

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication : 3 077 072
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

21 N° d'enregistrement national : 19 00540

51 Int Cl⁸ : C 07 C 19/08 (2019.01), C 07 C 21/18

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 22.01.19.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 26.07.19 Bulletin 19/30.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés : Division demandée le 22/01/19 béné-
ficiant de la date de dépôt du 08/01/18 de la
demande initiale n° 1850121.

Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : Arkema France SA — FR.

72 Inventeur(s) : SEDAT Pierre-MARie et COLLIER Ber-
trand.

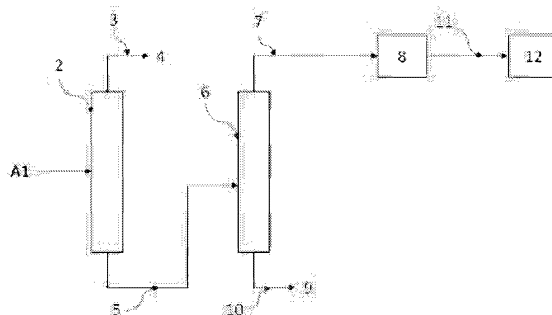
73 Titulaire(s) : Arkema France SA.

74 Mandataire(s) : LECA François.

54 Procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et utilisation de celui-ci pour l'obtention de 2,3,3,3-tétrafluoropène de haute pureté.

57 La présente invention concerne un procédé de purifi-
cation du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane comprenant les
étapes de : i) fourniture d'une composition A1 comprenant
1,1,1,2,3-pentafluoropropane et 1,1,1,3-
tétrafluoropropane ; ii) purification, de préférence distilla-
tion, de ladite composition A1 dans des conditions suffi-
santes pour former au moins deux courants incluant un
premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane
et un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropro-
pane. La présente invention concerne aussi un procédé de
production de 2,3,3,3-tétrafluoropène et une composi-
tion comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropène.

Figure pour l'abrégé : Fig. 1a



FR 3 077 072 - A1



Description

Titre de l'invention : Procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et utilisation de celui-ci pour l'obtention de 2,3,3,3-tétrafluoropropène de haute pureté

Domaine technique de l'invention

[0001] La présente invention a pour objet un procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane. La présente invention a également pour objet un procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène à partir du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane purifié. La présente invention a finalement pour objet l'obtention de 2,3,3,3-tétrafluoropropène de haute pureté.

Arrière-plan technologique

[0002] Les hydrofluorocarbones (HFC) et en particulier les hydrofluorooléfines, telles 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. A la différence des CFC et des HCFC, qui sont potentiellement dangereux pour la couche d'ozone, les HFOs ne contiennent pas de chlore et donc ne posent pas de problème pour la couche d'ozone.

[0003] On connaît plusieurs procédés de fabrication du 1234yf.

[0004] WO 2011/010025 décrit un procédé de préparation de 2,3,3,3-tétrafluoro-1-propène comprend les étapes suivantes: (i) hydrogénation en phase gazeuse de hexafluoropropylène en 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane en présence d'une quantité surstoéchiométrique d'hydrogène et d'un catalyseur dans un réacteur; (ii) déhydrofluoration du 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane obtenu à l'étape précédente en 1,2,3,3,3-pentafluoropropène-1 en présence d'un catalyseur de déhydrofluoration ou à l'aide d'un mélange eau et hydroxyde de potassium; (iii) hydrogénation en phase gazeuse du 1,2,3,3,3-pentafluoropropène-1 obtenu à l'étape précédente en 1,1,1,2,3-pentafluoropropane en présence d'une quantité surstoéchiométrique d'hydrogène et d'un catalyseur dans un réacteur ; (iv) purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane obtenu à l'étape précédente ; (v) déhydrofluoration du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane purifié en 2,3,3,3-tétrafluoro-1-propène en présence d'un catalyseur de déhydrofluoration ou à l'aide d'un mélange eau et hydroxyde de potassium; (vi) purification du 2,3,3,3-tétrafluoro-1-propène obtenu à l'étape précédente.

[0005] WO 2010/139873 décrit un procédé de déhydrofluoration en présence d'un réactif

solide comprenant de l'hydroxyde de calcium.

- [0006] WO 2008/030439 décrit un procédé de préparation d'hydrofluorooléfines à partir d'un composé fluoropropane en présence d'une solution basique, d'un solvant, et d'un agent de transfert de phase.
- [0007] WO 03/027051 décrit un procédé de préparation d'hydrofluorooléfines à partir d'un composé fluoropropane en présence d'un hydroxyde alcalin et d'un agent de transfert de phase.
- [0008] CN103449963 décrit un procédé multi-étapes de préparation du 2,3,3,3-tétrafluoropropène comprenant notamment une étape de déhydrofluoration en présence d'une solution alcaline et d'un solvant organique. US 2010/0029997 décrit un procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène. Celui est obtenu à partir du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane purifié par photochloration pour éliminer certaines impuretés préalablement à la mise en œuvre de la réaction de déhydrofluoration.
- [0009] Il existe un besoin d'un procédé de préparation de HFO-1234yf permettant de limiter la teneur en sous-produits générés dans les différentes étapes d'un procédé de fabrication du HFO-1234yf, notamment les impuretés présentant un potentiel toxique : citons le 1,2,3,3,3 pentafluoropropène (1225ye), le 1,2,2-trifluoroéthane (143) et le 3,3,3-trifluoropropène (1243zf). Le 1,2,3,3,3-pentafluoropropène (1225ye) a un point d'ébullition proche du HFO-1234yf et se sépare difficilement du HFO-1234yf. Le 3,3,3-trifluoropropène a un point d'ébullition voisin de celui du HFO-1234yf et se sépare très difficilement du HFO-1234yf. Ces séparations nécessitent des conditions très sévères qui sont généralement coûteuses. On connaît notamment par US 2013/0317262 un procédé de purification du 2,3,3,3-tétrafluoropropène par distillation extractive pour éliminer le 3,3,3-trifluoropropène.
- [0010] La présente invention fournit donc un procédé de fabrication du HFO-1234yf de haute pureté simple et peu onéreux ne présentant pas les inconvénients précités.

