du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf) peut être contenu dans ledit courant gazeux **G1**. Tout ou partie du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1**. De manière privilégiée, le 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf) est contenu dans ledit courant liquide **L1**,
20 avantageusement au moins 50%, au moins 60%, au moins 70%, au moins 75%, au moins 80%, au moins 85% ou au moins 90% du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf) est contenu dans ledit courant liquide **L1** par rapport audit courant gazeux **G1**.

De préférence, tout ou partie du E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) peut être contenu dans ledit courant gazeux **G1**. Tout ou partie du E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-
25 propène (1233zdE) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1**. De manière privilégiée, le E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) est contenu dans ledit courant liquide **L1**, avantageusement au moins 50%, au moins 60%, au moins 70%, au moins 75%, au moins 80%, au moins 85%, au moins 90% ou au moins 95% du 1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zd) est contenu dans ledit courant liquide **L1** par rapport audit courant gazeux **G1**.

30 De préférence, tout ou partie du 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) peut être contenu dans ledit courant gazeux **G1**. Tout ou partie du 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1**. De manière privilégiée, le 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) est contenu dans ledit courant liquide **L1**, avantageusement au

moins 50%, au moins 60%, au moins 70%, au moins 75%, au moins 80%, au moins 85%, au moins 90% ou au moins 95% du 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) est contenu dans ledit courant liquide **L1** par rapport audit courant gazeux **G1**.

En particulier, la récupération de ladite composition **A** et sa purification, de préférence
5 par distillation, permet de former et de récupérer un premier courant gazeux **G1** comprenant HCl, 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie du HF n'ayant pas réagi, une partie des produits intermédiaires **B** et une partie des produits secondaires **C** ; et un courant, de préférence liquide, **L1** comprenant une partie du HF n'ayant pas réagi, une partie des produits intermédiaires **B** et une partie des produits secondaires **C**.

10 Selon un mode de réalisation préféré, ledit premier courant est un courant gazeux **G1** purifié par les étapes suivantes :

b1) distillation du courant gazeux **G1** pour récupérer un courant **G1a** comprenant du HCl, avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **G1b** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie du HF n'ayant pas réagi, ladite une partie des produits
15 intermédiaires **B** et ladite une partie des produits secondaires **C**, avantageusement en bas de colonne de distillation, de préférence le courant **G1b** est liquide ;

b2) distillation dudit courant **G1b** obtenu à l'étape b1) pour former un courant **G1c** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie dudit HF n'ayant pas réagi, une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits
20 secondaires **C**, avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **G1d** comprenant une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**, avantageusement en bas de colonne de distillation, de préférence le courant **G1d** est recyclé à l'étape a), de préférence le courant **G1d** est liquide ;

b3) mise en contact du courant **G1c** avec une solution aqueuse d'acide fluorhydrique de
25 concentration supérieure à 40% pour former un courant **G1c'** diphasique comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), de l'acide fluorhydrique, une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**,

b4) stockage dudit courant **G1c'** diphasique dans un réservoir tampon, ledit second courant diphasique étant constitué d'une phase liquide et d'une phase gazeuse,

30 b5) passage de ladite phase gazeuse dudit courant **G1c'** dans une colonne d'absorption alimentée à contre-courant par un flux aqueux pour former un courant **G1c''** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C** et un courant **G1c'''** comprenant HF.

De préférence, le courant **G1c** formé à l'étape b2) peut comprendre 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et 1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze). De préférence, le courant **G1d** formé à l'étape b2) peut comprendre 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf) et optionnellement ou non E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa). En particulier, la teneur en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) est plus importante dans le courant **G1d** que dans le courant **G1c**. Le courant **G1d** peut contenir 55%, 60%, 65%, 70%, 75%, 78% ou 80% du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) sur base de la teneur totale en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) dans le courant **G1d** et **G1c**.

Le courant **G1d** peut être recyclé à l'étape a) du présent procédé.

De préférence, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisée à l'étape b3) est de concentration supérieure à 40% en poids. En particulier, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique est de concentration supérieure à 41%, 42%, 43%, 44%, 45%, 46%, 47%, 48%, 49%, 50%, 51%, 52%, 53%, 54%, 55%, 56%, 57%, 58%, 59%, 60%, 61%, 62%, 63%, 64%, 65%, 66%, 67%, 68%, 69%, 70%, 71%, 72%, 73%, 74%, 75%, 76%, 77%, 78%, 79%, 80%, 81%, 82%, 83%, 84%, 85%, 86%, 87%, 88%, 89%, 90%, 91%, 92%, 93%, 94% ou 95% en poids. Plus particulièrement, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique est de concentration supérieure ou égale à 50% en poids, ou supérieure ou égale 60% en poids ou supérieure ou égale à 70% en poids.

Plus particulièrement, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisée à l'étape b3) peut être comprise entre l'une quelconque des valeurs mentionnées ci-dessus. Ainsi, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique peut être comprise entre 45% et 95% en poids, entre 50% et 90% en poids, entre 55% et 85% en poids, entre 60% en poids et 80% en poids ou entre 65% en poids et 75% en poids.

Selon un mode de réalisation préféré le procédé comprend également les étapes :

b6) neutralisation dudit courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) par une solution aqueuse alcaline pour former un courant neutralisé, et

b7) séchage dudit courant neutralisé obtenu à l'étape b6) sur tamis moléculaire pour former un courant neutralisé et séché **G1c'''**.

De préférence, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisé à l'étape b3) est à une température comprise entre -20°C à 80°C avant sa mise en contact avec le courant **G1c**, avantageusement entre -15°C et 70°C, de préférence entre -10°C et 60°C, plus

préférentiellement entre -5°C et 50°C, en particulier entre -5°C et 40°C, plus particulièrement entre 0°C et 30°C. Ainsi, dans un mode de réalisation particulièrement préféré, la température de la solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisé à l'étape b3), avant sa mise en contact avec le courant **G1c**, peut être de 0°C, 1°C, 2°C, 3°C, 4°C, 5°C, 6°C, 7°C, 8°C, 9°C, 10°C, 11°C, 12°C, 13°C, 14°C, 15°C, 16°C, 17°C, 18°C, 19°C, 20°C, 21°C, 22°C, 23°C, 24°C, 25°C, 26°C, 27°C, 28°C, 29°C ou 30°C. La mise en œuvre de ladite solution aqueuse d'acide fluorhydrique aux températures mentionnées ci-dessus a pour but de contrôler l'exothermicité survenant lors de la mise en contact de celle-ci avec le courant **G1c**.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant diphasique consiste en une phase gazeuse comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**. La phase gazeuse peut éventuellement comprendre des traces d'acide fluorhydrique. Dans ce cas, la teneur en acide fluorhydrique dans ladite phase gazeuse dudit courant diphasique est inférieure à 5% en poids sur base du poids total de ladite phase gazeuse, en particulier inférieure à 2% en poids sur base du poids total de ladite phase gazeuse, plus particulièrement inférieure à 1% en poids sur base du poids total de ladite phase gazeuse. La phase liquide dudit courant diphasique comprend de l'acide fluorhydrique. La phase liquide dudit courant diphasique peut également comprendre moins de 5% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide de composés organiques sélectionnés parmi le groupe consistant en 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**; de préférence moins de 1% en poids, en particulier moins de 5000 ppm, plus particulièrement moins de 1000 ppm, de manière privilégiée moins de 500 ppm, de manière particulièrement privilégiée inférieure à 100 ppm de composés organiques sélectionnés parmi le groupe consistant en 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C** sur base du poids total de ladite phase liquide.

De préférence, la concentration en acide fluorhydrique dans ladite phase liquide dudit second courant diphasique est supérieure à la concentration de ladite solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisée à l'étape b3). Ladite phase liquide dudit second courant diphasique peut avoir une concentration en acide fluorhydrique supérieure à 41% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide dudit second courant diphasique. Avantagusement, ladite phase liquide dudit second courant diphasique peut avoir une concentration en acide fluorhydrique supérieure à 42%, 43%, 44%, 45%, 46%, 47%, 48%, 49%, 50%, 51%, 52%, 53%, 54%, 55%, 56%,

57%, 58%, 59%, 60%, 61%, 62%, 63%, 64%, 65%, 66%, 67%, 68%, 69%, 70%, 71%, 72%, 73%, 74%, 75%, 76%, 77%, 78%, 79%, 80%, 81%, 82%, 83%, 84%, 85%, 86%, 87%, 88%, 89%, 90%, 91%, 92%, 93%, 94% ou 95% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide dudit second courant diphasique. De préférence, ladite phase liquide dudit second courant diphasique peut
 5 avoir une concentration en acide fluorhydrique comprise entre 45% et 95% en poids, entre 50% et 90% en poids, entre 55% et 85% en poids, entre 60% en poids et 80% en poids ou entre 65% en poids et 75% en poids tout en étant supérieure à la concentration de ladite solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisée à l'étape b3).

Comme mentionné ci-dessus, l'étape b4) du procédé selon la présente invention met en
 10 œuvre le stockage dudit second courant diphasique dans un réservoir tampon, ledit second courant diphasique étant constitué de ladite phase liquide et de ladite phase gazeuse telle que décrit ci-dessus.

Comme mentionné ci-dessus, l'étape b5) du procédé selon la présente invention met en
 œuvre, le passage de ladite phase gazeuse dudit second courant diphasique dans une colonne
 15 d'absorption alimentée à contre-courant par un flux aqueux pour former un courant **G1c''** comprenant le composé **A** et un courant **G1c'''** comprenant l'acide fluorhydrique.

De préférence, le débit du flux aqueux utilisé à l'étape b5) est déterminé en fonction de la quantité d'acide fluorhydrique contenue dans ledit courant **G1c**. Ainsi, le rapport entre le débit du flux aqueux exprimé en kg/h alimentant la colonne d'absorption à l'étape b5) et la
 20 quantité d'acide fluorhydrique dans ledit courant **G1c** exprimée en kg/h est compris entre 0,05 et 1,22. Avantagusement, le rapport entre le débit du flux aqueux alimentant la colonne d'absorption à l'étape b5) et la quantité d'acide fluorhydrique dans ledit courant **G1c** exprimée en kg/h peut être compris entre 0,11 et 1,00, de préférence entre 0,18 et 0,82, plus préférentiellement entre 0,25 et 0,67, en particulier entre 0,33 et 0,54. Ainsi le rapport entre le
 25 débit du flux aqueux alimentant la colonne d'absorption à l'étape b5) et la quantité d'acide fluorhydrique dans ledit courant **G1c** exprimée en kg/h peut être de 0,25, 0,26, 0,27, 0,28, 0,29, 0,30, 0,31, 0,32, 0,33, 0,34, 0,35, 0,36, 0,37, 0,38, 0,39, 0,40, 0,41, 0,42, 0,43, 0,44, 0,45, 0,46, 0,47, 0,48, 0,49, 0,50, 0,51, 0,52, 0,53, 0,54, 0,55, 0,56, 0,57, 0,58, 0,59, 0,60, 0,61, 0,62, 0,63, 0,64, 0,65, 0,66, 0,67, 0,68, 0,69 ou 0,70. Un courant aqueux supplémentaire correspondant à
 30 la fraction d'eau vaporisée en tête de ladite colonne d'absorption peut également alimenter ladite colonne. Le flux aqueux tel que décrit ci-dessus est différent dudit courant aqueux supplémentaire lié à la fraction d'eau vaporisée en tête de la colonne et ne l'englobe pas.

Selon un mode de réalisation préféré, ladite colonne d'absorption mise en œuvre à l'étape b5) comprend au moins un étage d'absorption. Avantagement, ladite colonne d'absorption mise en œuvre à l'étape b5) comprend au moins deux étages d'absorption. De préférence, ladite colonne d'absorption mise en œuvre à l'étape b5) comprend au moins trois
5 étages d'absorption. Ladite colonne d'absorption mise en œuvre à l'étape b5) peut ainsi comprendre deux, trois, quatre, cinq, six, sept, huit, neuf, dix, onze, douze, treize, quatorze ou quinze étages d'absorption.

