

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la  
Propriété Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
04 octobre 2018 (04.10.2018)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 2018/178551 A1

(51) Classification internationale des brevets :  
C07C 17/20 (2006.01) C07C 17/383 (2006.01)

SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR,  
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR2018/050731

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(22) Date de dépôt international :  
27 mars 2018 (27.03.2018)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
1752578 28 mars 2017 (28.03.2017) FR

Publiée:  
— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(71) Déposant : ARKEMA FRANCE [FR/FR] ; 420 rue d'Estienne d'Orves, 92700 COLOMBES (FR).

(72) Inventeurs : DEUR-BERT, Dominique ; 284F Chemin du Montellier, 69390 CHARLY (FR). WENDLINGER, Laurent ; 18 Hameau des Pierres Blanches, 69510 SOUCIEU EN JARREST (FR).

(74) Mandataire : LECA, François ; ARKEMA FRANCE, DRD - DPI, 420, rue d'Estienne d'Orves, 92705 COLOMBES CEDEX (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF 2,3,3,3-TETRAFLUOROPROPENE

(54) Titre : PROCEDE DE PRODUCTION DU 2,3,3,3-TETRAFLUOROPROPENE.

(57) Abstract: The present invention relates to a method for the production of 2,3,3,3-tetrafluoropropene, comprising the steps of: a) bringing a compound of formula (I)  $CH_{(n+2)}(X)_m-CH_p(X)_{(n+1)}-CX_{(3+p-m)}$  into contact, in a reactor, with hydrofluoric acid, in which formula X represents independently F or Cl; n, m, p are, independently of one another, 0 or 1 with  $(n+m) = 0$  or 1,  $(n+p) = 0$  or 1 and  $(m-p) = 0$  or 1, at least one X being Cl, in order to produce a flow of products comprising 2,3,3,3-tetrafluoropropene, HCl and HF; b) cooling the flow of products obtained in step (a) to a temperature below 50°C; c) distilling the flow cooled in step (b) in order to form a first stream comprising HCl, and a second stream comprising 2,3,3,3-tetrafluoropropene and HF; d) distilling the second stream in order to form a third stream comprising 2,3,3,3-tetrafluoropropene and a fourth stream comprising HF. The method is characterised in that step (a) is carried out at a pressure greater than or equal to 7 bar, preferably at a pressure of between 7 and 25 bar, and more preferably between 7 and 15 bar.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoropropène comprenant les étapes de: a) mise en contact, dans un réacteur, d'un composé de formule (I)  $CH_{(n+2)}(X)_m-CH_p(X)_{(n+1)}-CX_{(3+p-m)}$  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, avec de l'acide fluorhydrique pour obtenir un flux de produits comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène, HCl et HF, b) refroidissement du flux de produits obtenu à l'étape a) à une température inférieure à 50°C, c) distillation du flux refroidi à l'étape b) pour former un premier courant comprenant HCl et un second courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et HF, d) distillation du second courant pour former un troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un quatrième courant comprenant HF; et caractérisé en ce que l'étape a) est mise en œuvre à une pression supérieure ou égale à 7 bars, de préférence à une pression de 7 à 25 bara, plus préférentiellement de 7 à 15 bara.



WO 2018/178551 A1

**Procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoropropène****Domaine technique de l'invention**

La présente invention concerne un procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoropropène, également nommé HFO-1234yf. En particulier, la présente invention concerne un procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoropropène mis en œuvre à haute pression, de préférence à une pression supérieure ou égale à 7 bara.

**Arrière-plan technologique de l'invention**

Les hydrofluorocarbures (HFC) et en particulier les hydrofluorooléfines (HFOs), telles que le 2,3,3,3-tetrafluoropropène (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 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 déhydrohalogénéation. Ce type de réaction est effectué en phase gazeuse ou en phase liquide et génère des impuretés qu'il faut par conséquent éliminer pour obtenir le composé désiré dans un degré de pureté suffisant pour les applications visées.

De nombreux procédés pour la production d'hydrofluorooléfines ont été développés. On connaît par exemple par WO2012/098420 la production de 2,3,3,3-tetrafluoropropène par un procédé de fluoration catalytique en phase gazeuse à partir du 1,1,1,2,3-pentachloropropane et/ou du 1,1,2,2,3-pentachloropropane. Le procédé est réalisé à une pression comprise entre 3 et 20 bars. Le flux de produits issus du réacteur de fluoration catalytique est purifié par distillation.

On connaît également par WO2013/114015 un procédé de production de 2,3,3,3-tetrafluoropropène en phase gazeuse à partir du 1,1,1,2,3-pentachloropropane et/ou du 1,1,2,2,3-pentachloropropane, le flux gazeux récupéré après la réaction est condensé partiellement pour former une fraction gazeuse et une fraction liquide, toutes deux étant comprimée avant d'être distillée.

On connaît également par WO 2007/138210 un procédé de production d'hydrofluorocarbures à partir d'hydrofluorochlorocarbure et d'acide fluorhydrique en phase gazeuse en présence d'un catalyseur. Le procédé est effectué à une pression de 1 à 3 bar. Le flux gazeux sortant du réacteur est comprimé à l'aide d'un compresseur avant d'être envoyé à la  
5 colonne de distillation.

Les procédés de l'art antérieur peuvent être simplifiés afin d'améliorer et d'augmenter la viabilité industrielle de ceux-ci.

### Résumé de l'invention

10 Selon un premier aspect, la présente invention fournit un procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoropropène comprenant les étapes de :

a) mise en contact en phase gazeuse d'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  
15 Cl, avec de l'acide fluorhydrique pour obtenir un flux de produits comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène, HCl et HF,

b) refroidissement du flux de produits obtenu à l'étape a) à une température inférieure à 100°C, de préférence à une température inférieure à 70°C,

c) distillation du flux refroidi à l'étape b) pour former un premier courant comprenant HCl et un second courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et HF,  
20

d) distillation du second courant pour former un troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un quatrième courant comprenant HF ;

caractérisé en ce que l'étape a) est mise en œuvre à une pression supérieure ou égale à 7 bara, de préférence à une pression de 7 à 25 bara, plus préférentiellement de 7 à 20 bara.

25 Selon un mode de réalisation préféré, à l'étape b) le flux de produits est refroidi à une température inférieure à 50°C.

Selon un mode de réalisation préféré, la température en tête de colonne de distillation à l'étape c) est comprise entre -30°C et -60°C. De préférence, la pression en tête de colonne de distillation est comprise entre 4 et 10 bara.

30 Selon un mode de réalisation préféré, le premier courant comprenant HCl est récupéré à l'étape c) en tête de colonne de distillation et est porté à une température comprise entre -40°C et 20°C avant d'être purifié selon les étapes suivantes :

i) hydrolyse catalytique ;

- ii) lavage par une solution acide ;
- iii) adsorption d'impuretés par du charbon actif ;
- iv) absorption adiabatique ou isotherme de l'acide chlorhydrique dans une solution aqueuse, permettant de collecter une solution d'acide chlorhydrique.

5 Selon un mode de réalisation préféré, le composé de formule (I) est sélectionné parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,3-pentachloropropane, 1,1,2,3-tetrachloropropène, 2,3,3,3-tetrachloropropène, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 2-chloro-1,1,1,2-tetrafluoropropane, 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropane et 1,1,1,2,2-pentachloropropane ou un mélange de ceux-ci ; et l'étape a) est mise en œuvre en présence ou en absence d'un catalyseur pour produire un flux  
10 de produits comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène, HCl, HF et également au moins un des composés choisi parmi le groupe consistant en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,1,1,3,3-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane, 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane, trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène et 1-chloro-3,3,3-trifluoropropène.

15 Selon un mode de réalisation préféré, le quatrième courant comprenant HF est recyclé à l'étape a).

Selon un mode de réalisation préféré, le troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène est purifié par décantation à une température comprise entre -50°C et 0°C pour former une phase inférieure comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et une phase  
20 supérieure comprenant HF, optionnellement recyclée à l'étape a).

Selon un autre mode de réalisation préféré, le troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène est purifié par les étapes suivantes :

- i') mise en contact dudit troisième courant avec une solution aqueuse d'acide fluorhydrique de concentration supérieure à 40% pour former un courant diphasique comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et HF,  
25
- ii') stockage dudit courant diphasique dans un réservoir tampon, ledit courant diphasique étant constitué d'une phase gazeuse **G1** et d'une phase liquide **L1**,
- iii') passage de ladite phase gazeuse **G1** dudit courant diphasique dans une colonne d'absorption alimentée à contre-courant par un flux aqueux pour former un courant gazeux **G2** comprenant  
30 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un courant aqueux **L2** comprenant HF.