Résumé de l'invention

- [0011] Selon un premier aspect, la présente invention concerne un procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane comprend les étapes de :
- i) fourniture d'une composition **A1** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;
 - i') optionnellement séchage de ladite composition **A1** ;
 - ii) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former au moins deux courants incluant un premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane.
- [0012] Selon un mode de réalisation préféré, la teneur massique en

1,1,1,2,3-pentafluoropropane dans ladite composition **A1** est supérieure à 90%, avantageusement supérieure à 92%, de préférence supérieure à 94%, plus préférentiellement 96%, en particulier supérieure à 98% sur base du poids total de ladite composition **A1**.

- [0013] Selon un mode de réalisation préféré, ladite composition **A1** comprend également 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ; et l'étape ii) dudit procédé est : ii) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane, et un troisième courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane.
- [0014] Selon un mode de réalisation préféré, ladite composition **A1** comprend également 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ; et l'étape ii) dudit procédé est :
- ii-1) distillation de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un courant **B1** comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane et un courant **B1'** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;
 - ii-2) distillation dudit courant **B1'** obtenu à l'étape ii-1) pour former un courant **B2** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et un courant **B2'** comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane.
- [0015] Ledit courant **B1** correspond audit troisième courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane. Ledit courant **B2** correspond audit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane. Ledit courant **B2'** correspond audit second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane.
- [0016] Selon un mode de réalisation préféré, la teneur massique en 1,1,1,3-tétrafluoropropane dans ledit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane ou ledit courant **B2** est inférieure à 5000 ppm, avantageusement inférieure à 4000 ppm, de préférence inférieure à 3000 ppm, plus préférentiellement inférieure à 2000 ppm, en particulier inférieure à 1000 ppm, plus particulièrement inférieure à 500 ppm, de manière privilégiée inférieure à 375 ppm, de manière avantageusement privilégiée inférieure à 250 ppm, de manière préférentiellement privilégiée inférieure à 100 ppm, de manière particulièrement privilégiée inférieure à 50 ppm, de manière plus particulièrement privilégiée inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit premier courant ou dudit courant **B2**.
- [0017] Selon un mode de réalisation préféré, la teneur massique en 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure

à 1000 ppm, avantageusement inférieure à 750 ppm, de préférence inférieure à 500 ppm, plus préférentiellement inférieure à 250 ppm, en particulier inférieure à 100 ppm, plus particulièrement inférieure à 50 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou dudit courant **B2**.

- [0018] Selon un mode de réalisation préféré, la teneur massique en 1,1,1,2-tétrafluoropropane dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure à 5000 ppm, avantageusement inférieure à 4000 ppm, de préférence inférieure à 3000 ppm, plus préférentiellement inférieure à 2000 ppm, en particulier inférieure à 1000 ppm, plus particulièrement inférieure à 500 ppm, de manière privilégiée inférieure à 375 ppm, de manière avantageusement privilégiée inférieure à 250 ppm, de manière préférentiellement privilégiée inférieure à 100 ppm, de manière particulièrement privilégiée inférieure à 50 ppm, de manière plus particulièrement privilégiée inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou **B2**.
- [0019] Selon un mode de réalisation préféré, la teneur massique en 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure à 50 ppm, avantageusement inférieure à 40 ppm, de préférence inférieure à 30 ppm, plus préférentiellement inférieure à 20 ppm, en particulier inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou dudit courant **B2**, plus particulièrement ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est dépourvu de 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane, c'est-à-dire une teneur massique inférieure à 1 ppm.
- [0020] Selon un mode de réalisation préféré, ledit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane ou ledit courant **B2** est soumis à une étape iii) de déshydrofluoration pour former un courant **C1** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène.
- [0021] Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **C1** est purifié dans des conditions suffisantes pour obtenir un courant **C3** comprenant au moins 99,5%, avantageusement au moins 99,8%, en poids de 2,3,3,3-tétrafluoropropène sur base du poids total dudit courant **C3**.
- [0022] Selon un mode de réalisation préféré, le courant **C3** comprend également 3,3,3-trifluoropropène et la teneur massique en 3,3,3-trifluoropropène dans le courant **C3** est inférieure à 100 ppm, avantageusement inférieure à 75 ppm, de préférence inférieure à 50 ppm, plus préférentiellement inférieure à 25 ppm, en particulier inférieure à 10 ppm, plus particulièrement inférieure à 5 ppm sur base du poids total dudit premier courant **C3**.
- [0023] Selon un mode de réalisation préféré, le courant **C3** comprend également 1,2,3,3,3-pentafluoropropène et la teneur massique en 1,2,3,3,3-pentafluoropropène dans le courant **C3** est inférieure à 100 ppm, avantageusement inférieure à 75 ppm, de préférence inférieure à 50 ppm, plus préférentiellement inférieure à 25 ppm, en particulier inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit premier courant **C3**.