La mise en œuvre d'une colonne d'absorption ayant au moins un étage d'absorption, avantagement au moins deux étages d'absorption, de préférence au moins trois étages
10 d'absorption, permet d'obtenir un courant **G1c''** ayant une faible teneur en acide fluorhydrique. Avantagement, ledit courant **G1c''** comprend moins de 1000 ppm d'acide fluorhydrique en poids sur base du poids total dudit courant **G1c''**, de préférence moins de 900 ppm d'acide fluorhydrique, plus préférentiellement moins de 800 ppm d'acide fluorhydrique, en particulier moins de 700 ppm d'acide fluorhydrique, plus particulièrement moins de 600 ppm d'acide
15 fluorhydrique, de manière privilégiée moins de 500 ppm d'acide fluorhydrique, de manière encore plus privilégiée moins de 400 ppm d'acide fluorhydrique, de manière préférentiellement privilégiée moins de 300 ppm d'acide fluorhydrique, de manière particulièrement privilégiée moins de 200 ppm d'acide fluorhydrique, de manière plus particulièrement privilégiée moins de 100 ppm d'acide fluorhydrique. Ainsi, ledit courant **G1c''** peut avoir une teneur en acide
20 fluorhydrique comprise entre 1 et 200 ppm, entre 5 et 190 ppm, entre 10 et 180 ppm, entre 15 et 170 ppm, entre 20 et 160 ppm, entre 25 et 150 ppm ou entre 30 et 140 ppm en poids sur base du poids total dudit courant **G1c''**.

De préférence, au moins 80% en poids de l'acide fluorhydrique éventuellement présent dans ladite phase gazeuse dudit second courant diphasique est absorbé par le premier étage
25 d'absorption de ladite colonne d'absorption, en particulier au moins 85% en poids de l'acide fluorhydrique éventuellement présent dans ladite phase gazeuse dudit second courant diphasique est absorbé par le premier étage d'absorption de ladite colonne d'absorption, plus particulièrement au moins 90% en poids de l'acide fluorhydrique éventuellement présent dans ladite phase gazeuse dudit second courant diphasique est absorbé par le premier étage
30 d'absorption de ladite colonne d'absorption.

De préférence, ledit flux aqueux peut être introduit au moins au niveau de la tête de la colonne d'absorption.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **G1c'''** est sous la forme d'une solution aqueuse d'acide fluorhydrique. Avantagement, ledit courant **G1c'''** est une solution d'acide fluorhydrique de concentration inférieure à 30% en poids sur base du poids total dudit quatrième courant. De préférence, ledit courant **G1c'''** est une solution d'acide fluorhydrique de concentration inférieure à 25% en poids sur base du poids total dudit courant **G1c'''**. En particulier, ledit courant **G1c'''** est une solution d'acide fluorhydrique de concentration comprise entre 5 et 25% en poids sur base du poids total dudit courant **G1c'''**, plus particulièrement, entre 10 et 20% en poids sur base du poids total dudit courant **G1c'''**. Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **G1c'''** est recyclé à l'étape b4). Ledit courant **G1c'''** est ainsi mélangé avec la phase liquide dudit second courant diphasique.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit procédé comprend également les étapes de :

- b6) neutralisation dudit courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) par une solution aqueuse alcaline pour former un courant neutralisé, et
- b7) séchage dudit courant neutralisé obtenu à l'étape b6), de préférence, sur tamis moléculaire pour former un courant neutralisé et séché **G1c''''**.

Selon un mode de réalisation préféré, ladite solution aqueuse alcaline peut être une solution aqueuse d'hydroxyde d'un métal alcalin ou alcalino-terreux. La solution aqueuse alcaline peut être une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, d'hydroxyde de potassium, d'hydroxyde de calcium ou d'hydroxyde de magnésium ou un mélange de ceux-ci. De préférence, ladite solution aqueuse alcaline présente une concentration comprise entre 5 et 50% en poids sur base du poids total de ladite solution aqueuse alcaline. Avantagement, ladite solution aqueuse alcaline présente une concentration d'au moins 5%, d'au moins 6%, d'au moins 7%, d'au moins 8%, d'au moins 9%, d'au moins 10%, d'au moins 11%, d'au moins 12%, d'au moins 13%, d'au moins 14%, d'au moins 15%, d'au moins 16% ou d'au moins 17% en poids sur base du poids total de ladite solution aqueuse alcaline ; et d'au plus 50%, d'au plus 48%, d'au plus 46%, d'au plus 44%, d'au plus 42%, d'au plus 40%, d'au plus 38%, d'au plus 36%, d'au plus 34%, d'au plus 32%, d'au plus 30%, d'au plus 28%, d'au plus 26%, d'au plus 24%, d'au plus 22% en poids sur base du poids total de ladite solution aqueuse alcaline.

Ledit courant neutralisé formé à l'étape b6) comprend de préférence 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**. De préférence, ledit courant neutralisé formé à l'étape b6) comprend de préférence 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropène (245cb) et trans-1,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (1234zeE).

La teneur en acide fluorhydrique dans ledit courant neutralisé est inférieure à la teneur en acide fluorhydrique dudit courant **G1c''**, avant sa neutralisation. Ledit courant neutralisé formé à l'étape b6) peut également contenir de l'eau.

5 Ledit courant neutralisé formé à l'étape b6) peut ainsi être séché à l'étape b7) du présent procédé. De préférence, ledit courant neutralisé formé à l'étape b6) est séché sur tamis moléculaire. Par exemple, ledit courant neutralisé formé à l'étape b6) est séché sur tamis moléculaire de 3A, tel que la siliporite.

L'étape b7) du présent procédé permet la formation d'un courant neutralisé et séché **G1c'''** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**. Ledit courant **G1c'''** peut éventuellement être comprimé et liquéfié à une pression d'au plus 8 bara pour former un courant comprimé dans lequel 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C** sont sous forme liquide.

15 Selon un mode de réalisation préféré, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** est recyclée à l'étape b3). La phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** peut avoir une concentration en acide fluorhydrique supérieure à 41% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide résultant du mélange

20 de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''**. Avantagusement, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** peut avoir une concentration en acide fluorhydrique supérieure à 42%, 43%, 44%, 45%, 46%, 47%, 48%, 49%, 50%, 51%, 52%, 53%, 54%, 55%, 56%, 57%, 58%, 59%, 60%, 61%, 62%, 63%, 64%, 65%, 66%, 67%, 68%, 69%, 70%,

25 71%, 72%, 73%, 74%, 75%, 76%, 77%, 78%, 79%, 80%, 81%, 82%, 83%, 84%, 85%, 86%, 87%, 88%, 89%, 90%, 91%, 92%, 93%, 94% ou 95% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''**. De préférence, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** peut avoir une concentration en acide

30 fluorhydrique comprise entre 45% et 95% en poids, entre 50% et 90% en poids, entre 55% et 85% en poids, entre 60% en poids et 80% en poids ou entre 65% en poids et 75% en poids sur base du poids total de la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''**.

Selon un autre mode de réalisation préféré, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** est distillée pour former un courant **G2c**, de préférence en tête de colonne de distillation. Avantageusement, ledit courant **G2c** comprend de l'acide fluorhydrique contenant moins de 3000 ppm d'eau, de préférence moins de 2000 ppm d'eau, plus préférentiellement moins de 1000 ppm d'eau, en particulier moins de 500 ppm d'eau, plus particulièrement moins de 200 ppm d'eau, de manière privilégiée moins de 100 ppm d'eau, de manière plus privilégiée moins de 50 ppm d'eau sur base du poids total du courant **G2c**. Ledit courant **G2c** peut comprendre également moins de 50 ppm d'acide chlorhydrique, avantageusement moins de 45 ppm d'acide chlorhydrique, de préférence moins de 40 ppm d'acide chlorhydrique, plus préférentiellement moins de 35 ppm d'acide chlorhydrique, en particulier moins de 30 ppm d'acide chlorhydrique, plus particulièrement moins de 20 ppm d'acide chlorhydrique sur base du poids total du courant **G2c**. Ledit courant **G2c** peut comprendre également moins de 50 ppm de composés organiques, avantageusement moins de 45 ppm de composés organiques, de préférence moins de 40 ppm de composés organiques, plus préférentiellement moins de 35 ppm de composés organiques, en particulier moins de 30 ppm de composés organiques, plus particulièrement moins de 20 ppm de composés organiques sur base du poids total du courant **G2c**. Un composé organique est un composé comprenant au moins un atome de carbone.

En outre, la distillation de la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** forme un courant **G3c**, de préférence en pied de colonne de distillation, comprenant de l'acide fluorhydrique sous forme d'une solution aqueuse de concentration inférieure à 50% en poids. Avantageusement, ledit courant **G3c** comprenant de l'acide fluorhydrique sous forme d'une solution aqueuse de concentration inférieure à 50% en poids, 49% en poids, 48% en poids, 47% en poids, 46% en poids, 45% en poids, 44% en poids, 43% en poids, 42% en poids sur base du poids total dudit courant **G3c**. De préférence, ledit courant **G3c** comprenant de l'acide fluorhydrique sous forme d'une solution aqueuse de concentration supérieure à 20% en poids sur base du poids total dudit courant **G3c**. En particulier, ledit courant **G3c** comprenant de l'acide fluorhydrique sous forme d'une solution aqueuse de concentration supérieure 21% en poids, 22% en poids, 23% en poids, 24% en poids, 25% en poids, 26% en poids, 27% en poids, 28% en poids, 29% en poids, 30% en poids, 31% en poids, 32% en poids, 33% en poids, 34% en poids, 35% en poids sur base du poids total dudit

courant **G3c**. Ladite solution aqueuse obtenue dans le courant **G3c** peut être commercialisée ou détruite par neutralisation.

La phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** peut ainsi être soit distillée soit recyclée à l'étape b3). De
5 préférence, une partie de la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** est distillée tandis que l'autre partie de la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** est recyclée à l'étape b3). De préférence, au moins 50%, plus préférentiellement au moins 60%, en particulier au moins 70%, plus particulièrement au moins
10 80%, de manière privilégiée au moins 90% en poids de la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit second courant diphasique avec ledit courant **G1c'''** est recyclée à l'étape b3) ; et moins de 50%, de préférence moins de 40%, plus préférentiellement moins de 30%, en particulier moins de 20%, plus particulièrement moins de 10% en poids est distillée.

Selon un mode de réalisation préféré, le procédé comprend une étape c), subséquente
15 à l'étape b5) ou à l'étape b7), dans laquelle le courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) ou le courant **G1c'''** obtenu à l'étape b7) comprend 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) ; et ledit courant **G1c''** ou **G1c'''** est distillé pour former un courant **G1e** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) et un courant **G1f** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-
20 tetrafluoro-1-propène (1234zeE).

Le courant **G1f** obtenu à l'étape c) peut être séparé par distillation extractive.

Selon un mode de réalisation particulier, le courant **G1f** obtenu à l'étape c) est séparé par distillation extractive suivant les étapes :

c1) mise en contact dudit courant **G1f** obtenu à l'étape c) avec un agent d'extraction
25 organique pour former un courant **G1g**, et
c2) distillation extractive du courant **G1g** pour former un flux **G1h** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), avantageusement en tête de colonne de distillation, et une composition **G1i** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et ledit agent d'extraction organique, avantageusement en bas de colonne de distillation.