Selon un mode de réalisation préféré, ladite phase inférieure ou ladite phase **G1** et ledit courant **G2** comprennent également, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et 1,3,3,3-tetrafluoropropène.

Avantageusement, la phase inférieure, ladite phase gazeuse **G1** ou ledit courant **G2** peut être distillée par distillation extractive pour former un courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et un courant comprenant 1,3,3,3-tetrafluoropropène ; de préférence la distillation extractive est effectuée en présence d'un agent d'extraction organique sélectionné parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, diethylether, n-propylamine, diethylamine, diethoxyméthane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-methoxyethanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 1,1-diethoxyéthane, triméthoxyméthane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoéthane, 1-methoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, n-butylacetate, 2-methoxy-1-propanol, hexanal.

### Brève description des dessins

La Fig. 1 représente schématiquement un procédé de production de 2,3,3,3-tetrafluoropropène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention.

La Fig. 2 représente schématiquement un procédé de production et de purification de 2,3,3,3-tetrafluoropropène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention.

La Fig. 3 représente schématiquement un dispositif d'élimination de l'acide fluorhydrique selon un mode de réalisation particulier de la présente invention.

### 20 Description détaillée de l'invention

La présente invention concerne un procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoropropène. Le présent procédé comprend à l'étape a) la mise en contact d'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, avec de l'acide fluorhydrique pour obtenir un flux de produits comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène, HCl et HF. L'étape a) du présent procédé peut être mise en œuvre à une température de 200 à 450°C, avantageusement de 250 à 400°C, de préférence de 280 à 380°C. L'étape a) du présent procédé peut être mise en œuvre à un temps de contact de 3 à 100 s, avantageusement de 4 à 75 s, de préférence de 5 à 50 s. L'étape a) du présent procédé peut être mise en œuvre avec un rapport molaire HF/composé de formule (I) de 3 : 1 à 150 : 1, avantageusement de 4 : 1 à 125 : 1, de préférence de 5 : 1 à 100 : 1. Le procédé, de préférence l'étape a), peut être mis en œuvre en présence d'un inhibiteur de polymérisation, de préférence sélectionné parmi le groupe consistant en p-méthoxyphénol, t-amylphénol,

limonène, d,1-limonene, quinones, hydroquinones, époxydes, amines et les mélanges de ceux-ci. L'étape a) du présent procédé peut être mise en œuvre en présence d'oxygène ou de chlore, avantageusement de 0.005 à 15 mole %, de préférence de 0.5 à 10 mole % d'oxygène ou de chlore par mole de composé de formule (I).

5 De préférence, le composé de formule (I) est sélectionné parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,3-pentachloropropane, 1,1,2,3-tetrachloropropène, 2,3,3,3-tetrachloropropène, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 2-chloro-1,1,1,2-tetrafluoropropane et 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropane, 1,1,1,2,2-pentachloropropane ou un mélange de ceux-ci. En particulier, le composé de formule (I) est 1,1,1,2,3-pentachloropropane, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène ou  
10 1,1,2,3-tetrachloropropène.

L'étape a) est mise en œuvre à une pression supérieure ou égale à 7 bara, de préférence de 7 à 25 bara, en particulier de 7 à 20 bara.

La mise en œuvre de l'étape a) à une pression mentionnée ci-dessus permet d'éviter l'utilisation d'un compresseur avant d'opérer la distillation de l'étape c). La mise en œuvre de  
15 l'étape a) à ladite pression est ainsi suffisante pour avoir une température de tête de la colonne de distillation de l'étape c) moins froide que la normale et donc de pouvoir utiliser des groupes froids (associés à cette tête de colonne pour condenser le reflux) relativement conventionnels.

L'étape a) est mise en œuvre en phase gazeuse ou en phase liquide.

L'étape a) du présent procédé peut être mise en œuvre en phase liquide en présence  
20 d'un catalyseur. Le catalyseur peut être un acide de Lewis, un catalyseur contenant un halogénure d'un métal, en particulier un halogénure d'antimoine, étain, tantale, titane, d'un métal de transition tel que le molybdène, niobium, fer, césium, oxydes de métaux de transition, les halogénures de métaux du groupe IVb, les halogénures de métaux du groupe Vb, fluorure de chrome, oxydes de chrome fluorés ou un mélange de ceux-ci. Par exemple, le catalyseur peut  
25 être  $SbCl_5$ ,  $SbCl_3$ ,  $TiCl_4$ ,  $SnCl_4$ ,  $TaCl_5$ ,  $NbCl_5$ ,  $TiCl_4$ ,  $FeCl_3$ ,  $MoCl_6$ ,  $CsCl$ , et les composés fluorés correspondants. Le catalyseur peut contenir un liquide ionique tel que décrit par exemple dans les demandes WO2008/149011 (en particulier de la page 4, ligne 1 à la page 6 ligne 15, inclus par référence) et WO01/81353, ainsi que la référence « liquid-phase HF Fluorination », Multiphase Homogeneous Catalysis, Ed. Wiley-VCH, (2002), 535. En phase liquide, l'étape a)  
30 peut être mise en œuvre à une température comprise entre 30 et 200°C, avantageusement entre 40°C et 170°C, de préférence entre 50 et 150°C. De préférence, le ratio molaire HF/composé de formule (I) peut être de 0,5 :1 à 50 :1, avantageusement de 3 :1 à 20 :1 et de préférence de 5 :1 à 15 :1.

De préférence, l'étape a) du présent procédé est effectuée en phase gazeuse. L'étape a) du présent procédé peut être mise en œuvre en présence ou non d'un catalyseur.

Lorsqu'elle est réalisée en phase gazeuse et en l'absence de catalyseur, l'étape a) peut être mise en œuvre avec un ratio molaire HF/composé de formule (I) de 3 :1 à 150 :1, et de préférence à une température de 200 à 450°C, et de préférence de 300 à 430°C.

Lorsqu'elle est réalisée en phase gazeuse et en présence de catalyseur, l'étape a) peut être mise en œuvre en présence d'un catalyseur 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  $\text{FeCl}_3$ , 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  $\text{AlF}_3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 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 pour l'une quelconque des étapes de réaction 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 co-catalyseur choisi parmi les sels de Co,

Mn, Mg et Zn, de préférence Zn. Ledit co-catalyseur est de préférence présent dans une teneur de 1 à 10% en poids sur base du poids du catalyseur. 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 de l'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.

En présence d'un catalyseur, l'étape a) peut être mise en œuvre avec un rapport molaire HF:composé de formule (I) de 3:1 à 150:1, avantageusement de 4:1 à 125:1, de préférence de 5:1 à 100:1. En présence d'un catalyseur, l'étape a) peut être mise en œuvre à une pression supérieure ou égale à 7bara, avantageusement de 7 à 25 bara, de préférence de 7 à 20 bara. L'étape a) peut être mise en œuvre à une température de 200 à 450°C, avantageusement de 300 à 430°C, de préférence de 320 à 420°C. Le temps de contact (volume de catalyseur divisé par le débit total des réactifs, ajusté à la pression opérationnelle et la température) peut être de 3 à 100 s, avantageusement de 4 à 75 s, de préférence de 5 à 50 s.

De préférence, l'étape a) du présent procédé est mise en œuvre en phase gazeuse en présence d'un catalyseur et d'un composé de formule (I) choisi parmi le groupe consistant en 2,3,3,3-tétrachloropropène, 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropane, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,3-pentachloropropène, 1,1,2,3-tétrachloropropène, 1,1,1,2,2-pentachloropropène ou un mélange de ceux-ci pour produire un flux de produits comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène et également au moins un des composés choisi parmi le groupe consistant en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et 1,3,3,3-tétrafluoropropène.

En particulier, l'étape a) du présent procédé est mise en œuvre à en phase gazeuse en présence d'un catalyseur et d'un composé de formule (I) choisi parmi le groupe consistant en 2,3,3,3-tétrachloropropène, 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropane, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,3-pentachloropropène, 1,1,1,2,2-pentachloropropène ou 1,1,2,3-tétrachloropropène ou un mélange de ceux-ci pour produire un flux de produits comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène et également au moins un des composés choisi parmi le groupe

consistant en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,1,1,3,3-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane, 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane, trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène et 1-chloro-3,3,3-trifluoropropène.