- [0024] Selon un mode de réalisation préféré, le courant **C3** comprend également 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane et la teneur massique en 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane dans le courant **C3** est inférieure à 200 ppm, avantageusement inférieure à 150 ppm, de préférence inférieure à 100 ppm, plus préférentiellement inférieure à 75 ppm, en particulier inférieure à 50 ppm sur base du poids total dudit premier courant **C3**.
- [0025] Selon un mode de réalisation préféré, ladite composition **A1** est obtenue à partir d'un procédé comprenant les étapes :
- a) hydrogénation en phase gazeuse de hexafluoropropène en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation pour former un courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;
 - a') optionnellement séchage dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;
 - a'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane issu de l'étape a) ou a')
 - b) déshydrofluoruration dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane obtenu à l'étape a) ou a') ou a'') pour former un courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène;
 - b') optionnellement séchage dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;
 - b'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène issu de l'étape b) ou b')
 - c) hydrogénation en phase gazeuse du 1,2,3,3,3-pentafluoropropène obtenu à l'étape b) ou b') ou b'') en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation dans des conditions suffisantes pour former ladite composition **A1**.
- [0026] Selon un mode de réalisation préféré, le catalyseur d'hydrogénation utilisé aux étapes a) et/ou c) comprend entre 0,001 et 1,0 % en poids de palladium supporté sur alumine, de préférence sous la forme polymorphique alpha.
- [0027] Selon un autre aspect, la présente invention fournit une composition comprenant :
- au moins 99,5%, avantageusement au moins 99,8%, en poids de 1,1,1,2,3-pentafluoropropane,
 - moins de 500 ppm, avantageusement moins de 375 ppm, de préférence moins de 250 ppm, plus préférentiellement moins de 100 ppm, en particulier moins de 50 ppm, plus particulièrement moins de 10 ppm de 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;
 - moins de 1000 ppm, avantageusement moins de 750 ppm, de préférence moins de 500 ppm, plus préférentiellement moins de 250 ppm, en particulier moins de 100 ppm, plus particulièrement moins de 50 ppm de 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;
 - moins de 50 ppm, avantageusement moins de 40 ppm, de préférence moins de 30

ppm, plus préférentiellement moins de 20 ppm, en particulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 1 ppm de 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane ; moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en particulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 1 ppm de 1,1,1,2-tétrafluoropropane ; sur base du poids total de ladite composition.

- [0028] Selon un autre aspect, la présente invention fournit une composition comprenant : au moins 99,5%, avantageusement au moins 99,8%, en poids de 2,3,3,3-tétrafluoropropène, moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en particulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 5 ppm de 3,3,3-trifluoropropène, moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en particulier moins de 10 ppm de 1,2,3,3,3-pentafluoropropène, moins de 200 ppm, avantageusement moins de 150 ppm, de préférence moins de 100 ppm, plus préférentiellement moins de 75 ppm, en particulier moins de 50 ppm de 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane, et moins de 20 ppm, avantageusement moins de 15 ppm, de préférence moins de 10 ppm, en particulier moins de 5 ppm de 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, sur base du poids total de ladite composition.

Brève description des figures

- [0029] [fig.1a] et [Fig. 1b] représentent schématiquement un procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention.
- [0030] [fig.2a] et [Fig. 2b] représentent schématiquement un procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène à partir de l'hexafluoropropène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention.
- [0031] [fig.3a], [Fig. 3b], [Fig. 4a] et [Fig. 4b] représentent schématiquement un procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène à partir de l'hexafluoropropène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention incluant la purification du 1,2,3,3,3-tétrafluoropropène et du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane.

Description détaillée de l'invention

- [0032] Selon un premier aspect, la présente invention concerne un procédé de purification

du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane. De préférence, ledit procédé de purification comprend les étapes de :

i) fourniture d'une composition **A1** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

i') optionnellement séchage de ladite composition **A1** ;

ii) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former au moins deux courants incluant un premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane.

[0033] La purification selon l'étape ii) de la présente invention permet notamment de séparer le 1,1,1,2,3-pentafluoropropane de tout ou partie de composés ayant une température d'ébullition supérieure à celle du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, de préférence ayant une température d'ébullition d'au moins 5°C supérieure à celle du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane.

[0034] Selon un mode de réalisation préféré, ladite composition **A1** comprend également 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ; et l'étape ii) dudit procédé est :

ii) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane, et un troisième courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane.

[0035] Ainsi, selon un mode de réalisation préféré, la présente invention peut concerner un procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane comprenant les étapes de :

i) fourniture d'une composition **A1** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, 1,1,1,3-tétrafluoropropane, 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

i') optionnellement séchage de ladite composition **A1** ;

ii) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane, et un troisième courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane.

[0036] Selon un mode de réalisation particulier, la purification de ladite composition **A1** peut être effectuée en une seule étape mettant en œuvre une colonne de distillation à paroi de séparation (i.e. Dividing Wall Column).

[0037] Selon un autre mode de réalisation particulier, la purification de ladite composition **A1** peut être effectuée par la mise en œuvre de deux étapes de distillation successives, via l'utilisation par exemple de deux colonnes de distillation. Ainsi, selon un mode de réalisation particulier, la présente invention peut concerner un procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane comprenant les étapes de :

i) fourniture d'une composition **A1** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, 1,1,1,3-tétrafluoropropane, 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

i') optionnellement séchage de ladite composition **A1** ;

ii-1) distillation de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un courant **B1** comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane et un courant **B1'** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

ii-2) distillation dudit courant **B1'** obtenu à l'étape ii-1) pour former un courant **B2** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et un courant **B2'** comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane.

[0038] Ledit courant **B2** peut correspondre audit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane mentionné ci-dessus. Ledit courant **B2'** peut correspondre audit second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane mentionné ci-dessus. Ledit courant **B1** peut correspondre audit troisième courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane mentionné ci-dessus.