De préférence, le courant **G1i** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène
30 (1234zeE) et ledit agent d'extraction organique est séparé par distillation pour former un courant **G1j** comprenant ledit agent d'extraction organique et un courant **G1k** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE). Le courant **G1j** comprenant ledit agent

d'extraction organique peut être recyclé à l'étape c1). Le courant **G1k** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) peut être soit purifié ou détruit par incinération.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit agent d'extraction organique est un solvant choisi parmi le groupe consistant en hydrohalocarbure, alcool, cétone, amine, ester, éther, 5 aldéhyde, nitrile, carbonate, thioalkyle, amide, hétérocycle. Avantageusement, ledit agent d'extraction organique est un solvant sélectionné parmi le groupe consistant en alcool, cétone, amine, ester et hétérocycle. Selon un mode de réalisation préféré, ledit agent d'extraction organique a un point d'ébullition compris entre 10 et 150°C.

De préférence, ledit agent d'extraction peut avoir un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur 10 ou égal à 1,1, ledit facteur de séparation étant calculé par la formule $S_{1,2} = (\gamma_{1,S} * P1) / (\gamma_{2,S} * P2)$ dans laquelle

$\gamma_{1,S}$ représente le coefficient d'activité du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie,

P1 représente la pression de vapeur saturante du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane,

15 $\gamma_{2,S}$ représente le coefficient d'activité dudit trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie,

P2 représente la pression de vapeur saturante dudit trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) ;

avantageusement, le facteur de séparation est supérieur ou égal à 1,2, de préférence supérieur 20 ou égal à 1,4, plus préférentiellement supérieur ou égal à 1,6, en particulier supérieur ou égal à 1,8, plus particulièrement supérieur ou égal à 2,0.

La pression de vapeur saturante est considérée pour une température de 25°C.

De préférence, ledit agent d'extraction organique peut avoir une capacité de séparation $C_{2,S}$ supérieure ou égale à 0,20, ladite capacité de séparation étant calculée par la formule $C_{2,S} =$ 25 $1 / (\gamma_{2,S})$ dans laquelle $\gamma_{2,S}$ représente le coefficient d'activité dudit trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie ;

avantageusement, la capacité de séparation $C_{2,S}$ est supérieure ou égale à 0,40, de préférence supérieure ou égale à 0,60, plus préférentiellement supérieure ou égale à 0,80, en particulier supérieure ou égale à 1,0.

30 De préférence, ledit agent d'extraction organique peut avoir un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur ou égal à 1,5 et une capacité d'absorption $C_{2,S}$ supérieure ou égale à 0,6 et être sélectionné parmi le groupe consistant en éthylamine, acetaldehyde, isopropylamine, methylformate, diethylether, 1,2-epoxypropane, ethylmethylamine, diméthoxymethane, 2-

amino-2-methylpropane, methylcyclopropylether, n-propylamine, isopropylmethylamine, 2-ethoxy-propane, methyl-t-butylether, diethylamine, propanone, methylacetate, 4-methoxy-2-methyl-2-butanethiol, 2-butanamine, n-methylpropylamine, isobutanal, tetrahydrofurane, isopropylformate, diisopropylether, 2-ethoxy-2-methyl-propane, 1-butylamine, ethylacetate,

5 butanone, n-propylformate, 2-ethoxy-butane, 1-methoxy-2-methyl-butane, 2,2-dimethoxypropane, 1-ethoxy-2-methylpropane, diisopropylamine, 1,2-dimethoxyethane, 3-methyl-2-butanamine, diethoxymethane, isopropylacetate, di-n-propylether, 3-pentylamine, n-methylbutylamine, 1-ethoxybutane, 1-methoxy-2-propanamine, 2-methylbutanal, 2-methoxyethanamine, tert-butylacetate, propionitrile, 2-allyloxyethanol, 1-methoxy-pentane,

10 ethylpropionate, 1,2-dimethoxypropane, 1,4-dioxane, 3-pentanone, 1,1-diethoxyethane, 2-pentanone, 2-methoxy-1propanamine, trimethoxymethane, n-pentylamine, 3,3-dimethyl-2-butanone, 1,3-dioxane, piperidine, dipropylamine, 2-ethoxyethanamine, sec-butylacetate, n-methyl-1,2-ethanediamine, 2,2-diethoxypropane, pyridine, 4-methyl-2-pentanone, 1,2-diaminoethane, butyronitrile, sec-butyl-tert-butylether, 1-methoxy-2-propanol, 1,2-

15 propanediamine, 2,6-dimethyl-5-heptenal, 1-(dimethylamino)-2-propanol, 3-methyl-3-pentanol, 1,1-diethoxypropane, 2-ethylbutylamine, diethylcarbonate, n-butylacetate, 2-hexanone, n-ethylethylenediamine, 5-hexen-2-one, 2-methylpyridine, 2-methoxy-1-propanol, hexanal, 1-ethoxy-2-propanol, 4-methyl-2-hexanamine, hexylamine, methoxycyclohexane, 2-(dimethylamino)-ethanol, cyclohexylamine, n-ethyl-2-dimethylaminoethylamine,

20 ethoxyethanol, 2-methylpyrazine, 2-ethoxy-1-propanol, 1-methylpiperazine, 1,3-propanediamine, di-n-butylether, valeronitrile, 2-heptanamine, 1-ethoxy-hexane, n,n-diethylethylenediamine, 2,6-dimethylpyridine, 4-methyl-2-hexanone, 1,1,1-triethoxyethane, 1-methoxy-2-acetoxypropane, 4-methylpyridine, n,n'-diethyl-1,2-ethanediamine, 2,6-dimethylmorpholine, methylhexanoate, 2-propoxyethanol, 1-propoxy-2-propanol.

25 Avantageusement, ledit agent d'extraction organique peut avoir un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur ou égal à 1,8 et/ou une capacité d'absorption $C_{2,5}$ supérieure ou égale à 0,8 ; et être sélectionné parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, ethylmethylamine, 2-amino-2-methylpropane, n-propylamine, isopropylmethylamine, diethylamine, propanone, 2-butanamine, n-methylpropylamine, tetrahydrofurane, 1-butylamine, ethylacetate, butanone,

30 1,2-dimethoxyethane, 3-methyl-2-butanamine, 3-pentylamine, n-methylbutylamine, 1-methoxy-2-propanamine, 2-methoxyethanamine, ethylpropionate, 1,4-dioxane, 3-pentanone, 2-pentanone, 2-methoxy-1propanamine, trimethoxymethane, n-pentylamine, 3,3-dimethyl-2-butanone, 1,3-dioxane, piperidine, 2-ethoxyethanamine, n-methyl-1,2-ethanediamine, 1,2-

diaminoethane, butyronitrile, 1-methoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, 1-(diméthylamino)-2-propanol, 2-éthylbutylamine, diéthylcarbonate, n-butylacetate, 2-hexanone, n-éthylethylènediamine, 2-méthoxy-1-propanol, 1-éthoxy-2-propanol, 4-méthyl-2-hexanamine, hexylamine, méthoxycyclohexane, 2-(diméthylamino)-éthanol, cyclohexylamine, n-éthyl-2-

5 diméthylaminoéthylamine, 2-éthoxy-1-propanol, 1-méthylpiperazine, 1,3-propanediamine, valeronitrile, 2-heptanamine, n,n-diéthylethylènediamine, 4-méthyl-2-hexanone, 1-méthoxy-2-acetoxyp propane, 4-méthylpyridine, n,n'-diéthyl-1,2-ethanediamine, 2,6-diméthylmorpholine, méthylhexanoate, 2-propoxyéthanol, 1-propoxy-2-propanol. De préférence, ledit agent

d'extraction organique peut avoir un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur ou égal à 1,9 et/ou une

10 capacité d'absorption $C_{2,5}$ supérieure ou égale à 0,9 et être sélectionné parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, éthylméthylamine, 2-amino-2-méthylpropane, n-propylamine, isopropylméthylamine, diéthylamine, propanone, 2-butanamine, n-méthylpropylamine, tétrahydrofurane, 1-butylamine, éthylacetate, butanone, 1,2-diméthoxyéthane, 3-méthyl-2-butanamine, 3-pentylamine, n-méthylbutylamine, 1-méthoxy-2-

15 propanamine, 2-méthoxyethanamine, éthylpropionate, 1,4-dioxane, 3-pentanone, 2-pentanone, 2-méthoxy-1propanamine, n-pentylamine, 3,3-diméthyl-2-butanone, 1,3-dioxane, piperidine, 2-éthoxyethanamine, n-méthyl-1,2-ethanediamine, 1,2-diaminoethane, 1,2-propanediamine, 1-(diméthylamino)-2-propanol, 2-éthylbutylamine, n-butylacetate, 2-hexanone, n-éthylethylènediamine, 1-éthoxy-2-propanol, 4-méthyl-2-hexanamine, hexylamine,

20 2-(diméthylamino)-éthanol, cyclohexylamine, n-éthyl-2-diméthylaminoéthylamine, 2-éthoxy-1-propanol, 1-méthylpiperazine, 1,3-propanediamine, 2-heptanamine, n,n-diéthylethylènediamine, 1-méthoxy-2-acetoxyp propane, 4-méthylpyridine, n,n'-diéthyl-1,2-ethanediamine, 2,6-diméthylmorpholine, méthylhexanoate, 1-propoxy-2-propanol. Plus particulièrement, ledit agent d'extraction organique est choisi parmi le groupe consistant en

25 éthylamine, isopropylamine, n-propylamine, diéthylamine, propanone, tétrahydrofurane, éthylacetate, butanone, 3-pentylamine, 2-méthoxyethanamine, 1,4-dioxane, 3-pentanone, 2-pentanone, n-pentylamine, 1,3-dioxane, 1,2-diaminoethane, 1,2-propanediamine, 2-méthoxyéthanol, n-butylacetate, 1-éthoxy-2-propanol.

Ledit flux **G1h** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) peut être recyclé à

30 l'étape a) du présent procédé.

Comme expliqué ci-dessus, le courant **G1i** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et ledit agent d'extraction organique est distillé pour séparer l'agent d'extraction organique du trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), avantageusement

ledit agent d'extraction organique ainsi séparé est recyclé à l'étape c1). Le trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) peut être incinéré ou purifié pour être utilisé ultérieurement ou pour être vendu.

Le courant **G1e** peut être purifié, par exemple par distillation extractive, pour éliminer
 5 du trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze-E) éventuellement présent. Dans ce cas, ledit agent d'extraction organique est un solvant choisi parmi le groupe consistant en hydrocarbure, hydrohalocarbure, alcool, cétone, amine, ester, éther, aldéhyde, nitrile, carbonate, thioalkyle, amide et hétérocycle ; ou ledit agent d'extraction organique est difluorodiethylsilane, triethylfluorosilane ou l'acide perfluorobutanoïque; de préférence parmi le groupe consistant
 10 en amine, éther, cétone, ester, alcool, aldéhyde, hétérocycle. Le point d'ébullition dudit agent d'extraction organique peut être compris entre 10 et 150°C. Ledit agent d'extraction organique peut avoir un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur ou égal à 1,1, ledit facteur de séparation étant calculé par la formule $S_{1,2} = (\gamma_{1,s} * P1) / (\gamma_{2,s} * P2)$ dans laquelle $\gamma_{1,s}$ représente le coefficient d'activité du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie, P1
 15 représente la pression de vapeur saturante du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène, $\gamma_{2,s}$ représente le coefficient d'activité du trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze-E), dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie, P2 représente la pression de vapeur saturante de dudit au moins un des composés consistant en trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze-E) ; avantageusement, le facteur de séparation est supérieur ou égal à 1,2, de préférence supérieur
 20 ou égal à 1,4, plus préférentiellement supérieur ou égal à 1,6, en particulier supérieur ou égal à 1,8, plus particulièrement supérieur ou égal à 2,0. Ledit agent d'extraction organique peut avoir une capacité d'absorption $C_{2,s}$ supérieure ou égale à 0,20, ladite capacité d'absorption étant calculé par la formule $C_{2,s} = 1 / (\gamma_{2,s})$ dans laquelle $\gamma_{2,s}$ représente le coefficient d'activité du trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze-E) dans ledit agent d'extraction organique à dilution
 25 infinie ; avantageusement, la capacité d'absorption $C_{2,s}$ est supérieure ou égale à 0,40, de préférence supérieure ou égale à 0,60, plus préférentiellement supérieure ou égale à 0,80, en particulier supérieure ou égale à 1,0. Avantageusement, ledit agent d'extraction organique peut être éthylamine, isopropylamine, diethylether, ethoxy-ethene, dimethoxymethane, n-propylamine, methyl-t-butylether, diethylamine, propanone, methylacetate, isobutanal,
 30 tetrahydrofurane, isopropylformate, diisopropylether, 2-ethoxy-2-methyl-propane, ethylacetate, butanone, diethoxymethane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-methoxyethanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 3-pentanone, 1,1-diethoxyethane, 2-pentanone, trimethoxymethane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, 3,3-dimethyl-2-butanone, sec-