5 L'étape a) du présent procédé peut être mise en œuvre en deux étapes selon la séquence suivante : a1) mise en contact du 2,3,3,3-tetrachloropropène, 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropane, 1,1,1,2,3-pentachloropropène, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,2-pentachloropropène ou 1,1,2,3-tetrachloropropène ou un mélange de ceux-ci avec HF pour former du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène ; et a2) mise en contact du 2-chloro-3,3,3-  
10 trifluoropropène obtenu avec HF pour former 2,3,3,3-tetrafluoropropène. L'étape a1) et l'étape a2) peuvent être mise en œuvre en phase gazeuse ou en phase liquide, de préférence en phase gazeuse. L'étape a1) et l'étape a2) peuvent être mise en œuvre en mode continu ou en mode discontinu avec optionnellement une étape de stockage ou purification du 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène.

15 L'étape a1) peut être mise en œuvre de préférence en phase gazeuse en présence ou non d'un catalyseur. Le catalyseur, lorsqu'il est présent peut être tel que décrit ci-dessus en relation avec l'étape a). L'étape a1) peut être mise en œuvre avec un rapport molaire HF:composé de formule (I) de 3:1 à 150:1, avantageusement de 4:1 à 125:1, de préférence de 5:1 à 100:1. L'étape a1) peut être mise en œuvre à une pression supérieure ou égale à 7 bara, avantageusement de 7 à 25 bara, de préférence de 7 à 20 bara. L'étape a1) peut être mise en  
20 œuvre à une température de 200 à 450°C, avantageusement de 300 à 430°C, de préférence de 320 à 420°C. Le temps de contact (volume de catalyseur divisé par le débit total des réactifs, ajusté à la pression opérationnelle et la température) peut être de 3 à 100 s, avantageusement de 4 à 75 s, de préférence de 5 à 50 s.

25 L'étape a2) peut être mise en œuvre de préférence en phase gazeuse en présence d'un catalyseur. Le catalyseur, lorsqu'il est présent peut être tel que décrit ci-dessus en relation avec l'étape a). L'étape a2) peut être mise en œuvre avec un rapport molaire HF: composé de formule (I) de 3:1 à 150:1, avantageusement de 4:1 à 125:1, de préférence de 5:1 à 100:1. L'étape a1) peut être mise en œuvre à une pression supérieure ou égale à 7 bara, avantageusement de 7 à  
30 25 bara, de préférence de 7 à 20 bara. L'étape a2) peut être mise en œuvre à une température de 200 à 450°C, avantageusement de 300 à 430°C, de préférence de 320 à 420°C. Le temps de contact (volume de catalyseur divisé par le débit total des réactifs, ajusté à la pression

opérationnelle et la température) peut être de 3 à 100 s, avantageusement de 4 à 75 s, de préférence de 5 à 50 s.

L'étape a1) et l'étape a2) peuvent être mises en œuvre dans deux réacteurs disposés en série.

5 L'étape b) du présent procédé consiste en un refroidissement du flux de produits obtenu à l'étape a) à une température inférieure à 100°C. Avantageusement, le flux de produits obtenu à l'étape a) est refroidi à une température inférieure à 95°C, inférieure à 90°C, inférieure à 85°C, inférieure à 80°C, inférieure à 75°C, inférieure à 70°C, inférieure à 65°C, inférieure à 60°C, inférieure à 55°C, inférieure à 50°C, inférieure à 45°C, inférieure à 40°C, inférieure à 35°C, 10 inférieure à 30°C, inférieure à 25°C, inférieure à 20°C, inférieure à 15°C, inférieure à 10°C, inférieure à 5°C ou inférieure à 0°C. Le refroidissement du flux de produits obtenu à de telles températures facilite la distillation ultérieure de l'étape c).

Le refroidissement de flux de produits peut être effectué grâce à un ou une pluralité d'échangeurs de chaleur. Le refroidissement de flux de produits peut être effectué en faisant 15 passer le flux de produits obtenu à l'étape a) au travers de un, deux, trois, quatre, cinq, six, sept, huit, neuf ou dix échangeurs de chaleur, de préférence le nombre d'échangeurs de chaleur est compris entre 2 et 8, en particulier entre 3 et 7.

A l'étape c), le flux refroidi à l'étape b) peut être ensuite distillé pour former un premier courant comprenant HCl et un second courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et HF. 20 De préférence, la température en tête de colonne de distillation peut être comprise entre -10°C et -70°C, plus préférentiellement entre -15°C et 65°C, en particulier entre -20°C et -60°C, plus particulièrement entre -25°C et -60°C, de manière privilégiée entre -30°C et -60°C. La température en tête de colonne de distillation est conditionnée par la pression à laquelle l'étape a) est mise en œuvre. Un groupe froid peut être utilisé en tête de colonne de distillation pour 25 condenser une partie du flux gazeux sortant en tête de la colonne de façon à créer un reflux liquide qui est renvoyé vers la tête de la colonne. La pureté du courant comprenant HCl est supérieure à 98%, c'est-à-dire que ledit courant comprend au moins 98% en poids d'acide chlorhydrique sur base du poids total de celui-ci. Selon un mode de réalisation préféré, la pression en tête de colonne de distillation peut être comprise entre 2 et 20 bara, 30 avantageusement entre 3 et 15 bara, de préférence entre 4 et 10 bara.

Ainsi, selon un mode de réalisation préféré, à l'étape c), le flux de produits refroidi à l'étape b) peut être distillé à température en tête de colonne de distillation comprise entre -10°C et -70°C, plus préférentiellement entre -15°C et 65°C, en particulier entre -20°C et -60°C,

plus particulièrement entre -25°C et -60°C, de manière privilégiée entre -30°C et -60°C et une pression en tête de colonne de distillation comprise entre 2 et 20 bara, avantageusement entre 3 et 15 bara, de préférence entre 4 et 10 bara ; pour former un premier courant comprenant HCl et un second courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et HF.

5 De préférence, le premier courant comprenant HCl peut être récupéré à l'étape c) en tête de colonne de distillation. De préférence, après avoir été récupéré en tête de colonne de distillation, le premier courant est porté à une température comprise entre -40°C et 20°C. Le premier courant peut être ensuite purifié selon les étapes suivantes :

- i) hydrolyse catalytique ;
- 10 ii) lavage par une solution acide ;
- iii) adsorption d'impuretés par du charbon actif ;
- iv) absorption adiabatique ou isotherme de l'acide chlorhydrique dans une solution aqueuse, permettant de collecter une solution d'acide chlorhydrique.

De préférence, l'étape d'hydrolyse catalytique i) est effectuée sur un lit de charbon actif.

15 La température de l'étape i) d'hydrolyse catalytique est de préférence de 100 à 200°C, notamment de 120 à 170°C, et plus particulièrement de 130 à 150°C. La pression est de préférence de 0,5 à 3 barg, notamment de 1 à 2 barg. L'étape i) est réalisée dans une unité dédiée à cet effet. Le temps de séjour du premier courant dans l'unité est de préférence de 1 s à 1 min, notamment de 2 s à 30 s, plus particulièrement de 4 s à 15 s, et tout particulièrement

20 de 5 s à 10 s. De préférence, la solution acide utilisée lors de l'étape de lavage ii) est une solution d'acide chlorhydrique et de préférence provient de la solution d'acide chlorhydrique collectée à l'issue de l'étape d'absorption adiabatique ou isotherme. A titre de solution acide, on peut notamment utiliser une solution d'HCl, à une concentration massique pouvant aller par exemple de 5 à 60 %, notamment de 10 à 50 %, plus préférentiellement de 20 à 45 % et en particulier de

25 30 à 35 %. Le lavage par la solution acide est de préférence mis en œuvre à une température de 5 à 50°C, et plus particulièrement de 7 à 40°C ; et/ou à une pression de 0,1 à 4 barg, de préférence de 0,3 à 2 barg, plus préférentiellement de 0,5 à 1,5 barg. De préférence, de l'acide borique est ajouté à la solution acide utilisée pour l'étape de lavage. Un ajout d'acide borique au stade du lavage par la solution acide permet de complexer des ions fluorures. Par exemple,

30 la solution acide peut contenir de 2000 à 8000 ppm de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>. La réaction d'absorption de l'HCl, à l'étape iv), dans l'eau étant exothermique, il est préférable de limiter la pression à laquelle cette opération est conduite. En général, la pression est inférieure à 2 barg et de préférence inférieure à 1,5 barg. De cette façon la température d'absorption n'excède pas 130°C, et de

préférence 120°C. Optionnellement, la solution d'acide chlorhydrique obtenue à l'étape iv) peut être mise en contact avec un gel de silice.