[0039] De préférence, ledit séchage de la composition **A1** peut être effectué en mettant en contact ladite composition **A1** avec un agent absorbant solide. Ledit absorbant solide peut comprendre un agent absorbant les molécules acides et/ou un agent absorbant l'eau. Ledit agent absorbant l'eau peut être un sel inorganique tel que le sulfate de magnésium, le sulfate de calcium, le chlorure de calcium ou peut être un tamis moléculaire de type 3A, 4A, 5A, AW500, XH-7, XH-9 ou 13X, du gel de silice, du charbon actif ou un mélange de ceux-ci. Ledit agent absorbant les molécules acides peut être un oxyde de métal tel que l'oxyde d'aluminium, l'oxyde d'un métal alcalino-terreux, l'oxyde d'un métal alcalin ou l'hydroxyde d'un métal tel que l'hydroxyde d'aluminium, l'hydroxyde d'un métal alcalino-terreux, l'hydroxyde d'un métal alcalin, les aluminosilicates tel que andalusite, kyanite, sillimanite, calcium aluminosilicate, sodium aluminosilicate ou silice ou un mélange de ceux-ci. Lorsque l'étape de séchage est mise en œuvre en présence d'un agent absorbant l'eau et un agent absorbant les molécules acides, ladite composition **A1** est préférentiellement mise en contact avec l'agent absorbant les molécules acides puis avec l'agent absorbant l'eau. L'agent absorbant les molécules acides absorbe de préférence l'acide fluorhydrique.

- [0040] De préférence, l'étape ii-1) est mise en œuvre à une pression comprise entre 1 et 20 bars, avantageusement entre 1 et 15 bar absolu, de préférence entre 5 et 10 bar absolu.
- [0041] De préférence, à l'étape ii-1), ledit courant **B1** est récupéré en tête de colonne de distillation. Ledit courant **B1'** est récupéré en pied de colonne de distillation. De préférence, la température en tête de colonne de distillation est comprise entre 20°C et 100°C, de préférence entre 45 et 75°C.
- [0042] De préférence, l'étape ii-2) est mise en œuvre à une pression comprise entre 1 et 20 bars, avantageusement entre 1 et 10 bar absolu, de préférence entre 3 et 6 bar absolu.
- [0043] De préférence, à l'étape ii-2), ledit courant **B2** est récupéré en tête de colonne de distillation. Ledit courant **B2'** est récupéré en pied de colonne de distillation. De préférence, la température en tête de colonne de distillation est comprise entre 40 et 100°C, de préférence entre 50 et 80°C.
- [0044] Selon un mode de réalisation préféré, la teneur massique en 1,1,1,2,3-pentafluoropropane dans ladite composition **A1** est supérieure à 80%, avantageusement supérieure à 90%, de préférence supérieure à 92%, plus préférentiellement supérieure à 94%, en particulier supérieure à 96%, plus particulièrement supérieure à 98% sur base du poids total de ladite composition **A1**.
- [0045] La teneur massique en 1,1,1,3-tétrafluoropropane dans ladite composition **A1** et/ou ledit courant **B1'** peut être inférieure à 5%, avantageusement inférieure à 4%, de préférence inférieure à 3%, plus préférentiellement inférieure à 2%, en particulier inférieure à 1%, plus particulièrement inférieure à 0,5% sur base du poids total de ladite composition **A1** et/ou ledit courant **B1'**.
- [0046] De préférence, la teneur massique en 1,1,1,3-tétrafluoropropane dans ladite composition **A1** et/ou ledit courant **B1'** est inférieure à 3000 ppm sur base du poids total de ladite composition **A1** et/ou ledit courant **B1'**, avantageusement inférieure à 2500 ppm, de préférence inférieure à 2000 ppm, en particulier inférieure à 1500 ppm, plus particulièrement inférieure à 1000 ppm sur base du poids total de ladite composition **A1** et/ou ledit courant **B1'**.
- [0047] Selon un mode de réalisation préféré, comme mentionné ci-dessus, ledit courant **A1** peut comprendre également 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane.
- [0048] Ainsi, lorsqu'il en contient, la teneur massique en 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane dans ladite composition **A1** peut être inférieure à 1000 ppm sur base du poids total de ladite composition **A1**, avantageusement inférieure à 750 ppm, de préférence inférieure à 500 ppm, en particulier inférieure à 375 ppm, plus particulièrement inférieure à 250 ppm. La teneur massique en 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane dans ladite composition **A1** peut être supérieure à 20 ppm, avantageusement supérieure à 30 ppm, en particulier supérieure à 60 ppm.

- [0049] Lorsqu'il en contient, la teneur massique en 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane dans ladite composition **A1** peut être inférieure à 5% sur base du poids total de ladite composition **A1**, avantageusement inférieure à 4%, de préférence inférieure à 3%, en particulier inférieure à 2%, plus particulièrement inférieure à 1%.
- [0050] Lorsqu'il en contient, la teneur massique en 1,1,1,2-tétrafluoropropane dans ladite composition **A1** peut être inférieure à 15% sur base du poids total de ladite composition **A1**, avantageusement inférieure à 10%, de préférence inférieure à 5%, en particulier inférieure à 2%, plus particulièrement inférieure à 1%.
- [0051] L'étape ii) ou ii-1) et ii-2) de purification de ladite composition **A1** selon le présent procédé de purification permet d'obtenir ledit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane ou ledit courant **B2** d'une pureté supérieure à celle de ladite composition **A1**. Ainsi, la teneur massique en 1,1,1,3-tétrafluoropropane dans ladite composition **A1** est de préférence supérieure à celle obtenue dans ledit premier courant ou ledit courant **B2** suite à la mise en œuvre de l'étape ii) ou ii-1) et ii-2).
- [0052] De préférence, la teneur massique en 1,1,1,2,3-pentafluoropropane dans ledit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane ou ledit courant **B2** est d'au moins 99,5%, avantageusement au moins 99,8%, en poids sur base du poids total dudit premier courant ou dudit courant **B2**.
- [0053] Avantageusement, la teneur massique en 1,1,1,3-tétrafluoropropane dans ledit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane ou ledit courant **B2** est inférieure à 500 ppm, avantageusement inférieure à 375 ppm, de préférence inférieure à 250 ppm, plus préférentiellement inférieure à 100 ppm, en particulier inférieure à 50 ppm, plus particulièrement inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit premier courant ou dudit courant **B2**.
- [0054] De préférence, lorsqu'il en contient, la teneur massique en 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure à 1000 ppm, avantageusement inférieure à 750 ppm, de préférence inférieure à 500 ppm, plus préférentiellement inférieure à 250 ppm, en particulier inférieure à 100 ppm, plus particulièrement inférieure à 50 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou dudit courant **B2**.
- [0055] De préférence, lorsqu'il en contient, la teneur massique en 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure à 50 ppm, avantageusement inférieure à 40 ppm, de préférence inférieure à 30 ppm, plus préférentiellement inférieure à 20 ppm, en particulier inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou dudit courant **B2**, plus particulièrement ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est dépourvu de 1,1,2-trifluoroéthane, c'est-à-dire une teneur massique inférieure à 1 ppm.
- [0056] De préférence, lorsqu'il en contient, la teneur massique en 1,1,1,2-tétrafluoropropane

dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure à 100 ppm, avantageusement inférieure à 75 ppm, de préférence inférieure à 50 ppm, plus préférentiellement inférieure à 25 ppm, en particulier inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou dudit courant **B2**, plus particulièrement ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est dépourvu de 1,1,1,2-tétrafluoropropane, c'est-à-dire une teneur massique inférieure à 1 ppm.

- [0057] Le courant **A1**, **B1'** et/ou **B2** peut également comprendre du 1,2,3,3,3-pentafluoropropène. De préférence, lorsqu'il en contient, la teneur massique en 1,2,3,3,3-pentafluoropropène dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure à 200 ppm, avantageusement inférieure à 150 ppm, de préférence inférieure à 100 ppm, plus préférentiellement inférieure à 50 ppm, en particulier inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou dudit courant **B2**. De préférence, la teneur massique en 1,2,3,3,3-pentafluoropropène dans ledit courant **A1** est inférieure à 10 %, avantageusement inférieure à 5%, de préférence inférieure à 1%, plus préférentiellement inférieure à 5000 ppm, en particulier inférieure à 2000 ppm sur base du poids total dudit courant **A1**.
- [0058] Le courant **A1**, **B1'** et/ou **B2** peut également comprendre du fluorure d'hydrogène (HF). De préférence, lorsqu'il en contient, la teneur massique en HF dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure à 2000 ppm, avantageusement inférieure à 1500 ppm, de préférence inférieure à 1000 ppm, plus préférentiellement inférieure à 500 ppm, en particulier inférieure à 100 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou dudit courant **B2**. De préférence, la teneur massique en HF dans ledit courant **A1** est inférieure à 1%, avantageusement inférieure à 7500 ppm, de préférence inférieure à 5000 ppm, plus préférentiellement inférieure à 2500 ppm sur base du poids total dudit courant **A1**.
- [0059] Le courant **A1**, **B1'** et/ou **B2** peut également comprendre de l'eau (H₂O). Lorsqu'il en contient, la teneur massique en eau dans ledit courant **B1'** ou ledit courant **B2** est inférieure à 1000 ppm, de préférence inférieure à 750 ppm, plus préférentiellement inférieure à 500 ppm, en particulier inférieure à 250 ppm sur base du poids total dudit courant **B1'** ou dudit courant **B2**. Lorsqu'il en contient, la teneur massique en eau dans ledit courant **A1** peut être inférieure à 10000 ppm, avantageusement inférieure à 5000 ppm, de préférence inférieure à 2500 ppm sur base du poids total dudit courant **A1**.
- [0060] Ledit second courant ou ledit courant **B2'** obtenu en pied de colonne de distillation lors de l'étape ii) ou ii-2) peut être récupéré pour être valorisé ultérieurement ou peut être évacué vers un dispositif d'incinération. En outre, ledit courant **B1** obtenu à l'étape ii-1) ou ledit troisième courant obtenu à l'étape ii) peut être récupéré pour être valorisé ultérieurement ou peut être évacué vers un dispositif d'incinération.
- [0061] Le présent procédé de purification permet d'éliminer les précurseurs des impuretés

difficilement séparables du 2,3,3,3-tétrafluoropropène en amont de la réaction où elles se forment. Par exemple, le 3,3,3-trifluoropropène est difficilement séparable du 2,3,3,3-tétrafluoropropène. Le demandeur a identifié que le 3,3,3-trifluoropropène peut être formé à partir de précurseurs tels que 1,1,1,3-tétrafluoropropane et/ou le 1,1,1,2-tétrafluoropropane. Ainsi, par le présent procédé de purification, on obtient un courant de 1,1,1,2,3-pentafluoropropane dans lequel la teneur en 1,1,1,3-tétrafluoropropane est réduite. Selon un mode de réalisation particulier du présent procédé de purification, on obtient un courant de 1,1,1,2,3-pentafluoropropane dans lequel les teneurs en 1,1,1,3-tétrafluoropropane, 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane sont réduites. Ceci permet de réduire les impuretés telles que 1,2,3,3,3-pentafluoropropène ou 3,3,3-trifluoropropène dans le 2,3,3,3-tétrafluoropropène.

[0062] Selon un mode de réalisation préféré, ledit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane ou ledit courant **B2** est soumis à une étape iii) de déshydrofluoration pour former un courant **C1** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène.

[0063] Ainsi selon un second aspect de la présente invention, un procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène est fourni. Ledit procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène comprend les étapes de :

i) fourniture d'une composition **A1** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, et 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

i') optionnellement séchage de ladite composition **A1** ;

ii) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former au moins deux courants incluant un premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

iii) déshydrofluoration dudit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane pour former un courant **C1** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène.

[0064] Selon un mode de réalisation préféré, ledit procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène comprend les étapes de :

i) fourniture d'une composition **A1** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, 1,1,1,3-tétrafluoropropane, 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

i') optionnellement séchage de ladite composition **A1** ;

ii) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un premier courant comprenant

1,1,1,2,3-pentafluoropropane, un second courant comprenant

1,1,1,3-tétrafluoropropane, et un troisième courant comprenant

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

iii) déshydrofluoration dudit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane pour former un courant **C1** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène.