butylacetate, 4-methyl-2-pentanone, 1,2-diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol, diethylcarbonate, n-butylacetate, 1-ethoxy-2-propanol, hexanal ; avantageusement ledit agent d'extraction organique est choisi parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, diethylether, diméthoxyméthane, n-propylamine, , diéthylamine, , diisopropylether, 2-ethoxy-
 5 2-methyl-propane, butanone, diéthoxyméthane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-méthoxyéthanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, triméthoxyméthane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoethane, 1-méthoxy-2-propanol, n-butylacetate, 1-ethoxy-2-propanol, hexanal ; de préférence ledit agent d'extraction organique est choisi parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, diethylether, diméthoxyméthane, n-
 10 propylamine, diéthylamine, diisopropylether, 2-ethoxy-2-methyl-propane, diéthoxyméthane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-méthoxyéthanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, triméthoxyméthane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoethane, 1-méthoxy-2-propanol, n-butylacetate, 1-ethoxy-2-propanol, hexanal.

Alternativement, le procédé comprend une étape c), subséquente à l'étape b5) ou à
 15 l'étape b7), dans laquelle le courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) ou le courant **G1c''''** obtenu à l'étape b7) comprend 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) ; et ledit courant **G1c''** ou **G1c''''** est distillé pour former un courant **G1e'** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et un courant **G1f'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-
 20 1-propène (1234zeE), avantageusement le courant **G1c''** ou **G1c''''** est distillé par distillation extractive.

Selon un mode de réalisation préféré, le courant **G1c''** ou **G1c''''** est distillé par distillation extractive suivant les étapes :

c1') mise en contact dudit courant **G1c''** ou **G1c''''** avec un agent d'extraction organique pour
 25 former un courant **G1g'**, et

c2') distillation extractive du courant **G1g'** pour former le flux **G1e'** comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène (1234yf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), avantageusement en tête de colonne de distillation, et le courant **G1h'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et ledit agent d'extraction organique, avantageusement en bas de colonne
 30 de distillation.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit agent d'extraction organique peut avoir un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur ou égal à 1,1, ledit facteur de séparation étant calculé par la formule $S_{1,2} = (\gamma_{1,S} * P1) / (\gamma_{2,S} * P2)$ dans laquelle $\gamma_{1,S}$ représente le coefficient d'activité du 2,3,3,3-

tétrafluoro-1-propène dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie, P1 représente la pression de vapeur saturante du 2,3,3,3-tétrafluoro-1-propène, $\gamma_{2,s}$ représente le coefficient d'activité du trans-1,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (1234ze-E) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie, P2 représente la pression de vapeur saturante du trans-1,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (1234ze-E) ; avantageusement, le facteur de séparation est supérieur ou égal à 1,2, de préférence supérieur ou égal à 1,4, plus préférentiellement supérieur ou égal à 1,6, en particulier supérieur ou égal à 1,8. Dans ce mode de réalisation, ledit agent d'extraction organique peut également avoir un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur ou égal à 1,1, ledit facteur de séparation étant calculé par la formule $S_{1,2} = (\gamma_{1,s} * P1) / (\gamma_{2,s} * P2)$ dans laquelle $\gamma_{1,s}$ représente le coefficient d'activité du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie, P1 représente la pression de vapeur saturante du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), $\gamma_{2,s}$ représente le coefficient d'activité du trans-1,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (1234ze-E) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie, P2 représente la pression de vapeur saturante du trans-1,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (1234ze-E) ; avantageusement, le facteur de séparation est supérieur ou égal à 1,2, de préférence supérieur ou égal à 1,4, plus préférentiellement supérieur ou égal à 1,6, en particulier supérieur ou égal à 1,8, plus particulièrement supérieur ou égal à 2,0. Dans ce mode de réalisation préféré, ledit agent d'extraction organique peut avoir une capacité d'absorption $C_{2,s}$ supérieure ou égale à 0,20, ladite capacité d'absorption étant calculé par la formule $C_{2,s} = 1 / (\gamma_{2,s})$ dans laquelle $\gamma_{2,s}$ représente le coefficient d'activité dudit au moins un des composés consistant en trans-1,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (1234ze-E) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie, de préférence $\gamma_{2,s}$ représente le coefficient d'activité dudit au moins un des composés consistant en trans-1,3,3,3-tétrafluoro-1-propène (1234ze-E), dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie ; avantageusement, la capacité d'absorption $C_{2,s}$ est supérieure ou égale à 0,40, de préférence supérieure ou égale à 0,60, plus préférentiellement supérieure ou égale à 0,80, en particulier supérieure ou égale à 1,0. Ainsi, dans ce mode de réalisation préféré, ledit agent d'extraction organique peut être éthylamine, isopropylamine, diéthylether, ethylmethylamine, 2-amino-2-methylpropane, n-propylamine, isopropylmethylamine, 2-ethoxy-propane, methyl-t-butylether, diéthylamine, propanone, methylacetate, 2-butanamine, n-methylpropylamine, isobutanal, tetrahydrofurane, 1-butylamine, ethylacetate, butanone, n-propylformate, 2,2-dimethoxypropane, 1-ethoxy-2-methylpropane, 1,2-dimethoxyethane, 3-methyl-2-butanamine, diethoxymethane, isopropylacetate, 3-pentylamine, n-methylbutylamine, 1-ethoxybutane, 1-methoxy-2-propanamine, 2-methylbutanal, 2-methoxyethanamine, tert-

butylacetate, 1-methoxy-pentane, ethylpropionate, 1,2-dimethoxypropane, 1,4-dioxane, 3-pentanone, 1,1-diethoxyethane, 2-pentanone, 2-methoxy-1propanamine, trimethoxymethane, n-pentylamine, 3,3-dimethyl-2-butanone, 1,3-dioxane, piperidine, 2-ethoxyethanamine, sec-butylacetate, n-methyl-1,2-ethanediamine, 2,2-diethoxypropane, 4-methyl-2-pentanone, 1,2-diaminoethane, butyronitrile, 1-methoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, 2,6-dimethyl-5-heptenal, 1-(dimethylamino)-2-propanol, 1,1-diethoxypropane, 2-ethylbutylamine, diethylcarbonate, n-butylacetate, 2-hexanone, n-ethylethylenediamine, 5-hexen-2-one, 2-methylpyridine, 2-methoxy-1-propanol, hexanal ; avantageusement, éthylamine, isopropylamine, diethylether, n-propylamine, diethylamine, propanone, methylacetate, butanone, diethoxymethane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-methoxyethanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 1,1-diethoxyethane, trimethoxymethane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, n-butylacetate, 2-methoxy-1-propanol, hexanal ; de préférence, éthylamine, isopropylamine, diethylether, n-propylamine, diethylamine, diethoxymethane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-methoxyethanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 1,1-diethoxyethane, trimethoxymethane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, n-butylacetate, 2-methoxy-1-propanol, hexanal.

De préférence, le courant **G1e'** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) peut être soumis à des étapes de purification ultérieures. Ainsi, le 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) peut être séparé, de préférence par distillation du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) pour former un courant comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) et un courant **G1i'** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), ledit courant **G1i'** étant recyclé à l'étape a). Le 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) peut encore être soumis à des étapes de purification ultérieures afin d'obtenir un degré de pureté suffisant pour sa commercialisation. Par exemple, celui-ci peut être purifié, par exemple par distillation extractive, pour éliminer du trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze-E) éventuellement présent.

De préférence, le courant **G1h'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et ledit agent d'extraction organique est séparé par distillation pour former un courant **G1j'** comprenant ledit agent d'extraction organique et un courant **G1k'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE). Le courant **G1j'** comprenant ledit agent d'extraction organique peut être recyclé à l'étape c1'). Le courant **G1k'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) peut être soit purifié ou détruit par incinération.

Optionnellement ou non, si le courant **G1c** comprend des impuretés ayant un point d'ébullition inférieur à celui du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène, celles-ci peuvent être éliminées par distillation. Lesdites impuretés ayant un point d'ébullition inférieur à celui du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène peuvent être trifluorométhane (F23), monofluorométhane (F41),
5 difluorométhane (F32), pentafluoroéthane (F125), 1,1,1-trifluoroéthane (F143a), trifluoropropyne ou 1-chloro-pentafluoroéthane (F115) ; et celles-ci peuvent être récupérées en tête de colonne de distillation. Le courant récupéré en bas de colonne de distillation peut ensuite être utilisé comme décrit ci-dessus pour le courant **G1c** dans l'étape b) et les étapes subséquentes.

10 Selon un autre mode de réalisation préféré, ledit courant liquide **L1** comprend tout ou partie des produits intermédiaires **B** et tout ou partie des produits secondaires **C** ; et tout ou partie de ce courant **L1** est porté à basse température, avantageusement entre -50°C et 20°C, pour former une première phase **L1a** comprenant une partie du HF n'ayant pas réagi et une seconde phase **L1b** comprenant lesdits produits intermédiaires **B** et lesdits produits secondaires
15 **C**. Ainsi, ledit courant liquide **L1** peut comprendre une partie des produits intermédiaires **B** et une partie des produits secondaires **C** ; et tout ou partie de ce courant **L1** est porté à basse température, avantageusement entre -50°C et 20°C, pour former une première phase **L1a** comprenant une partie du HF n'ayant pas réagi et une seconde phase **L1b** comprenant lesdits produits intermédiaires **B** et lesdits produits secondaires **C**. Avantageusement, ladite basse
20 température est comprise entre - 50°C et 15°C, de préférence entre -40°C et 10°C, en particulier entre -30°C et 0°C. Cette étape peut être effectuée de façon continue ou discontinue.

Ladite première phase **L1a** peut être recyclée à l'étape a).

Optionnellement ou non, ledit courant **G1d** formé à l'étape b2) peut être mélangé au courant liquide **L1** avant que tout ou partie de ce dernier soit porté à basse température.

25 Tout ou partie du 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1** puis dans ladite seconde phase **L1b**.

Tout ou partie du 1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1** puis dans ladite seconde phase **L1b**.

Tout ou partie du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf) peut aussi être contenu dans
30 ledit courant liquide **L1** puis dans ladite seconde phase **L1b**.

Tout ou partie du E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1** puis dans ladite seconde phase **L1b**.

Tout ou partie du 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) peut aussi être contenu dans ledit courant liquide **L1** puis dans ladite seconde phase **L1b**.

De préférence, ladite seconde phase **L1b** peut comprendre 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa), E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE), 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf), 1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb).

Selon un mode de réalisation préféré, ladite seconde phase **L1b** est distillée pour récupérer un courant **L1c** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et 1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze), avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **L1d** comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf), E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) ; avantageusement en bas de colonne de distillation. Ledit courant **L1c** peut être recyclé à l'étape a). Ledit courant **L1c** peut donc être un desdits un ou plusieurs flux recyclé à l'étape a) lors de l'étape c) du présent procédé. Optionnellement, ledit courant **L1c** peut être purifié pour séparer 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et 1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234ze). Ceci peut être effectué par distillation extractive tel qu'explicité ci-dessus en relation avec la séparation du courant **G1f**.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **L1d** peut être séparé pour former un flux comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf) et un courant comprenant E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa). La séparation dudit courant **L1d** peut être effectuée par distillation extractive.