Le second courant formé à l'étape c) peut comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène ou HF, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et  
5 1,3,3,3-tetrafluoropropène. En particulier, le second courant formé à l'étape c) peut comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène ou HF, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,1,1,3,3-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane, trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène et 1-chloro-3,3,3-trifluoropropène.

10 Le second courant formé à l'étape c) du présent procédé peut être récupéré en bas de colonne de distillation. Celui-ci peut être distillé pour former un troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un quatrième courant comprenant HF.

Le quatrième courant comprenant HF peut être recyclé à l'étape a). Outre HF, le quatrième courant peut comprendre au moins un des composés sélectionnés parmi le groupe  
15 consistant en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1-chloro-3,3,3-trifluoropropène, et 1,1,1,3,3-pentafluoropropane.

De préférence, le troisième courant est obtenu en tête de colonne de distillation. Comme mentionné ci-dessus, le troisième courant comprend 2,3,3,3-tetrafluoropropène. Le troisième courant peut également comprendre de l'acide fluorhydrique, de préférence en de  
20 faibles quantités. Ainsi, le troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène est purifié par décantation. En particulier, la décantation peut être mise en œuvre à une température comprise entre 0°C et -50°C, de préférence entre -5°C et -40°C. La décantation permet de former une phase supérieure comprenant HF et une phase inférieure comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène. Optionnellement, la phase inférieure peut être mise en contact avec de  
25 l'eau, puis traitée par une solution basique (par exemple 20% NaOH ou KOH) puis séchée. Le séchage peut être effectué en présence de sulfate de calcium, sulfate de sodium, sulfate de magnésium, chlorure de calcium, carbonate de calcium, gel de silice ou tamis moléculaire tel que la siliporite (3A). La phase supérieure comprenant HF peut être recyclée à l'étape a).

Le troisième courant formé à l'étape c) peut comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et 1,3,3,3-tetrafluoropropène. En particulier, le troisième courant formé à  
30 l'étape c) peut comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,3,3,3-

tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane et trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène.

Ainsi, ladite phase inférieure peut comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et  
5 1,3,3,3-tetrafluoropropène. En particulier, ladite phase inférieure peut comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane et trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène.

10 Alternativement, le troisième courant peut être purifié par les étapes suivantes :

i') mise en contact dudit troisième courant avec une solution aqueuse d'acide fluorhydrique de concentration supérieure à 40% pour former un courant diphasique comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et HF,

15 ii') stockage dudit courant diphasique dans un réservoir tampon, ledit courant diphasique étant constitué d'une phase gazeuse **G1** et d'une phase liquide **L1**,

iii') passage de ladite phase gazeuse **G1** dudit courant diphasique dans une colonne d'absorption alimenté à contre-courant par un flux aqueux pour former un courant gazeux **G2** comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un courant aqueux **L2** comprenant HF.

De préférence, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisée à l'étape i') est de  
20 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  
25 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 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  
30 55% et 85% en poids, entre 60% en poids et 80% en poids ou entre 65% en poids et 75% en poids.

L'étape i') du présent procédé permet la formation dudit second courant diphasique comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et de l'acide fluorhydrique. Ledit courant diphasique

consiste en une phase gazeuse **G1** et une phase liquide **L1**. La phase gazeuse peut comprendre 2,3,3,3-tetrafluoropropène. Optionnellement, la phase gazeuse **G1** peut comprendre de l'acide fluorhydrique. Lorsque la phase gazeuse **G1** comprend de l'acide fluorhydrique, la teneur de celui-ci est généralement faible, de préférence 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. De préférence, ladite phase **G1** comprend outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés organiques choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et 1,3,3,3-tetrafluoropropène. Ladite phase **G1** peut également comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane et trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène.

La phase liquide **L1** dudit courant diphasique peut comprendre de l'acide fluorhydrique. Ladite phase liquide **L1** peut comprendre optionnellement une faible quantité de 2,3,3,3-tetrafluoropropène, de préférence ladite phase liquide **L1** peut comprendre une teneur en 2,3,3,3-tetrafluoropropène inférieure à 5% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**, en particulier inférieure à 1% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**, plus particulièrement inférieure à 5000 ppm en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**, de manière privilégiée inférieure à 1000 ppm en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**, de manière plus privilégiée inférieure à 500 ppm en poids, de manière particulièrement privilégiée inférieure à 100 ppm sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**. Ladite phase liquide **L1** peut également comprendre des composés hydrocarbures différents du 2,3,3,3-tetrafluoropropène.

De préférence, ladite phase **L1** comprend outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés organiques choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et 1,3,3,3-tetrafluoropropène. Ladite phase **L1** peut également comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane et trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène.

Dans ce cas, ladite phase liquide **L1** peut comprendre une teneur en composés organiques inférieure à 5% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**, en

particulier inférieure à 1% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**, plus particulièrement inférieure à 5000 ppm en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**, de manière privilégiée inférieure à 1000 ppm en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**, de manière plus privilégiée inférieure à 500 ppm en poids, de manière  
5 particulièrement privilégiée inférieure à 100 ppm sur base du poids total de ladite phase liquide **L1**.

De préférence, la concentration en acide fluorhydrique dans ladite phase liquide **L1** dudit second courant diphasique est supérieure à la concentration de ladite solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisée à l'étape i'). Ladite phase liquide **L1** dudit second courant  
10 diphasique peut être avoir une concentration en acide fluorhydrique supérieure à 41% en poids sur base du poids total de ladite phase liquide **L1** dudit second courant diphasique. Avantageusement, ladite phase liquide **L1** dudit second courant diphasique peut avoir une concentration en acide fluorhydrique supérieure à 42%, 43%, 44%, 45%, 46%, 47%, 48%, 49%,  
15 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 **L1** dudit second courant diphasique. De préférence, ladite phase liquide **L1** dudit second courant diphasique peut 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,  
20 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 i').

De préférence, la solution aqueuse d'acide fluorhydrique utilisé à l'étape i') est à une température comprise entre -20°C à 80°C avant sa mise en contact avec ledit troisième courant,  
25 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 i'), avant sa mise en contact avec ledit troisième courant, 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,  
30 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 ledit troisième courant.

Comme mentionné ci-dessus, l'étape ii') du procédé selon la présente invention met en œuvre le stockage dudit second courant diphasique dans un réservoir tampon, ledit second courant diphasique étant constitué de ladite phase liquide **L1** et de ladite phase gazeuse **G1** telle que décrit ci-dessus.

5 Comme mentionné ci-dessus, l'étape iii') du procédé selon la présente invention met en œuvre, le passage de ladite phase gazeuse **G1** dudit second courant diphasique dans une colonne d'absorption alimenté à contre-courant par un flux aqueux pour former un courant gazeux **G2** comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un courant aqueux **L2** comprenant HF.

De préférence, le débit du flux aqueux utilisé à l'étape iii') est déterminé en fonction de  
10 la quantité d'acide fluorhydrique contenue dans ledit troisième courant. Ainsi, le rapport entre le débit du flux aqueux exprimé en kg/h alimentant la colonne d'absorption à l'étape (iii) et la quantité d'acide fluorhydrique dans ledit troisième courant exprimée en kg/h est compris entre 0,05 et 1,22. Avantageusement, le rapport entre le débit du flux aqueux alimentant la colonne d'absorption à l'étape iii') et la quantité d'acide fluorhydrique dans ledit troisième courant  
15 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 débit du flux aqueux alimentant la colonne d'absorption à l'étape iii') et la quantité d'acide fluorhydrique dans ledit troisième courant exprimée en kg/h peut être de 0,25, 0,26, 0,27, 0,28,  
20 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 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  
25 l'englobe pas.