[0065] Selon un mode de réalisation particulier, ledit procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène comprend les étapes de :

i) fourniture d'une composition **A1** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, 1,1,1,3-tétrafluoropropane, 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

i') optionnellement séchage de ladite composition **A1** ;

ii-1) distillation de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un courant **B1** comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane et un courant **B1'** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

ii-2) distillation dudit courant **B1'** obtenu à l'étape ii-1) pour former un courant **B2** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et un courant **B2'** comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

iii) déshydrofluoration dudit courant **B2** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane pour former un courant **C1** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène.

[0066] L'étape de déshydrofluoration peut être effectuée suivant les techniques connues de l'homme du métier.

[0067] Ledit courant **C1** peut également comprendre, outre 2,3,3,3-tétrafluoropropène, un ou plusieurs des composés sélectionnés parmi le groupe consistant en 3,3,3-trifluoropropène, 1,2,3,3,3-pentafluoropropène, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,2-difluoroéthylène et 1,1-difluoroéthylène. Ces composés peuvent être issus de réactions secondaires intervenant lors de ladite étape iii) selon la présente invention, ceci pouvant être dû à la présence d'impuretés résiduelles, autre que 1,1,1,3-tétrafluoropropane, dans la composition **A1** ou ledit premier courant ou ledit courant **B2**.

[0068] De préférence, la teneur massique en 3,3,3-trifluoropropène dans le courant **C1** est inférieure à 100 ppm, avantageusement inférieure à 75 ppm, de préférence inférieure à 50 ppm, plus préférentiellement inférieure à 25 ppm sur base du poids total dudit courant **C1**. Cette teneur en 3,3,3-trifluoropropène dans ledit courant **C1** peut être obtenue grâce à la mise en œuvre de l'étape ii) ou des étapes ii-1) et ii-2) de purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** comprenant notamment du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et du 1,1,1,3-tétrafluoropropane. La séparation entre le 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et le 1,1,1,3-tétrafluoropropane, préalablement à la déshydrofluoration du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane (étape iii) du présent procédé)

permet d'obtenir in fine un courant **C1** de haute pureté, quasiment dépourvu de 3,3,3-trifluoropropène. La séparation entre d'un côté le 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et d'un autre côté le 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane, si ces derniers composés sont présents dans ladite composition **A1**, préalablement à la déshydrofluoration du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane (étape iii) du présent procédé) permet d'obtenir in fine un courant **C1** de haute pureté quasiment dépourvu de 1,2,3,3,3-pentafluoropropène et/ou de 3,3,3-trifluoropropène.

- [0069] Selon un mode de réalisation préféré, ledit courant **C1** est purifié dans des conditions suffisantes pour obtenir un courant **C3** comprenant au moins 99,5% en poids, de préférence au moins 99,8% en poids de 2,3,3,3-tétrafluoropropène sur base du poids total dudit courant **C3**.
- [0070] Ledit courant **C1** peut ainsi être purifié par une ou plusieurs étapes incluant par exemple la condensation, l'évaporation, la décantation, l'absorption, le lavage, l'extraction liquide-liquide, la photochloration, la distillation, par exemple la distillation extractive, la distillation azéotropique, l'adsorption sur solide et plus particulièrement adsorption sur tamis moléculaire, alumine ou charbon actif et la séparation membranaire. La purification dudit courant **C1** peut comprendre au moins une étape d'adsorption, de préférence sur alumine activée et/ou tamis moléculaire et au moins une étape de distillation.
- [0071] Ainsi, le présent procédé de production de 2,3,3,3-tétrafluoropropène peut comprendre une étape iv) de purification du courant **C1** obtenu à l'étape iii) pour former ledit courant **C3**.
- [0072] En particulier, ladite étape iv) de purification dudit courant **C1** comprend une première distillation pour séparer le 2,3,3,3-tétrafluoropropène des impuretés légères et une deuxième distillation pour séparer le 2,3,3,3-tétrafluoropropène des impuretés lourdes, notamment le 1,1,1,2,3-pentafluoropropane.
- [0073] En particulier, le présent procédé de production de 2,3,3,3-tétrafluoropropène peut comprendre les étapes :
- iv-1) purification, de préférence distillation, dudit courant **C1** obtenu à l'étape iii) pour former un courant **C2**, de préférence en tête de colonne de distillation et un courant **C2'**, de préférence en pied de colonne de distillation, comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène ;
 - iv-2) purification, de préférence distillation, dudit courant **C2'** obtenu à l'étape iv-1) pour former ledit courant **C3**, de préférence en tête de colonne de distillation, comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène, et un courant **C3'**, de préférence en pied de colonne de distillation, comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane.
- [0074] Ladite étape iv-1) peut être mise en œuvre à une pression de 2 à 20 bars, avanta-

geusement de 11 à 15 bar absolu. De préférence, la température en tête de colonne de distillation est de 35°C à 50°C. Le courant **C2** peut notamment contenir le 1,1-difluoroéthylène.