De préférence, ledit courant **L1d** peut être une composition azéotropique ou quasi-azéotropique comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf), E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa).

De préférence, ladite séparation peut être effectuée par distillation extractive. Ladite distillation extractive dudit courant **L1d** comprend les étapes de :

- mise en contact dudit courant **L1d** avec un agent d'extraction organique pour former une composition **L1e**, et
- distillation extractive de la composition **L1e** pour former un flux **L1f** comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf), avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **L1g** comprenant E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) et ledit agent d'extraction organique, avantageusement en bas de colonne de distillation.

De préférence, le courant **L1g** est ensuite séparé par distillation pour former un courant **L1h** comprenant ledit agent d'extraction organique et un courant **L1i** comprenant E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa). Le courant **L1h** peut être recyclé pour être mis en contact avec un courant **L1d** pour former une composition

5 **L1e**. Le courant **L1i** comprenant E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) peut être soit purifié soit détruit par incinération.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit agent d'extraction organique mis en contact avec le courant **L1d** est un solvant choisi parmi le groupe consistant en hydrocarbure, hydrohalocarbure, alcool, cétone, amine, ester, éther, aldéhyde, nitrile, carbonate, sulfoxyde,

10 sulfate, thioalkyle, amide, hétérocycle et phosphate ou l'agent d'extraction organique est l'acide perfluorobutanoïque. Selon un mode de réalisation préféré, ledit agent d'extraction organique a un point d'ébullition compris entre 50 et 200°C. Selon un mode de réalisation préféré, ledit agent d'extraction organique a un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur ou égal à 1,1, ledit facteur de séparation étant calculé par la formule $S_{1,2} = (\gamma_{1,S} * P1) / (\gamma_{2,S} * P2)$ dans laquelle

15 $\gamma_{1,S}$ représente le coefficient d'activité du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie,

P1 représente la pression de vapeur saturante du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène,

$\gamma_{2,S}$ représente le coefficient d'activité du 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie,

20 P2 représente la pression de vapeur saturante du 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa); avantageusement, le facteur de séparation $S_{1,2}$ est supérieur ou égal à 1,2, de préférence supérieur ou égal à 1,4, plus préférentiellement supérieur ou égal à 1,6, en particulier supérieur ou égal à 1,8, plus particulièrement supérieur ou égal à 2,0 ;

et

25 ledit agent d'extraction organique a une capacité d'absorption $C_{2,S}$ supérieure ou égale à 0,20, ladite capacité d'absorption étant calculé par la formule $C_{2,S} = 1 / (\gamma_{2,S})$ dans laquelle $\gamma_{2,S}$ représente le coefficient d'activité du 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie ; avantageusement, la capacité d'absorption $C_{2,S}$ est supérieure ou égale à 0,40, de préférence supérieure ou égale à

30 0,60, plus préférentiellement supérieure ou égale à 0,80, en particulier supérieure ou égale à 1,0.

Ainsi, selon un mode de réalisation particulier, ledit agent d'extraction organique peut être choisi parmi le groupe consistant en éthanedial, propanone, methylacetate, methylglyoxal,

ethylacetate, butanone, propionitrile, 1,4-dioxane, trimethoxymethane, 1,3-dioxane, 1,3,5-trioxane, 1,2-diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol, diethylcarbonate, 2-methoxy-1-propanol, 1-methoxy-2-acetoxypropane, dimethylformamide, 3-methoxy-1-butanol, diacetone alcohol, methylacetoacetate, n,n-dimethylpropanamide, dimethylmalonate, diethylsulfoxide, 2-(2-methoxyethoxy)ethanol, trimethylphosphate, diethylmalonate ; de préférence ledit agent d'extraction organique peut être choisi parmi le groupe consistant en propanone, methylacetate, ethylacetate, butanone, 1,4-dioxane, trimethoxymethane, 1,3-dioxane, 1,3,5-trioxane, 1,2-diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol. De préférence, ce mode de réalisation particulier peut permettre de séparer efficacement 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa).

Selon un mode de réalisation particulier, ledit agent d'extraction organique mis en contact avec le courant **L1d** peut avoir un facteur de séparation $S_{1,2}$ supérieur ou égal à 1,1, ledit facteur de séparation étant calculé par la formule $S_{1,2} = (\gamma_{1,s} * P1) / (\gamma_{2,s} * P2)$ dans laquelle

$\gamma_{1,s}$ représente le coefficient d'activité du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie,

P1 représente la pression de vapeur saturante du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène,

$\gamma_{2,s}$ représente le coefficient d'activité du E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie,

P2 représente la pression de vapeur saturante du E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE);

avantageusement, le facteur de séparation $S_{1,2}$ est supérieur ou égal à 1,2, de préférence supérieur ou égal à 1,4, plus préférentiellement supérieur ou égal à 1,6, en particulier supérieur ou égal à 1,8, plus particulièrement supérieur ou égal à 2,0 ;

et

ledit agent d'extraction organique peut avoir une capacité d'absorption $C_{2,s}$ supérieure ou égale à 0,20, ladite capacité d'absorption étant calculé par la formule $C_{2,s} = 1 / (\gamma_{2,s})$ dans laquelle $\gamma_{2,s}$ représente le coefficient d'activité du E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) dans ledit agent d'extraction organique à dilution infinie ; avantageusement, la capacité d'absorption $C_{2,s}$ est supérieure ou égale à 0,40, de préférence supérieure ou égale à 0,60, plus préférentiellement supérieure ou égale à 0,8, en particulier supérieure ou égale à 1,0.

Ainsi, dans un mode de réalisation particulier, ledit agent d'extraction organique peut être choisi parmi le groupe consistant en isopropylmethylamine, methyl-t-butylether,

diethylamine, propanone, methylacetate, 2-butanamine, n-methylpropylamine, tetrahydrofurane, 1-butylamine, ethylacetate, butanone, n-propylformate, -dimethoxypropane, diisopropylamine, 1,2-dimethoxyethane, 3-methyl-2-butanamine, diethoxymethane, isopropylacetate, 3-pentylamine, n-methylbutylamine, 1-methoxy-2-propanamine, 2-
 5 methoxyethanamine, tert-butylacetate, ethylpropionate, 1,2-dimethoxypropane, 1,4-dioxane, 3-pentanone, 1,1-diethoxyethane, 2-pentanone, 2-methoxy-1propanamine, trimethoxymethane, n-pentylamine, 3,3-dimethyl-2-butanone, 1,3-dioxane, piperidine, 2-ethoxyethanamine, sec-butylacetate, n-methyl-1,2-ethanediamine, 2,2-diethoxypropane, 1,2-diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, 2,6-dimethyl-5-heptenal, 1-
 10 (dimethylamino)-2-propanol, 3-methyl-3-pentanol, 2-ethylbutylamine, diethylcarbonate, n-butylacetate, 2-hexanone, n-ethylethylenediamine, 2-methoxy-1-propanol, 1-ethoxy-2-propanol, 4-methyl-2-hexanamine, hexylamine, methoxycyclohexane, 2-(dimethylamino)-ethanol, cyclohexylamine, n-ethyl-2-dimethylaminoethylamine, ethoxyethanol, 2-ethoxy-1-propanol, 1-methylpiperazine, 1,3-propanediamine, 2-heptanamine, n,n-
 15 diethylethylenediamine, 4-methyl-2-hexanone, 1,1,1-triethoxyethane, 1-methoxy-2-acetoxypropane, 4-methylpyridine, n,n'-diethyl-1,2-ethanediamine, 2,6-dimethylmorpholine, methylhexanoate, 2-propoxyethanol, 1-propoxy-2-propanol, 2-heptanone, dimethylformamide, 2-isopropoxyethanol, 2-methylpiperazine, cyclohexanone, 1-heptanamine, 2-ethoxyethanolacetate, 1,4-butanediamine, 2,4-dimethylpyridine, 2-methoxy-3-
 20 methylpyrazine, 4-methoxy-4-methyl-pentan-2-one, 3-ethoxy-1-propanol, 3-methoxy-1-butanol, diglyme, 2-(diethylamino)-ethanol, 2,2-diethoxyethanamine, 2-methoxy-n-(2-methoxyethyl)ethanamine, 2-(ethylamino)ethanol, 3-octanone, diacetone alcohol, diethylaminopropylamine, 2-ethylhexylamine, 1-butoxy-2-propanol, 2-butoxyethanol, 2-octanone, methylheptanoate, triethylenediamine, n,n-dimethylpropanamide, 2-propanol-1-
 25 methoxy-propanoate, 1,5-pentanediamine, cycloheptanone, 3,4-dimethylpyridine, 1-octanamine, benzylmethylamine, 1,1,3,3-tetramethoxypropane, dihexylphthalate, diethylpropanolamine, 2-butoxyethanolacetate, diethylsulfoxide, 2-(2-methoxyethoxy)ethanol, 4-methylbenzenemethanamine, diethyleneglycolmonoethylether, 2-propylcyclohexanone, trimethylphosphate, 2-methyl-2,4-pentanediol, methylbenzoate, diethylmalonate, 2-
 30 methoxypyrimidine ; de préférence ledit agent d'extraction organique est choisi parmi le groupe consistant en diethylamine, propanone, methylacetate, tetrahydrofurane, ethylacetate, butanone, diethoxymethane, isopropylacetate, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 3-pentanone, 1,1-diethoxyethane, 2-pentanone, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-

diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol, n-butylacetate, 1-ethoxy-2-propanol. De préférence, ce mode de réalisation particulier peut permettre de séparer efficacement 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène et E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE).

Selon un mode de réalisation préféré, pour favoriser l'élimination simultanée de E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa); ledit agent d'extraction organique mis en contact avec le courant **L1d** peut être sélectionné parmi le groupe consistant en propanone, methylacetate, ethylacetate, butanone, 1,4-dioxane, triméthoxymethane, 1,3-dioxane, 1,2-diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol, diethylcarbonate, 2-methoxy-1-propanol, 1-methoxy-2-acetoxypropane, dimethylformamide, 3-methoxy-1-butanol, diacetone alcohol, n,n-dimethylpropanamide, diethylsulfoxide, 2-(2-methoxyethoxy)ethanol, trimethylphosphate, diethylmalonate. En particulier, ledit agent d'extraction organique peut être sélectionné parmi le groupe consistant en propanone, methylacetate, ethylacetate, butanone, 1,4-dioxane, triméthoxymethane, 1,3-dioxane, 1,2-diaminoethane, 1-methoxy-2-propanol, 3-methoxy-1-butanol, diacetone alcohol.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **L1g** comprenant E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE), 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) et ledit agent d'extraction organique peut être distillé pour séparer d'une part ledit agent d'extraction organique et d'autre part le E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et le 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa). De préférence, ledit agent d'extraction organique peut être recyclé.

Selon un mode de réalisation préféré, le flux **L1f** comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf) est recyclé à l'étape a).

Si des impuretés lourdes sont présentes dans ledit courant **L1d**, celui-ci peut être distillé préalablement à sa séparation pour éliminer celles-ci. Le courant **L1d** tel que décrit ci-dessus peut être récupéré en tête de colonne de distillation, les impuretés lourdes étant récupérées en bas de colonne de distillation. Les impuretés lourdes peuvent contenir par exemple 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropène (1223xd), des dimères ou des trimères issus de l'un des composés présents dans la composition ou le courant considéré.

Plus particulièrement, la composition de départ peut comprendre 1,1,2,3-tetrachloropropène, le 2,3,3,3-tetrachloropropène, le 1,1,1,2,3-pentachloropropane, le 1,1,1,2,2-pentachloropropane, le 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropane, le 2-chloro-2,3,3,3-tetrafluoropropane, le 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et le 1-chloro-1,3,3,3-tetrafluoropropane, de préférence 1,1,1,2,3-pentachloropropane, 1,1,2,3-tetrachloropropène, du 1,1,1,2,2-

pentafluoropropane et/ou du 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène, 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropane ; en particulier 1,1,1,2,3-pentachloropropane (240db).