Selon un mode de réalisation préféré, ladite colonne d'absorption mise en œuvre à l'étape iii') comprend au moins un étage d'absorption. Avantageusement, ladite colonne d'absorption mise en œuvre à l'étape iii') comprend au moins deux étages d'absorption. De préférence, ladite colonne d'absorption mise en œuvre à l'étape iii') comprend au moins trois  
30 étages d'absorption. Ladite colonne d'absorption mise en œuvre à l'étape iii') 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, avantageusement au moins deux étages d'absorption, de préférence au moins trois étages d'absorption, permet d'obtenir un courant **G2** ayant une faible teneur en acide fluorhydrique. Avantageusement, ledit courant **G2** comprend moins de 1000 ppm d'acide fluorhydrique en poids sur base du poids total dudit courant **G2**, 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 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 **G2** peut avoir une teneur en acide 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 **G2**.

De préférence, au moins 80% en poids de l'acide fluorhydrique éventuellement présent dans ladite phase gazeuse **G1** dudit second courant diphasique est absorbé par le premier étage d'absorption de ladite colonne d'absorption, en particulier au moins 85% en poids de l'acide fluorhydrique éventuellement présent dans ladite phase gazeuse **G1** 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 **G1** dudit second courant diphasique est absorbé par le premier étage 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.

De préférence, ladite phase **G1** et ladite phase **G2** comprennent outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et 1,3,3,3-tetrafluoropropène. Ladite phase **G1** et ladite phase **G2** peuvent également comprendre, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, au moins un des composés choisis parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane et trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **L2** est sous la forme d'une solution aqueuse d'acide fluorhydrique.

Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **L2** est recyclé à l'étape ii').

Avantageusement, ledit courant **L2** est une solution d'acide fluorhydrique de concentration inférieure à 30% en poids sur base du poids total dudit courant **L2**. De préférence, ledit courant **L2** est une solution d'acide fluorhydrique de concentration inférieure à 25% en poids sur base du poids total dudit courant **L2**. En particulier, ledit courant **L2** est une solution d'acide fluorhydrique de concentration comprise entre 5 et 25% en poids sur base du poids total dudit courant **L2**, plus particulièrement, entre 10 et 20% en poids sur base du poids total dudit courant **L2**.

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

iv') neutralisation dudit courant **G2** obtenu à l'étape iii') par une solution aqueuse alcaline pour former un courant neutralisé **G3**, et

v') séchage dudit courant neutralisé **G3** obtenu à l'étape iv'), de préférence sur tamis moléculaire pour former un courant neutralisé et séché **G4**.

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. Avantageusement, 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 **G3** formé à l'étape iv') comprend de préférence 2,3,3,3-tetrafluorpropène et optionnellement l'un quelconque des composés organiques décrits ci-dessus. La teneur en acide fluorhydrique dans ledit courant neutralisé **G3** est inférieure à la teneur en acide fluorhydrique dudit courant **G2**, avant sa neutralisation. Ledit courant neutralisé **G3** formé à l'étape iv') peut également contenir de l'eau.

Ledit courant neutralisé **G3** formé à l'étape iv') peut ainsi être séché à l'étape v') du présent procédé. De préférence, ledit courant neutralisé **G3** formé à l'étape iv') est séché sur tamis moléculaire. Par exemple, ledit courant neutralisé **G3** formé à l'étape iv') est séché sur tamis moléculaire de 3A, tel que la siliporite.

5 L'étape v') du présent procédé permet la formation d'un courant neutralisé et séché **G4** comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et optionnellement l'un quelconque des composés organiques décrits ci-dessus. Ledit courant **G4** peut ensuite être comprimé à une pression d'au plus 8 bara pour former un courant **G5** comprimé dans lequel 2,3,3,3-tetrafluoropropène et optionnellement l'un quelconque des composés organiques décrits ci-dessus sont sous forme  
10 liquide.

Selon un mode de réalisation préféré, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide **L1** avec ladite phase liquide **L2** est recyclée à l'étape i'). La phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide **L1** avec ladite phase liquide **L2** peut être avoir une concentration en acide fluorhydrique supérieure à 41% en poids sur base du poids total de ladite  
15 phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide **L1** avec ladite phase liquide **L2**. Avantagement, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide **L1** avec ladite phase liquide **L2** 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%,  
20 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 dudit courant **L2**. De préférence, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide **L1** avec ladite phase liquide **L2** peut 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  
25 sur base du poids total de la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide **L1** avec ladite phase liquide **L2**.

Selon un autre mode de réalisation préféré, la phase liquide résultant du mélange de ladite phase liquide **L1** avec ladite phase liquide **L2** est distillé pour former un courant **L3**, de préférence en tête de colonne de distillation. Avantagement, ledit courant **L3** comprend de  
30 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 **L3**.

Ledit courant **L3** 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 **L3**. Ledit courant **L3** 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 **L3**. 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 **L1** avec ladite phase liquide **L2** forme un courant **L4**, 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, le dit courant **L4** 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 **L4**. De préférence, le dit courant **L4** 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 **L4**. En particulier, le dit courant **L4** 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 **L4**. Ledit courant **L4** peut être commercialisé ou détruit par incinération.

Lorsque ladite phase inférieure ou ladite phase **G2**, **G3**, **G4** ou **G5** comprend 2,3,3,3-tetrafluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et 1,3,3,3-tetrafluoropropène, celle-ci peut être distillée par distillation extractive pour former un courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane ; et un courant comprenant 1,3,3,3-tetrafluoropropène. La distillation extractive de ladite phase inférieure ou ladite phase **G2**, **G3**, **G4** ou **G5** peut être effectuée en présence d'un agent d'extraction organique. Ledit agent d'extraction organique peut être sélectionné parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, diéthylether, n-propylamine, diéthylamine, propanone, méthylacetate,

butanone, diéthoxyméthane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-méthoxyethanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 1,1-diéthoxyéthane, triméthoxyméthane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoéthane, 1-méthoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, n-butylacetate, 2-méthoxy-1-propanol, hexanal. De préférence, ledit agent d'extraction organique  
5 peut être sélectionné parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, diéthylether, n-propylamine, diéthylamine, diéthoxyméthane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-méthoxyethanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 1,1-diéthoxyéthane, triméthoxyméthane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoéthane, 1-méthoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, n-butylacetate, 2-méthoxy-1-propanol, hexanal.

10 Alternativement, lorsque ladite phase inférieure ou ladite phase **G2**, **G3**, **G4** ou **G5** comprend 2,3,3,3-tetrafluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène et au moins un des composés sélectionné parmi le groupe consistant en 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane, 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane et trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène ; celle-ci peut être purifiée par  
15 distillation extractive. La distillation extractive de ladite phase inférieure ou ladite phase **G2**, **G3**, **G4** ou **G5** peut être effectuée en présence d'un agent d'extraction organique. Ledit agent d'extraction organique peut être sélectionné parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, diéthylether, n-propylamine, diéthylamine, propanone, methylacetate, butanone, diéthoxyméthane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-méthoxyethanamine, tert-  
20 butylacetate, 1,4-dioxane, 1,1-diéthoxyéthane, triméthoxyméthane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoéthane, 1-méthoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, n-butylacetate, 2-méthoxy-1-propanol, hexanal. De préférence, ledit agent d'extraction organique peut être sélectionné parmi le groupe consistant en éthylamine, isopropylamine, diéthylether, n-propylamine, diéthylamine, diéthoxyméthane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-  
25 méthoxyethanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 1,1-diéthoxyéthane, triméthoxyméthane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoéthane, 1-méthoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, n-butylacetate, 2-méthoxy-1-propanol, hexanal. Ainsi, la distillation extractive permet l'obtention d'un courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et 1,1,1,2,2-pentafluoropropène et d'un courant comprenant 1,3,3,3-tetrafluoropropène, l'agent  
30 d'extraction organique et ledit au moins un des composés sélectionné parmi le groupe consistant en 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane, 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane et trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène.

Ledit courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane est ensuite purifié, par exemple par distillation, pour former un courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un courant comprenant 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, ce dernier étant optionnellement recyclé à l'étape a).