- [0075] Ladite étape iv-2) peut être mise en œuvre à une pression de 2 à 20 bars, avantageusement de 9 à 13 bar absolu. De préférence, la température en tête de colonne de distillation est de 36°C à 51°C.
- [0076] De préférence, ledit courant **C3'** peut être recyclé à l'étape iii) ou à l'étape i).
- [0077] De préférence, la teneur massique en 1,2,3,3,3-pentafluoropropène dans ledit courant **C1** est inférieure à 100 ppm, avantageusement inférieure à 75 ppm, de préférence inférieure à 50 ppm, en particulier inférieure à 25 ppm sur base du poids total dudit courant **C1**.
- [0078] De préférence, la teneur massique en 1,1,1,2,3-pentafluoropropane dans ledit courant **C1** ou ledit courant **C2'** est inférieure à 40%, avantageusement inférieure à 30%, de préférence inférieure à 20%, en particulier inférieure à 10% sur base du poids total dudit courant **C1** ou ledit courant **C2'**.
- [0079] De préférence, la teneur massique en 1,2-difluoroéthylène dans ledit courant **C2'** et/ou ledit courant **C3** est inférieure à 500 ppm, avantageusement inférieure à 250 ppm, de préférence inférieure à 100 ppm, en particulier inférieure à 50 ppm sur base du poids total dudit courant **C2'** ou ledit courant **C3**.
- [0080] Comme mentionné ci-dessus, la purification dudit courant **C1** permet l'obtention d'un courant **C3** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène purifié.
- [0081] De préférence, la teneur massique en 3,3,3-trifluoropropène dans le courant **C3** est inférieure à 100 ppm, avantageusement inférieure à 75 ppm, de préférence inférieure à 50 ppm, plus préférentiellement inférieure à 25 ppm, en particulier inférieure à 10 ppm, plus particulièrement inférieure à 5 ppm sur base du poids total dudit courant **C3**.
- [0082] De préférence, la teneur massique en 1,2,3,3,3-pentafluoropropène dans le courant **C3** est inférieure à 100 ppm, avantageusement inférieure à 75 ppm, de préférence inférieure à 50 ppm, plus préférentiellement inférieure à 25 ppm, en particulier inférieure à 10 ppm sur base du poids total dudit courant **C3**.
- [0083] Selon un mode de réalisation préféré, le courant **C3** comprend également 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane et la teneur massique en 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane dans le courant **C3** est inférieure à 200 ppm, avantageusement inférieure à 150 ppm, de préférence inférieure à 100 ppm, plus préférentiellement inférieure à 75 ppm, en particulier inférieure à 50 ppm sur base du poids total dudit premier courant **C3**.
- [0084] De préférence, la teneur massique en 1,1,1,2,3-pentafluoropropane dans ledit courant **C3** est inférieure à 10 ppm, avantageusement inférieure à 5 ppm sur base du poids total dudit courant **C3**, de préférence ledit courant **C3** est dépourvu de

1,1,1,2,3-pentafluoropropane, c'est-à-dire une teneur massique inférieure à 1 ppm.

[0085] Selon un mode de réalisation préféré, ladite composition **A1** est obtenue à partir d'un procédé comprenant les étapes :

a) hydrogénation en phase gazeuse de hexafluoropropène en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation pour former un courant comprenant

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

a') optionnellement séchage dudit courant comprenant

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

a'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane issu de l'étape a) ou a') ;

[0086] b) déshydrofluoration dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane obtenu à l'étape a) ou a') ou a'') pour former un courant comprenant

1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;

b') optionnellement séchage dudit courant comprenant

1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;

b'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène issu de l'étape b) ou b') ;

c) hydrogénation en phase gazeuse du 1,2,3,3,3-pentafluoropropène obtenu à l'étape b) ou b') ou b'') en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation dans des conditions suffisantes pour former ladite composition **A1**.

[0087] De préférence, l'étape d'hydrogénation a) et/ou c) est mise en œuvre en présence d'un catalyseur. Comme catalyseur, on peut citer notamment des métaux tels que Pd, Ru, Pt, Rh, Ir, Fe, Co, Ni, Cu, Ag, Re, Os, Au, Ge, Te éventuellement supporté. Comme support, on peut citer notamment le carbone, l'alumine, l'alumine fluoré, AlF_3 , les oxydes, les oxyfluorures et les fluorures de Cr, Ti, Zr, Mg, Zn, la silice et le carbure de silicium. La quantité de métaux présents dans le catalyseur, lorsque celui-ci est supporté, peut être comprise entre 0,001 et 10 % en poids, de préférence comprise entre 0,001 et 1,0 % en poids, en particulier de 0,01 à 0,2% en poids. L'étape d'hydrogénation est avantageusement mise en œuvre en présence du Pd supporté sur alumine, de préférence sous la forme polymorphique alpha. En particulier, ledit catalyseur d'hydrogénation peut comprendre du Pd supporté sur alumine sous la forme polymorphique alpha ; le palladium représentant entre 0,001 et 1,0% en poids, de préférence de 0,01 à 0,2% sur base du poids total du catalyseur. L'étape d'hydrogénation peut être mise en œuvre aussi bien en phase liquide qu'en phase gaz. La phase gaz est toutefois préférée.

[0088] L'étape d'hydrogénation a) est mise en œuvre en présence d'hydrogène, avantageusement avec un rapport molaire hydrogène / hexafluoropropène compris entre 1 et 50, et tout particulièrement compris entre 2 et 15. L'étape d'hydrogénation c) est mise

en œuvre en présence d'hydrogène, avantageusement avec un rapport molaire hydrogène / 1,2,3,3,3-pentafluoropropène compris entre 1 et 50, et tout particulièrement compris entre 2 et 15.