Le catalyseur utilisé dans le présent procédé de production de 2,3,3,3-tétrafluoropropène peut être par exemple à base d'un métal comprenant un oxyde de métal de transition ou un dérivé ou un halogénure ou un oxyhalogénure d'un tel métal. On peut citer par exemple FeCl_3 , l'oxyfluorure de chrome, les oxydes de chrome (éventuellement soumis à des traitements de fluoration), les fluorures de chrome et leurs mélanges. D'autres catalyseurs possibles sont les catalyseurs supportés sur du carbone, les catalyseurs à base d'antimoine, les catalyseurs à base d'aluminium (par exemple AlF_3 et Al_2O_3 , l'oxyfluorure d'alumine et le fluorure d'alumine).

On peut utiliser en général un oxyfluorure de chrome, un fluorure ou un oxyfluorure d'aluminium, ou un catalyseur supporté ou non contenant un métal tel que Cr, Ni, Fe, Zn, Ti, V, Zr, Mo, Ge, Sn, Pb, Mg, Sb.

On peut faire référence à cet égard au document WO 2007/079431 (en p.7, l.1-5 et 28-32), au document EP 939071 (paragraphe [0022]), au document WO 2008/054781 (en p.9 l.22-p.10 l.34), et au document WO 2008/040969 (revendication 1), auxquels il est fait expressément référence.

Le catalyseur est de manière plus particulièrement préférée à base de chrome et il s'agit plus particulièrement d'un catalyseur mixte comprenant du chrome.

Selon un mode de réalisation, on utilise un catalyseur mixte comprenant du chrome et du nickel. Le rapport molaire Cr / Ni (sur la base de l'élément métallique) est généralement de 0,5 à 5, par exemple de 0,7 à 2, par exemple d'environ 1. Le catalyseur peut contenir de 0,5 à 20 % en poids de nickel.

Le métal peut être présent sous forme métallique ou sous forme de dérivé, par exemple un oxyde, halogénure ou oxyhalogénure. Ces dérivés sont de préférence obtenus par activation du métal catalytique.

Le support est de préférence constitué avec de l'aluminium, par exemple de l'alumine, de l'alumine activée ou des dérivés d'aluminium, tels que les halogénures d'aluminium et les oxyhalogénures d'aluminium, par exemple décrits dans le document US 4,902,838, ou obtenus par le procédé d'activation décrit ci-dessus.

Le catalyseur peut comprendre du chrome et du nickel sous une forme activée ou non, sur un support qui a été soumis à une activation ou non.

On peut se reporter au document WO 2009/118628 (notamment en p.4, l.30-p.7 l.16), auquel il est fait expressément référence ici.

Un autre mode de réalisation préféré repose sur un catalyseur mixte contenant du chrome et au moins un élément choisi parmi Mg et Zn. Le rapport atomique de Mg ou Zn/Cr est de préférence de 0,01 à 5.

Avant son utilisation, le catalyseur est de préférence soumis à une activation avec de l'air, de l'oxygène ou du chlore et/ou avec de l'HF.

Par exemple, le catalyseur est de préférence soumis à une activation avec de l'air ou de l'oxygène et du HF à une température de 100 à 500°C, de préférence de 250 à 500°C et plus particulièrement de 300 à 400°C. La durée d'activation est de préférence de 1 à 200 h et plus particulièrement de 1 à 50 h.

Cette activation peut être suivie d'une étape d'activation de fluoration finale en présence d'un agent d'oxydation, d'HF et de composés organiques.

Le rapport molaire HF / composés organiques est de préférence de 2 à 40 et le rapport molaire agent d'oxydation / composés organiques est de préférence de 0,04 à 25. La température de l'activation finale est de préférence de 300 à 400°C et sa durée de préférence de 6 à 100 h.

La réaction de fluoration en phase gazeuse peut être effectuée :

- avec un rapport molaire HF / composé de formule (I) et/ou (II) de 3:1 à 150:1, de préférence de 4:1 à 125:1 et de manière plus particulièrement préférée de 5:1 à 100:1 ;
- avec un temps de contact de 3 à 100 s, de préférence 4 à 75 s et plus particulièrement 5 à 50 s (volume de catalyseur divisé par le flux entrant total, ajusté à la température et à la pression de fonctionnement) ;
- à une pression allant de la pression atmosphérique à 20 bara, de préférence de 2 à 18 bara et plus particulièrement de 3 à 15 bara;
- à une température (température du lit de catalyseur) de 200 à 450°C, de préférence de 250 à 400°C, et plus particulièrement de 280 à 380°C.

La durée de l'étape de réaction est typiquement de 10 à 8000 heures, de préférence de 50 à 5000 heures et de manière plus particulièrement préférée de 70 à 1000 heures.

Un agent oxydant, de préférence l'oxygène, peut éventuellement être ajouté lors de la réaction de fluoration. Le rapport molaire oxygène / composés organiques peut être de 0,005 à

2, de préférence de 0,01 à 1,5. L'oxygène peut être introduit pur ou sous forme d'air ou de mélange oxygène / azote. On peut également remplacer l'oxygène par du chlore.

La Fig. 1 illustre schématiquement un dispositif mettant en œuvre un procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoropropène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention. L'acide fluorhydrique 1 est mis en contact avec du 1,1,1,2,3-pentachloropropène (240db) 2 dans un ou plusieurs réacteurs 3. Le mélange obtenu et comprenant 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropène (245cb), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf), E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropène (245fa) est récupéré en sortie de réacteur et acheminé vers une colonne de distillation 5 par le conduit 4. Le mélange peut aussi comprendre HCl, HF n'ayant pas réagi et des impuretés lourdes ou des impuretés ayant un point d'ébullition inférieur à celui du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène. Tout ou partie du courant obtenu en pied de colonne de distillation est acheminé vers le dispositif de purification 13 via le conduit 17. De ce dispositif de purification 13 peuvent être extraits HF, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropène (245cb), et optionnellement trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), qui sont recyclés dans le réacteur 3 via le conduit 15. E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropène (245fa) peuvent également être extraits du dispositif 13 pour être évacués en 14 vers un incinérateur ou un dispositif de purification. Un courant est également récupéré en tête de la colonne de distillation 5 et acheminé vers un dispositif de purification 7 via le conduit 6. Du dispositif de purification 7, un courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène est récupéré en 11 via le conduit 8. Un flux comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropène (245cb), et optionnellement trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), est obtenu également et recyclé vers le réacteur 3 par le conduit 10. Enfin, un courant comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) peut être récupéré en 12 par l'intermédiaire du conduit 9.

La Fig. 2 illustre schématiquement selon un mode de réalisation particulier de la présente invention un dispositif de purification 13. Un courant liquide **L1**, tel que décrit dans la présente demande, est acheminé vers le décanteur 22 ayant une température de -25°C. Le courant **L1a** est extrait et récupéré en 23 pour être recyclé vers le réacteur 3. Le courant **L1b**, tel que décrit dans la présente demande, est acheminé vers la colonne de distillation 25 via le conduit 24. Le courant **L1c**, tel que décrit dans la présente demande, est évacué en tête de colonne de distillation et récupérés en 27 via le conduit 26. Celui-ci peut être récupéré pour être recyclé vers le réacteur 3. Le courant **L1d**, tel que décrit dans la présente demande, peut être

acheminé vers la colonne de distillation 29 via le conduit 28 pour extraire en bas de colonne de distillation des impuretés lourdes éventuellement présentes et les acheminer vers un incinérateur 32 via le conduit 31. Le 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf), E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) récupérés en tête de la

5 colonne de distillation 29 sont acheminés vers un dispositif de purification 33 via le conduit 30. De ce dispositif de purification 33, le 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf) peut être extrait en 36 via le conduit 34. Le dispositif de purification 33 peut être une distillation extractive. Le E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) peuvent être récupérés en 37 via le conduit 35 pour être incinérés ou purifiés.

10 La Fig. 3 illustre schématiquement selon un mode de réalisation particulier de la présente invention un dispositif de purification 7. Une cuve de stockage 41 comprend 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234yf), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), HF et des impuretés ayant un point d'ébullition inférieur à celui du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (par ex. HCl). Ce mélange est acheminé vers la colonne de

15 distillation 43 via le conduit 42. Les impuretés ayant un point d'ébullition inférieur à celui du 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène sont évacuées en 45 via le conduit 44. Les autres constituants du mélange sont acheminés vers la colonne de distillation 47 via le conduit 46. Un courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène et de faibles quantités de trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), HF est récupéré en tête de colonne

20 de distillation pour être acheminé vers le dispositif 50 via la conduite 48. Un courant comprenant la majorité du trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), HF est récupéré en pied de colonne de distillation 47 pour être recyclé via la conduite 10 (Figure 1). Le dispositif 50 permet la mise en contact entre le courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène et de faibles quantités de trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE),

25 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), HF et une solution d'acide fluorhydrique 51 ou issue du dispositif 53 via la conduite 67 ayant une concentration variant entre 65 et 75% en poids. Le dispositif 50 peut être par exemple un hydrolaveur. La mise en contact génère la formation d'un courant diphasique qui est acheminé vers un dispositif de stockage 53 par la conduite 52. La phase gazeuse dudit courant diphasique est acheminée par la conduite 54 vers la colonne

30 d'absorption 55 comprenant 3 étages d'absorption 56a, 56b et 56c. La colonne d'absorption 55 est également alimentée par un flux aqueux 57. Dans ce mode de réalisation, le flux aqueux 57 alimente la colonne d'absorption 55 en tête de colonne d'absorption 55, c'est-à-dire au-dessus des trois étages d'absorption 56a-56c. Alternativement, le flux aqueux 57 peut alimenter la

colonne d'absorption 55 au-dessus de chacun des étages d'absorption 56a-56c. Un courant gazeux comprenant 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propène est extrait en tête de colonne d'absorption 55 par la conduite 59 pour alimenter un dispositif de neutralisation 60. Le courant gazeux correspond audit courant **G1c''** selon la présente invention. En outre, en pied de colonne

5 d'absorption 55, une solution aqueuse d'acide fluorhydrique correspondant audit courant **G1c'''** est recyclée vers le dispositif de stockage 53 par la conduite 58. Le courant **G1c''** est neutralisé dans le dispositif de neutralisation 60 par une solution alcaline de NaOH à 20%. La solution alcaline 66 alimente le dispositif de neutralisation 60 par l'intermédiaire de la conduite 63. Le courant neutralisé est évacué par la conduite 61 pour être séché en 62. Le courant neutralisé et

10 séché correspond au courant **G1c''''** selon le présent procédé. Celui-ci peut optionnellement être comprimé et liquéfié à une pression d'au plus 8 bara. Une solution alcaline usée 65 peut être extraite du dispositif de neutralisation 60 pour être soit recyclée via les conduites 64 et 63 ou évacuée via la conduite 64 pour traitement ultérieur. La phase liquide résultant du mélange dans le dispositif de stockage 53 de la phase liquide du courant diphasique et du courant **G1c''''**

15 venant de la colonne d'absorption 55 est acheminée vers une colonne de distillation 70 via la pompe 68 et la conduite 69 pour former le courant **G2c** récupéré en tête de colonne de distillation 71 et le courant **G3c** récupéré en pied de colonne de distillation 72. La pompe 68 peut également être configurée pour acheminer la phase liquide résultant du mélange dans le dispositif de stockage 53 de la phase liquide du courant diphasique et du courant **G1c''''** venant

20 de la colonne d'absorption 55 vers le dispositif 50 via la conduite 67. Le courant **G1c''''** obtenu en 62 est envoyé vers une colonne de distillation extractive 80 (Figure 4). L'agent d'extraction organique 89 est mélangé au courant **G1c''''** avant d'entrer dans la colonne de distillation extractive 80. Le courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane est récupéré en tête de colonne de distillation 80 pour être acheminé vers

25 la colonne de distillation 82 via la conduite 81. Le courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane est séparé par la colonne de distillation 82 pour former un courant 83 comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène en tête de colonne de distillation et un courant 84 comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane en pied de colonne de distillation. Le courant comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoropropène et l'agent d'extraction organique est récupéré en pied de colonne de distillation 80 pour être acheminé vers la colonne

30 de distillation 87 via la conduite 86. Un courant 85 comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoropropène est récupéré en tête de colonne de distillation. L'agent d'extraction organique est récupéré en

ped de la colonne de distillation 87 et est recyclé vers la colonne de distillation 80 via la conduite 88.