5 La figure 1 représente schématiquement un procédé selon un mode de réalisation particulier de la présente invention. Le composé (I) est par exemple le 1,1,1,2,3-pentachloropropane. Un flux de composé (I) est introduit par la conduite 1 dans le dispositif réactionnel 3. Un flux d'acide fluorhydrique est introduit par la conduite 2 dans le dispositif réactionnel 3. Le dispositif réactionnel 3 peut comprendre un ou plusieurs réacteurs. Le flux de  
10 produits issus de la réaction entre le composé (I) et l'HF comprend HCl, HF et 2,3,3,3-tetrafluoropropène. Le flux de produits issus de la réaction entre le composé (I) et l'HF est transféré du dispositif réactionnel 3 vers un dispositif de refroidissement 5 via une conduite 4. Le flux de produits issus de la réaction entre le composé (I) et l'HF est ainsi refroidi à une température inférieure à 20°C avant d'être introduit dans une colonne de distillation 6 via une  
15 conduite 12. La colonne de distillation est configurée, comme expliqué ci-dessus, de sorte à permettre la séparation entre d'un côté l'acide chlorhydrique et d'un autre côté le 2,3,3,3-tetrafluoropropène et l'acide fluorhydrique. Le courant d'HCl est récupéré en tête de colonne de distillation et est acheminé vers un dispositif de purification 8 par une conduite 13. Un courant comprenant le 2,3,3,3-tetrafluoropropène et l'acide fluorhydrique est récupéré en bas  
20 de colonne de distillation pour être acheminé par une conduite 10 vers une colonne de distillation 7. La colonne de distillation 7 est configurée de sorte à séparer le 2,3,3,3-tetrafluoropropène et l'acide fluorhydrique. Le 2,3,3,3-tetrafluoropropène est récupéré en tête de colonne de distillation pour être acheminé vers un dispositif de purification 9 via une conduite 14. L'acide fluorhydrique récupéré en bas de colonne de distillation est recyclé vers le dispositif  
25 réactionnel 3 via la conduite 11. Le dispositif de purification 9 comprend notamment un dispositif d'élimination du HF et une ou plusieurs colonnes de distillation apte à purifier le courant comprenant le 2,3,3,3-tetrafluoropropène d'impuretés qu'il pourrait contenir, telles que par exemple le 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et/ou le 1,3,3,3-tetrafluoropropène. Ceci est notamment illustré à la figure 2.

30 Le dispositif de purification 9 comprend un dispositif d'élimination du HF 18 pour séparer d'un côté le 2,3,3,3-tetrafluoropropène, le 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et le 1,3,3,3-tetrafluoropropène et d'un autre côté le HF résiduel qui peut être recyclé vers le dispositif réactionnel 3 (non représenté). Le dispositif d'élimination du HF 18 peut être apte à permettre

la décantation du HF ou l'absorption du HF tel que décrit ci-dessus. Le courant comprenant le 2,3,3,3-tetrafluoropropène, le 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et le 1,3,3,3-tetrafluoropropène est acheminé vers une colonne de distillation 16 par une conduite 23. La colonne de distillation 16 est une colonne de distillation extractive. Un agent d'extraction 22 est ajouté au courant  
5 comprenant le 2,3,3,3-tetrafluoropropène, le 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et le 1,3,3,3-tetrafluoropropène. Un courant comprenant le 2,3,3,3-tetrafluoropropène et le 1,1,1,2,2-pentafluoropropane est récupéré en tête de colonne de distillation 16 et est acheminé par une conduite 19 vers une colonne de distillation 17 permettant la séparation entre le 2,3,3,3-tetrafluoropropène et le 1,1,1,2,2-pentafluoropropane. Un courant 20 comprenant le 2,3,3,3-tetrafluoropropène est récupéré en tête de colonne de distillation. Un courant 21 comprenant le 1,1,1,2,2-pentafluoropropane est récupéré en bas de colonne de distillation, et est, de préférence, recyclé vers le dispositif réactionnel 3 (non représenté). Le courant 24 récupéré en bas de colonne de distillation 16 comprend l'agent d'extraction organique et le 1,3,3,3-tetrafluoropropène. Ceux-ci sont séparés, par exemple par distillation, pour former un courant  
10 25 comprenant le 1,3,3,3-tetrafluoropropène. L'agent d'extraction organique est quant à lui recyclé en 22.

La figure 3 représente schématiquement un dispositif d'élimination de l'acide fluorhydrique 18 selon un mode de réalisation particulier, c'est-à-dire par absorption du HF. Le courant 31 comprend 2,3,3,3-tetrafluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène et HF, et est équivalent au courant 14 mentionné à la figure 1 et à la figure  
20 2. Celui-ci alimente un dispositif 32 dans lequel il est mis en contact avec une solution d'acide fluorhydrique 31' ou une solution d'acide fluorhydrique issue du dispositif 34 via la conduite 50 ayant une concentration variant entre 65 et 75% en poids. Le dispositif 32 peut être par exemple un hydrolaveur. La mise en contact entre la solution d'acide fluorhydrique 31' ou une solution  
25 issue du dispositif 34 via la conduite 50 et le courant 31 génère la formation d'un courant diphasique qui est acheminé vers un dispositif de stockage 34 par la conduite 43. Le dispositif de stockage 34 permet de séparer le courant diphasique en une phase gazeuse et une phase liquide. La phase gazeuse dudit courant diphasique est acheminée par la conduite 44 vers la colonne d'absorption 33 comprenant 3 étages d'absorption 51a, 51b et 51c. La colonne  
30 d'absorption 33 est également alimentée par un flux aqueux 37. Dans ce mode de réalisation, le flux aqueux 37 alimente la colonne d'absorption 33 en tête de colonne d'absorption 33, c'est-à-dire au-dessus des trois étages d'absorption 51a-51c. Alternativement, le flux aqueux 37 peut alimenter la colonne d'absorption 33 au-dessus de chacun des étages d'absorption 51a-51c. Un

courant gazeux comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène est extrait en tête de colonne d'absorption 33 par la conduite 46 pour alimenter un dispositif de neutralisation 35. En outre, en pied de colonne d'absorption 33, une solution aqueuse d'acide fluorhydrique est recyclée vers le dispositif de stockage 34 par la

5 conduite 45. La solution alcaline 38, par exemple une solution alcaline de NaOH à 20%, alimente le dispositif de neutralisation 35 par l'intermédiaire de la conduite 49. Le courant neutralisé est évacué par la conduite 47 et récupéré en 40 pour être séché sur tamis moléculaire de 3A. Ce dernier peut donc être comprimé et liquéfié à une pression d'au plus 8 bara. Le courant récupéré en 40 peut alimenter la colonne de distillation 16 décrite à la figure 2 via la conduite 23. Une

10 solution alcaline usée 39 peut être extraite du dispositif de neutralisation 35 pour être soit recyclée via les conduites 48 et 49 ou évacuée via la conduite 48 pour traitement ultérieur. La phase liquide du courant diphasique ou le mélange résultant de la phase liquide dudit courant diphasique et de la solution aqueuse 45 provenant de la colonne d'absorption 33 stocké dans le

15 dispositif de stockage 34 est acheminée vers une colonne de distillation 36 via la pompe 52 et la conduite 53 pour former le courant **L3** récupéré en tête de colonne de distillation 41 et le courant **L4** récupéré en pied de colonne de distillation 42. La pompe 52 peut également être configurée pour acheminer la phase liquide du courant diphasique stocké dans le dispositif de

20 stockage 34 vers le dispositif 32 via la conduite 50. La pompe 52 est ainsi configurée pour permettre l'alimentation de la colonne de distillation 36 et le dispositif 32 de manière alternée, de manière simultanée, de préférence de manière simultanée.

La présente invention permet ainsi de mettre en œuvre un procédé de production de 2,3,3,3-tetrafluoropropène plus simple et plus économique.

**Revendications**

1. Procédé de production du 2,3,3,3-tetrafluoropropène comprenant les étapes de :
  - a) mise en contact en phase gazeuse d'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, avec de l'acide fluorhydrique pour obtenir un flux de produits comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène, HCl et HF,
  - b) refroidissement du flux de produits obtenu à l'étape a) à une température inférieure à 100°C, de préférence à une température inférieure à 70°C,
  - c) distillation du flux refroidi à l'étape b) pour former un premier courant comprenant HCl et un second courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et HF,
  - d) distillation du second courant pour former un troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un quatrième courant comprenant HF ;
- 15 caractérisé en ce que l'étape a) est mise en œuvre à une pression supérieure ou égale à 7 bara, de préférence à une pression de 7 à 25 bara, plus préférentiellement de 7 à 20 bara.
  
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'à l'étape b) le flux de produits est refroidi à une température inférieure à 50°C.
- 20
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la température en tête de colonne de distillation à l'étape c) est comprise entre -30°C et -60°C.
  
4. Procédé selon la revendication précédente caractérisé en ce que la pression en tête de colonne de distillation est comprise entre 4 et 10 bara.
- 25
  
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le premier courant comprenant HCl est récupéré à l'étape c) en tête de colonne de distillation et est porté à une température comprise entre -40°C et 20°C avant d'être purifié selon les étapes
- 30 suivantes :
  - i) hydrolyse catalytique ;
  - ii) lavage par une solution acide ;
  - iii) adsorption d'impuretés par du charbon actif ;

iv) absorption adiabatique ou isotherme de l'acide chlorhydrique dans une solution aqueuse, permettant de collecter une solution d'acide chlorhydrique.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le  
5 composé de formule (I) est sélectionné parmi le groupe consistant en 1,1,1,2,3-pentachloropropane, 1,1,2,3-tetrachloropropène, 2,3,3,3-tetrachloropropène, 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène et 2-chloro-1,1,1,2-tetrafluoropropane, 1,2-dichloro-3,3,3-trifluoropropane, 1,1,1,2,2-pentachloropropane, ou un mélange de ceux-ci ; et l'étape a) est mise en œuvre en présence ou en absence d'un catalyseur pour produire un flux de produits comprenant 2,3,3,3-  
10 tetrafluoropropène, HCl, HF et également au moins un des composés choisi parmi le groupe consistant en 2-chloro-3,3,3-trifluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane, 1,1,1,3,3-pentafluoropropane, 1,3,3,3-tetrafluoropropène, 3,3,3-trifluoropropène, chlorométhane, 1,1-difluoroéthane, chloropentafluoroéthane, 1,1,1,2-tetrafluoroéthane, trans-1,2,3,3,3-pentafluoropropène et 1-chloro-3,3,3-trifluoropropène.

15

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le quatrième courant comprenant HF est recyclé à l'étape a).

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le  
20 troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène est purifié par décantation à une température comprise entre -50°C et 0°C pour former une phase inférieure comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et une phase supérieure comprenant HF, optionnellement recyclée à l'étape a).

25 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que le troisième courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène est purifié par les étapes suivantes :

i') mise en contact dudit troisième courant avec une solution aqueuse d'acide fluorhydrique de concentration supérieure à 40% pour former un courant diphasique comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et HF,

30 ii') stockage dudit courant diphasique dans un réservoir tampon, ledit courant diphasique étant constitué d'une phase gazeuse **G1** et d'une phase liquide **L1**,

iii') passage de ladite phase gazeuse **G1** dudit courant diphasique dans une colonne d'absorption alimenté à contre-courant par un flux aqueux pour former un courant gazeux **G2** comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et un courant aqueux **L2** comprenant HF.

5 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 9 caractérisé en ce que ladite phase inférieure ou ladite phase **G1** et ledit courant **G2** comprennent également, outre 2,3,3,3-tetrafluoropropène, 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et 1,3,3,3-tetrafluoropropène.

10 11. Procédé selon la revendication précédente caractérisé en ce que la phase inférieure, ladite phase gazeuse **G1** ou ledit courant **G2** est distillée par distillation extractive pour former un courant comprenant 2,3,3,3-tetrafluoropropène et 1,1,1,2,2-pentafluoropropane et un courant comprenant 1,3,3,3-tetrafluoropropène ; de préférence la distillation extractive est effectuée en présence d'un agent d'extraction organique sélectionné parmi le groupe consistant en  
15 éthylamine, isopropylamine, diethylether, n-propylamine, diethylamine, diethoxyméthane, isopropylacetate, 3-pentylamine, 2-methoxyethanamine, tert-butylacetate, 1,4-dioxane, 1,1-diethoxyéthane, trimethoxyméthane, n-pentylamine, 1,3-dioxane, sec-butylacetate, 1,2-diaminoéthane, 1-methoxy-2-propanol, 1,2-propanediamine, n-butylacetate, 2-methoxy-1-propanol, hexanal.