Revendications

1. Procédé de production et de purification du 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) mis en œuvre à partir d'une composition de départ comprenant au moins un composé de formule (I)
- 5 $\text{CH}_{(n+2)}(\text{X})_m\text{-CH}_p(\text{X})_{(n+1)}\text{-CX}_{(3+p-m)}$ où X représente indépendamment F ou Cl ; n, m, p sont indépendamment les uns des autres 0 ou 1 avec $(n+m) = 0$ ou 1, $(n+p) = 0$ ou 1 et $(m-p) = 0$ ou 1, au moins un X étant Cl,; ledit procédé comprenant les étapes de :
- a) mise en contact, en présence d'un catalyseur, de la composition de départ avec HF pour produire une composition **A** comprenant HCl, une partie du HF n'ayant pas réagi, 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), des produits intermédiaires **B** consistant
- 10 en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène (1233xf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb), et des produits secondaires **C** consistant en E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE), trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa);
- b) récupération de ladite composition **A** et purification, de préférence distillation, de celle-ci pour former et récupérer un premier courant gazeux **G1** comprenant HCl, 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie du HF n'ayant pas réagi, une partie des produits intermédiaires **B** et une partie des produits secondaires **C** ; et un courant, de préférence liquide, **L1** comprenant une partie du HF n'ayant pas réagi,
- 15 une partie des produits intermédiaires **B** et une partie des produits secondaires **C** ; caractérisé en ce que ledit premier courant gazeux **G1** purifié par les étapes suivantes :
- b1) distillation du courant gazeux **G1** pour récupérer un courant **G1a** comprenant du HCl, avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **G1b** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie du HF n'ayant pas réagi, ladite une partie des produits
- 20 intermédiaires **B** et ladite une partie des produits secondaires **C**, avantageusement en bas de colonne de distillation, de préférence le courant **G1b** est liquide ;
- b2) distillation dudit courant **G1b** obtenu à l'étape b1) pour former un courant **G1c** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une partie dudit HF n'ayant pas réagi, une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits
- 30 secondaires **C**, avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **G1d** comprenant une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**, avantageusement en bas de colonne de distillation, de préférence le courant **G1d** est recyclé à l'étape a), en particulier le courant **G1d** est liquide ;

b3) mise en contact du courant **G1c** avec une solution aqueuse d'acide fluorhydrique de concentration supérieure à 40% pour former un courant **G1c'** diphasique comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), de l'acide fluorhydrique, une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C**,

5 b4) stockage dudit courant **G1c'** diphasique dans un réservoir tampon, ledit second courant diphasique étant constitué d'une phase liquide et d'une phase gazeuse,

b5) passage de ladite phase gazeuse dudit courant **G1c'** dans une colonne d'absorption alimentée à contre-courant par un flux aqueux pour former un courant **G1c''** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une
10 portion de ladite partie des produits secondaires **C** et un courant **G1c'''** comprenant HF, de préférence le courant **G1c'''** est liquide .

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes :

b6) neutralisation dudit courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) par une solution aqueuse
15 alcaline pour former un courant neutralisé, et

b7) séchage dudit courant neutralisé obtenu à l'étape b6), de préférence sur tamis moléculaire, pour former un courant neutralisé et séché **G1c''''**.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la
20 solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisé à l'étape (b3) est à une température comprise entre 0 à 30°C avant sa mise en contact avec le courant **G1c**.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que ledit
25 courant diphasique consiste en une phase gazeuse comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C** et une phase liquide comprenant de l'acide fluorhydrique et moins de 5% en poids de composés organiques sélectionnés parmi le groupe consistant en 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), une portion de ladite partie des produits intermédiaires **B** et une portion de ladite partie des produits secondaires **C** sur base du poids total de ladite phase
30 liquide.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide dudit courant **G1c'** et du courant

G1c''' est distillée pour former un courant **G2c**, de préférence en tête de colonne de distillation, comprenant de l'acide fluorhydrique contenant moins de 500 ppm d'eau et un courant **G3c**, de préférence en pied de colonne de distillation, comprenant de l'acide fluorhydrique sous forme d'une solution aqueuse de concentration inférieure à 50% en poids.

5

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le courant **G1c''** ou le courant **G1c''''** comprend moins de 5% en poids d'acide fluorhydrique sur base du poids total dudit courant **G1c''** ou dudit courant **G1c''''**.

10

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le procédé comprend une étape c), subséquente à l'étape b5) ou à l'étape b7), dans laquelle le courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) ou le courant **G1c''''** obtenu à l'étape b7) comprend 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) ; et ledit courant **G1c''** ou **G1c''''** est distillé pour former un courant **G1e** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) et un courant **G1f** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), avantageusement le courant **G1f** obtenu à l'étape c) est séparé par distillation extractive.

15

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes 1 à 6 caractérisé en ce que le procédé comprend une étape c), subséquente à l'étape b5) ou à l'étape b7), dans laquelle le courant **G1c''** obtenu à l'étape b5) ou le courant **G1c''''** obtenu à l'étape b7) comprend 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf), 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) ; et ledit courant **G1c''** ou **G1c''''** est distillé pour former un courant **G1e'** comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène (1234yf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et un courant **G1f'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), avantageusement le courant **G1c''** ou **G1c''''** est distillé par distillation extractive.

20

25

9. Procédé selon la revendication précédente caractérisé en ce que le courant **G1c''** ou **G1c''''** est distillé par distillation extractive suivant les étapes :

30

- c1') mise en contact dudit courant **G1c''** ou **G1c''''** avec un agent d'extraction organique pour former un courant **G1g'**, et
- c2') distillation extractive du courant **G1g'** pour former le flux **G1e'** comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène (1234yf) et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb),

avantageusement en tête de colonne de distillation, et le courant **G1h'** comprenant trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE) et ledit agent d'extraction organique, avantageusement en bas de colonne de distillation, de préférence le courant **G1h'** est liquide .

5

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que ledit courant liquide **L1** comprend une partie des produits intermédiaires **B** et tout ou partie des produits secondaires **C**, et une partie du courant liquide **L1** est porté à basse température, avantageusement entre -50°C et 20°C, pour former une première phase **L1a** comprenant une
10 partie du HF n'ayant pas réagi et une seconde phase **L1b** comprenant lesdits produits intermédiaires **B** et lesdits produits secondaires **C** ; optionnellement ou non, ledit courant **G1d** formé à l'étape b2) est mélangé au courant liquide **L1** avant que ce dernier soit porté à basse température, avantageusement ladite première phase **L1a** est recyclée à l'étape a).

15 11. Procédé selon la revendication précédente caractérisé en ce que ladite seconde phase **L1b** est distillée pour récupérer un courant **L1c** comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane (245cb) et trans-1,3,3,3-tetrafluoro-1-propène (1234zeE), avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **L1d** comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf), E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa) ;
20 avantageusement en bas de colonne de distillation, avantageusement ledit courant **L1c** est recyclé à l'étape a).

12. Procédé selon la revendication précédente caractérisé en ce que ledit courant **L1d** est séparé pour former un flux comprenant 2-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233xf) et un courant
25 comprenant E-1-chloro-3,3,3-trifluoro-1-propène (1233zdE) et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane (245fa), avantageusement la séparation dudit courant **L1d** est effectuée par distillation extractive.