1/3

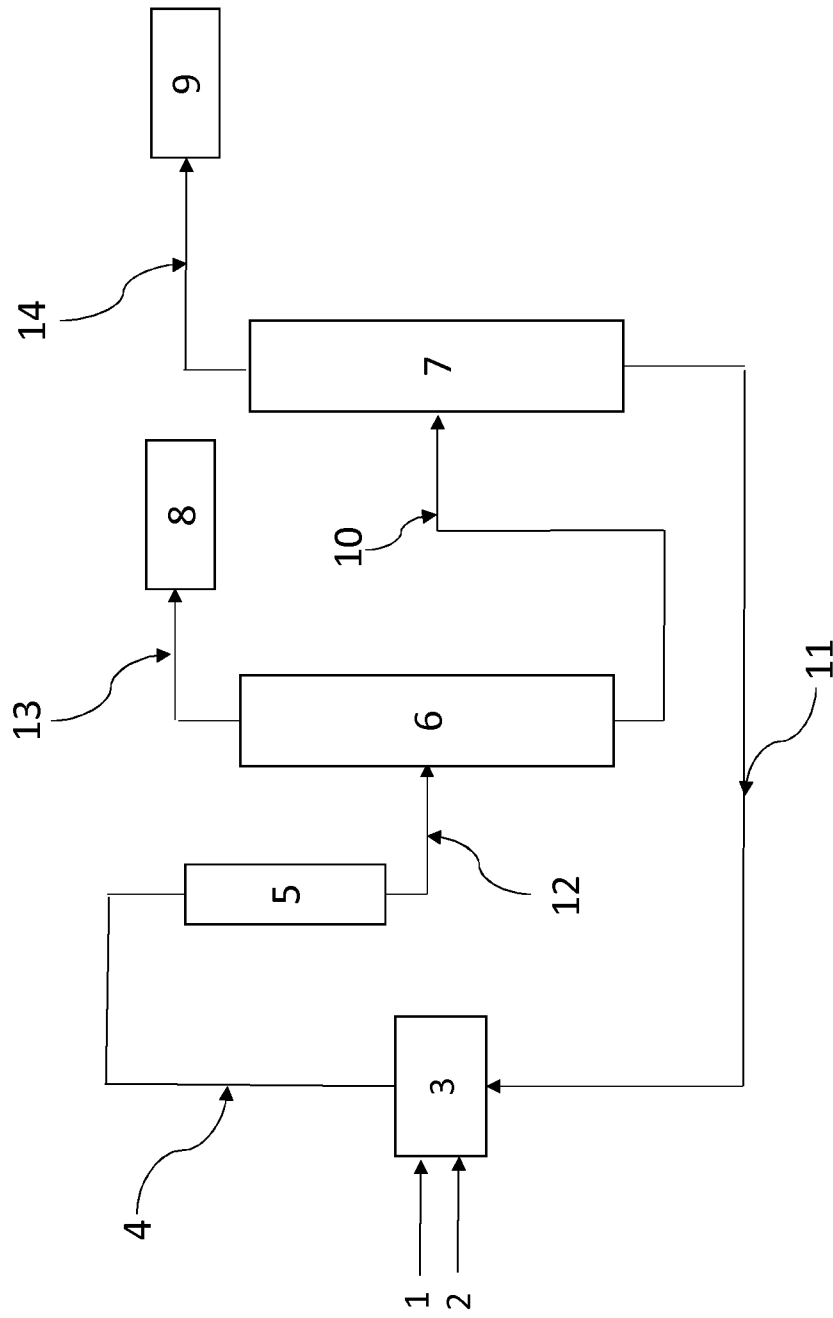


FIG. 1

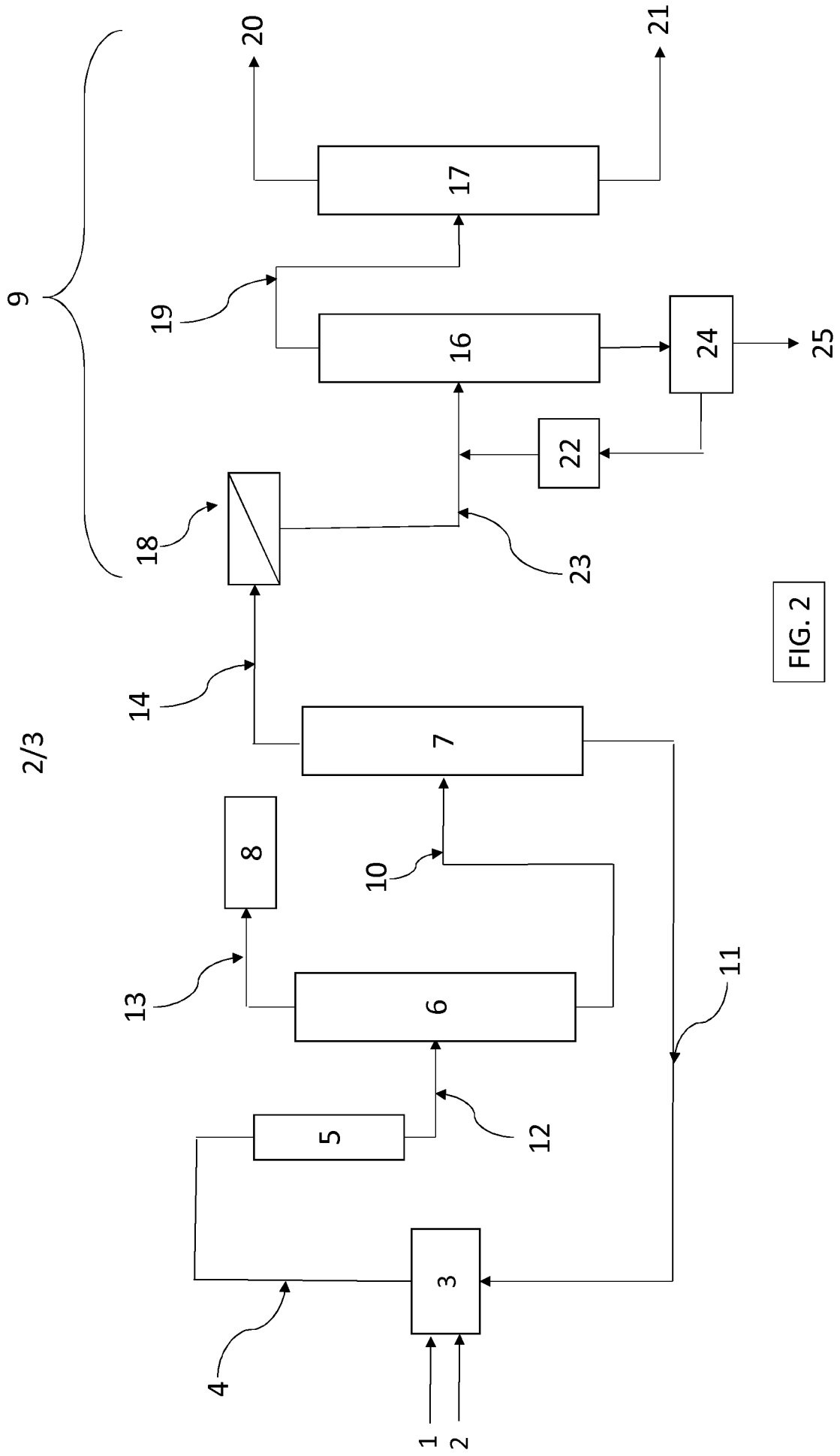


FIG. 2

3/3

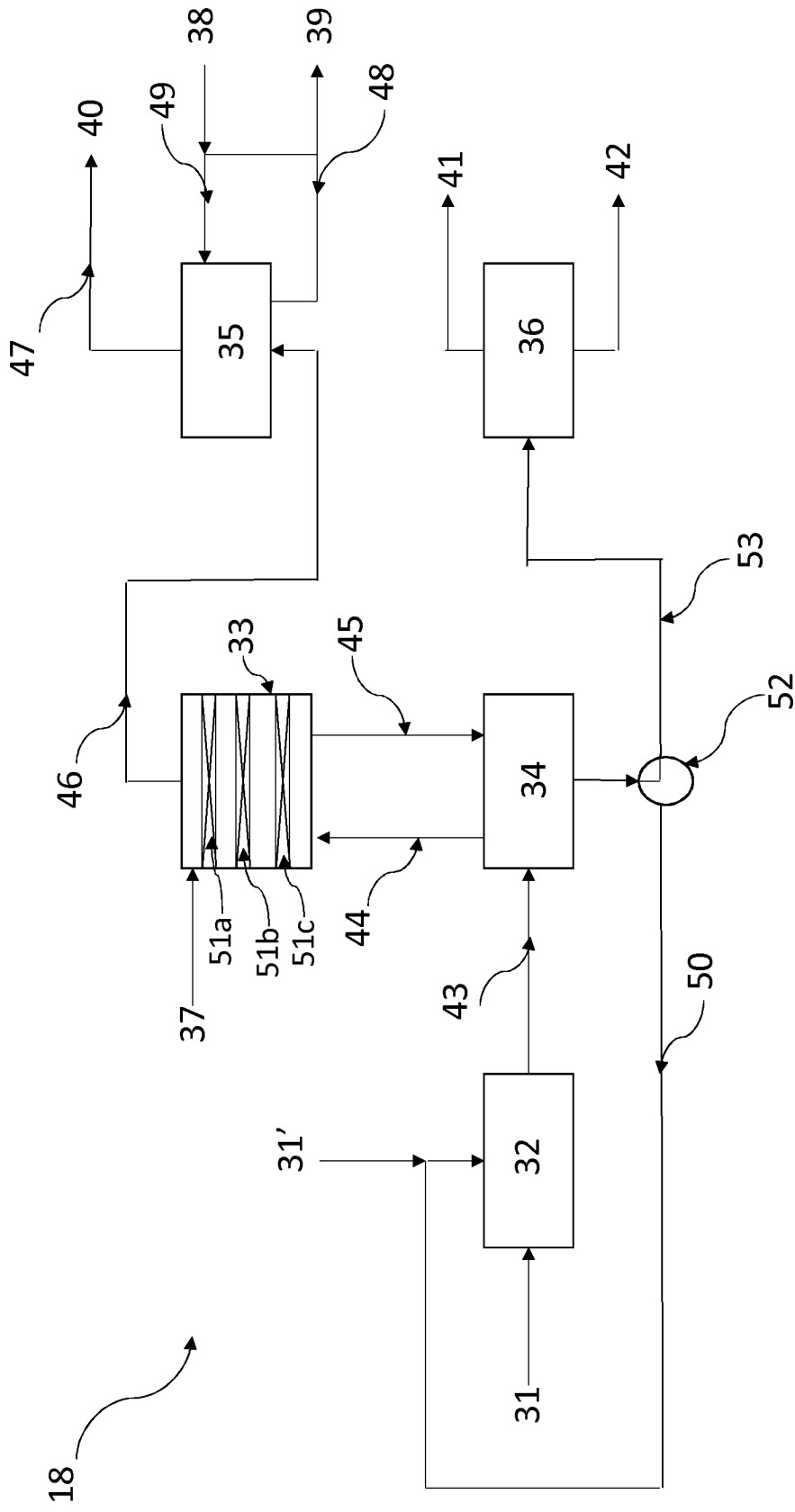


Fig. 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/FR2018/050731

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
INV. C07C17/20 C07C17/383  
ADD.  
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED  
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
C07C  
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2013/114015 A1 (ARKEMA FRANCE [FR]) 8 August 2013 (2013-08-08) the whole document -----	1-11

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>
---	---

Date of the actual completion of the international search  13 June 2018	Date of mailing of the international search report  21/06/2018
---	--

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  Tabanella, Stefania
--	---

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2018/050731

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2013114015	A1	08-08-2013	
		CN 104093685 A	08-10-2014
		EP 2809635 A1	10-12-2014
		EP 3263542 A1	03-01-2018
		ES 2638387 T3	20-10-2017
		FR 2986525 A1	09-08-2013
		JP 2015511230 A	16-04-2015
		KR 20140117682 A	07-10-2014
		US 2015080619 A1	19-03-2015
		US 2016237009 A1	18-08-2016
		WO 2013114015 A1	08-08-2013

-----

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2018/050731

<b>A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE</b> INV. C07C17/20 C07C17/383 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
<b>B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE</b> Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C07C		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS</b>		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 2013/114015 A1 (ARKEMA FRANCE [FR]) 8 août 2013 (2013-08-08) le document en entier -----	1-11
<input type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents		
<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		
"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée  13 juin 2018		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale  21/06/2018
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé  Tabanella, Stefania

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2018/050731

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication	
WO 2013114015	A1	08-08-2013	CN 104093685 A	08-10-2014
			EP 2809635 A1	10-12-2014
			EP 3263542 A1	03-01-2018
			ES 2638387 T3	20-10-2017
			FR 2986525 A1	09-08-2013
			JP 2015511230 A	16-04-2015
			KR 20140117682 A	07-10-2014
			US 2015080619 A1	19-03-2015
			US 2016237009 A1	18-08-2016
			WO 2013114015 A1	08-08-2013
-----				