1/4

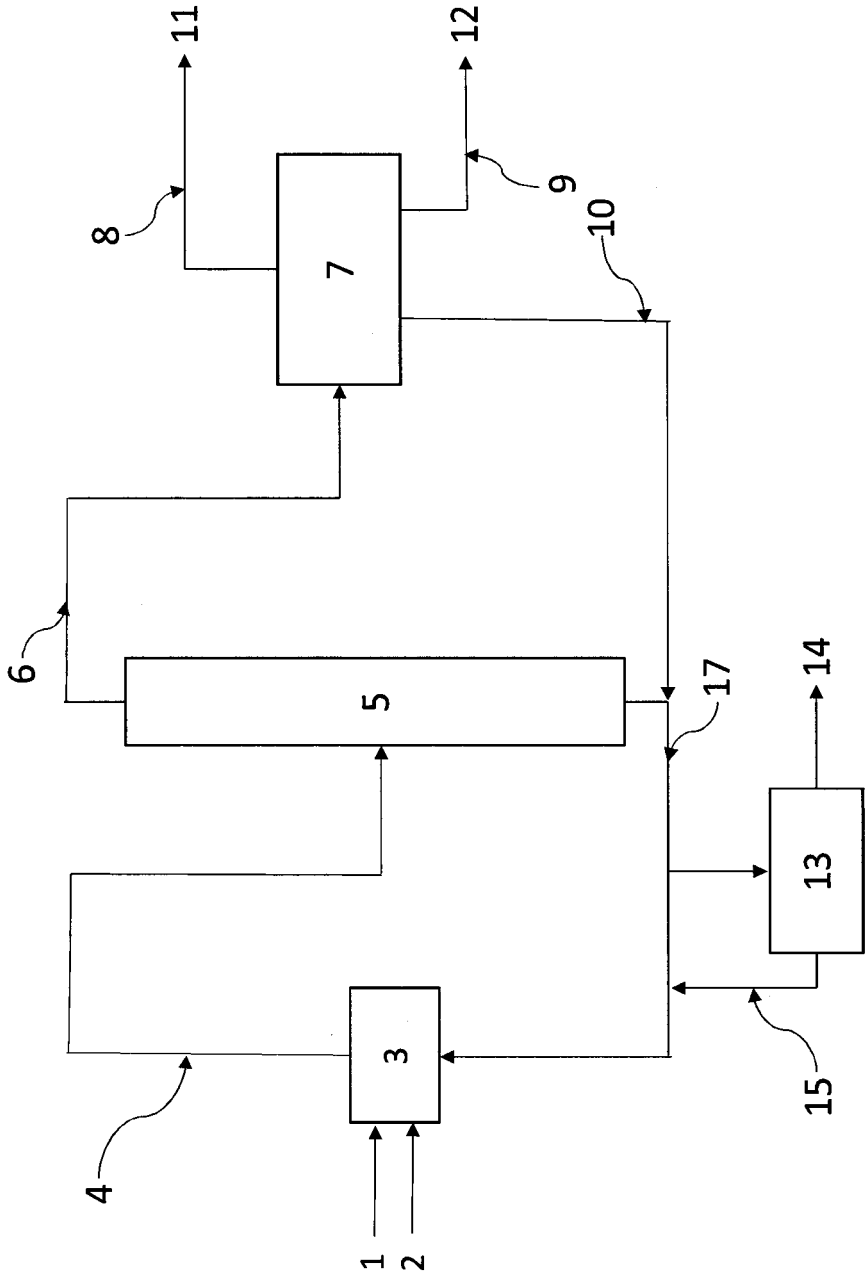


FIG. 1

2/4

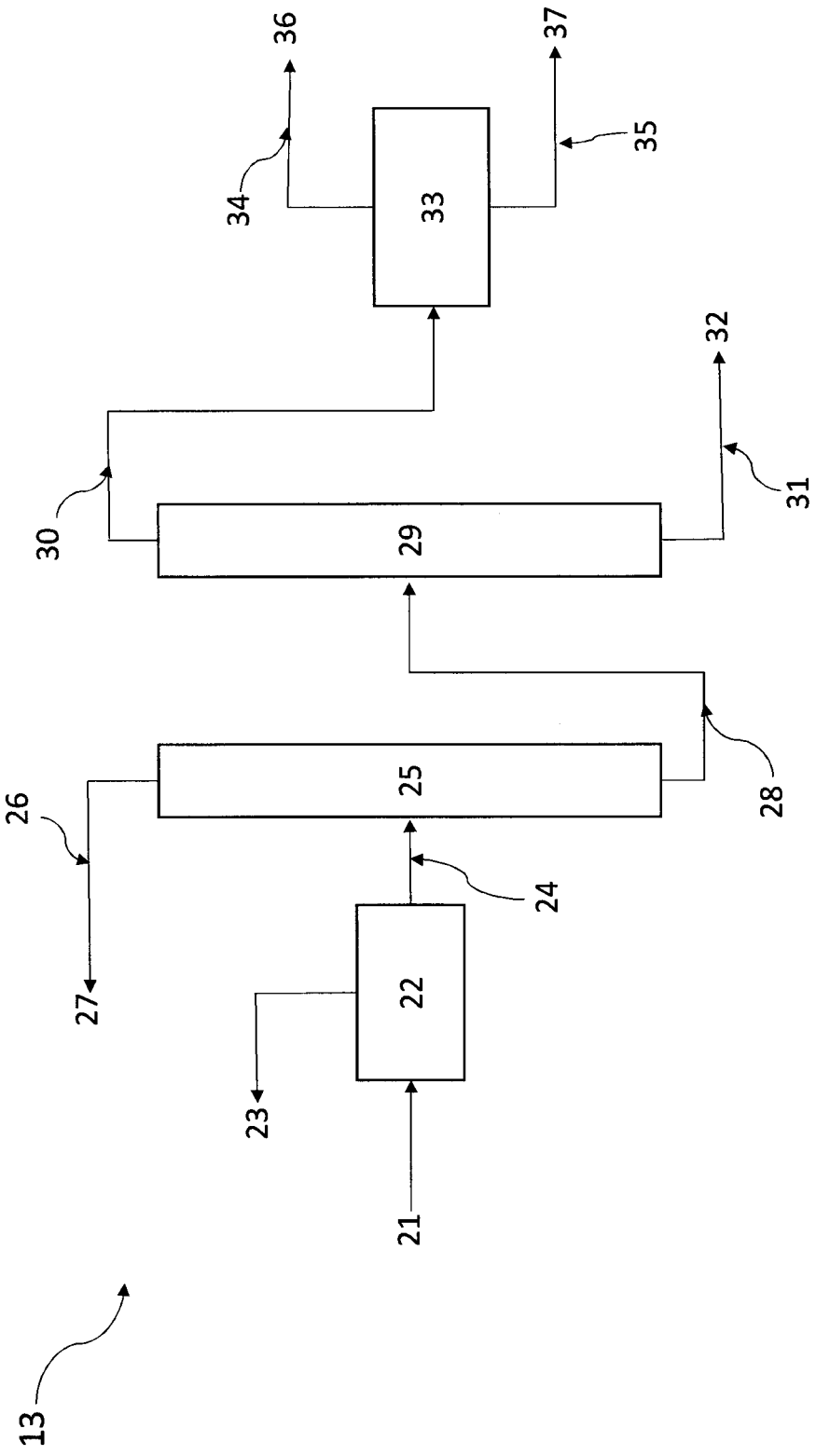


FIG. 2

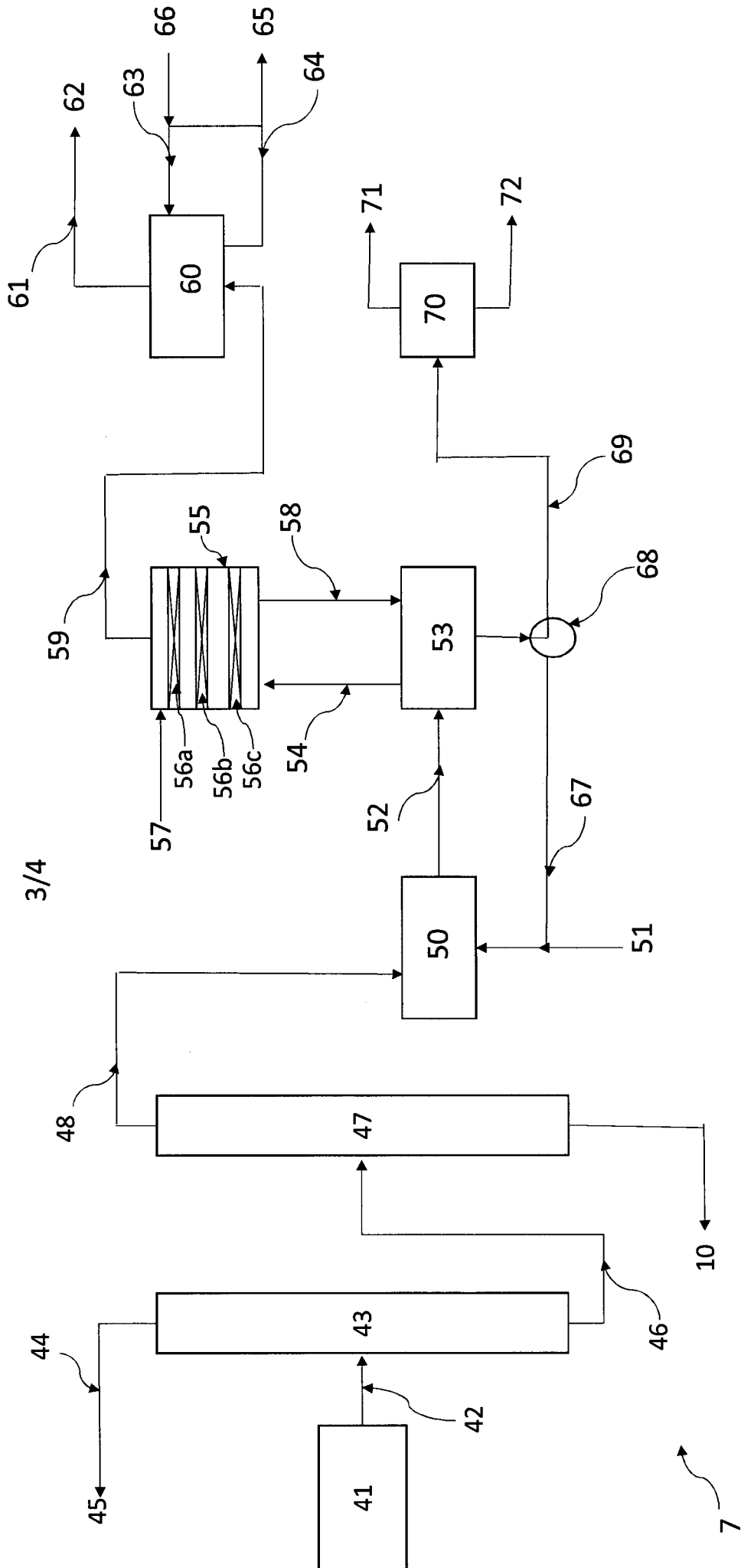


FIG. 3

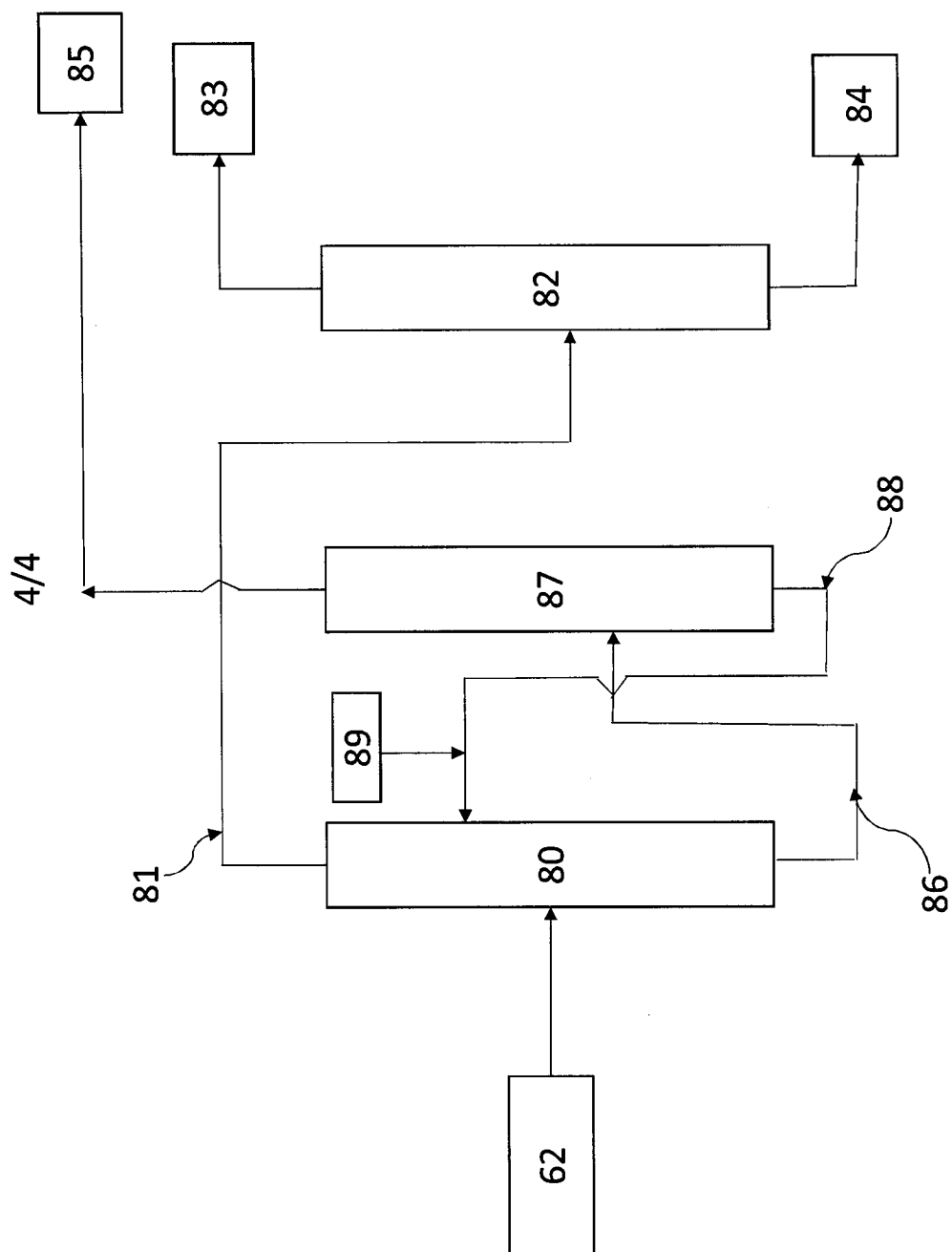


FIG. 4



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement national

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FA 836693
FR 1752581

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 2011/160499 A1 (WENDLINGER LAURENT [FR] ET AL) 30 juin 2011 (2011-06-30) * alinéa [0042] - alinéa [0043]; figures 2,3 * -----	1-12	C07C17/20 C07C17/25 C07C17/383 C07C17/38 C07C21/18
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C07C
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		8 décembre 2017	Lacombe, Céline
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1752581 FA 836693**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **08-12-2017**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2011160499 A1	30-06-2011	CN 102666452 A	12-09-2012
		EP 2516367 A1	31-10-2012
		ES 2556955 T3	21-01-2016
		HU E025859 T2	30-05-2016
		US 2011160499 A1	30-06-2011
		WO 2011077193 A1	30-06-2011