- [0089] L'étape d'hydrogénation a) et/ou c) est de préférence mise en œuvre à une température comprise entre 50 et 200°C, de préférence comprise entre 80 et 120°C. De préférence, la température à l'entrée du réacteur de l'étape d'hydrogénation a) et/ou c) est comprise entre 30 et 100° C, avantageusement comprise entre 40 et 80° C.
- [0090] Le temps de contact de l'étape d'hydrogénation a) et/ou c), défini comme le rapport du volume du lit catalytique sur le débit volumique du flux total dans les conditions normales de température et de pression, est de préférence comprise entre 0,1 s et 20 s et avantageusement comprise entre 0,5 et 5 s.
- [0091] L'étape d'hydrogénation a) et/ou c) est de préférence mise en œuvre à une pression absolue comprise entre 0,5 et 20 bar et avantageusement comprise entre 1 et 5 bar.
- [0092] De préférence, l'étape d'hydrogénation a) et/ou c) est mise en œuvre en présence d'un diluant qui peut être co-introduit avec les réactifs dans le milieu réactionnel. Le diluant est un gaz inerte qui ne réagit pas dans les conditions de l'étape d'hydrogénation. Comme diluant, on peut citer l'azote, l'hélium ou l'argon. Le rapport molaire du diluant/réactifs à l'entrée du réacteur de l'étape d'hydrogénation a) et/ou c) peut être compris entre 100 :1 et 1 :1, de préférence entre 10 :1 et 1 :1, avantageusement entre 5 :1 et 1 :1.
- [0093] En particulier, lors de l'étape a) selon la présente invention, le diluant peut être le produit d'hydrogénation qui est le HFC-236ea. Dans ce cas, une partie de l'effluent gazeux issu du réacteur comprenant du HFC-236ea, de l'hydrogène non réagi et éventuellement de l'hexafluoropropène non réagi, du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane (HFC-245eb) et du 1,1,1,2-tetrafluoropropane (HFC-254eb) est recyclé et l'autre partie de l'effluent gazeux issu du réacteur est soumise à une étape de séparation et/ou purification. Le flux gazeux comprenant la boucle de recyclage et les réactifs peuvent être préchauffés avant introduction dans le réacteur. La partie de l'effluent gazeux recyclée au réacteur représente, de préférence au moins 90% en volume de la totalité de l'effluent à la sortie du réacteur, avantageusement au moins 93% en volume. De façon particulièrement préférée, la partie de l'effluent recyclée au réacteur représente entre 94 et 98% en volume de l'effluent total à la sortie du réacteur.
- [0094] Le flux à l'issue de l'étape d'hydrogénation a) peut être soumis à une étape de condensation dans des conditions telles que l'hydrogène non réagi n'est pas condensé et qu'une partie d'HFC-236ea formée à l'étape a) est condensée. De préférence, l'étape de condensation est mise en œuvre à une température comprise entre 0 et 50°C et à une pression comprise entre 0,5 et 20 bar absolu, avantageusement entre 1 et 5 bars absolu. De préférence, l'étape de condensation est mise en œuvre dans des conditions telles

qu'entre 1 et 30 % d'HFC-236ea en sortie du réacteur est condensé et avantageusement entre 2 et 10 % est condensé. La fraction non condensée est ensuite recyclée à l'étape d'hydrogénation a) après un éventuel chauffage. La fraction condensée est ensuite évaporée avant d'être envoyée à l'étape b). Avant la mise en œuvre de l'étape b), la fraction condensée peut être purifiée et/ou séchée.

- [0095] Si elle est mise en œuvre, l'étape a') de séchage dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane peut être effectuée en mettant en contact ledit courant avec un agent absorbant solide. Ledit absorbant solide peut comprendre un agent absorbant les molécules acides et/ou un agent absorbant l'eau. Ledit agent absorbant l'eau peut être un sel inorganique tel que le sulfate de magnésium, le sulfate de calcium, le chlorure de calcium ou peut être un tamis moléculaire de type 3A, 4A, 5A, AW500, XH-7, XH-9 ou 13X, du gel de silice, du charbon actif ou un mélange de ceux-ci. Ledit agent absorbant les molécules acides peut être un oxyde de métal tel que l'oxyde d'aluminium, l'oxyde d'un métal alcalino-terreux, l'oxyde d'un métal alcalin ou l'hydroxyde d'un métal tel que l'hydroxyde d'aluminium, l'hydroxyde d'un métal alcalino-terreux, l'hydroxyde d'un métal alcalin, les aluminosilicates tel que andalusite, kyanite, sillimanite, calcium aluminosilicate, sodium aluminosilicate ou silice ou un mélange de ceux-ci. Lorsque l'étape de séchage est mise en œuvre en présence d'un agent absorbant l'eau et un agent absorbant les molécules acides, ledit courant est préférentiellement mise en contact avec l'agent absorbant les molécules acides puis avec l'agent absorbant l'eau. L'agent absorbant les molécules acides absorbe de préférence l'acide fluorhydrique.
- [0096] Si elle est mise en œuvre, l'étape a'') de purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane issu de l'étape a) ou a') permet d'éliminer des sous-produits formés au cours de l'étape a) pour récupérer un courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane purifié, c'est-à-dire dans lequel la teneur en sous-produits est diminuée.
- [0097] L'étape b) de déshydrofluoration du 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane est effectuée dans les conditions telles que détaillées ci-dessus en relation avec l'étape iii) du présent procédé. L'étape b) du présent procédé permet d'obtenir un courant comprenant du 1,2,3,3,3-pentafluoropropène. Ce dernier peut éventuellement être purifié ou non avant la mise en œuvre de l'étape d'hydrogénation c) décrite ci-dessus.
- [0098] Selon le procédé de l'invention on utilise, de préférence un ou plusieurs réacteur(s) adiabatique(s).
- [0099] Ainsi, selon un aspect particulier de la présente invention, le procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène comprend les étapes :
- a) hydrogénation en phase gazeuse de hexafluoropropène en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation pour former un courant comprenant

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

a') optionnellement séchage dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

a'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane issu de l'étape a) ou a') ;

b) déshydrofluoration dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane obtenu à l'étape a) ou a') ou a'') pour former un courant comprenant

1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;

b') optionnellement séchage dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;

b'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène issu de l'étape b) ou b') ;

c) hydrogénation en phase gazeuse du 1,2,3,3,3-pentafluoropropène obtenu à l'étape b) ou b') ou b'') en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation dans des conditions suffisantes pour former ladite composition **A1** comprenant

1,1,1,2,3-pentafluoropropane et 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

d) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** obtenue à l'étape c) dans des conditions suffisantes pour former au moins deux courants incluant un premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

e) déshydrofluoration dudit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane pour former un courant **C1** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène ;

e') optionnellement séchage dudit courant **C1** issu de l'étape e) ;

e'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant **C1** issu de l'étape e) ou e') dans des conditions suffisantes pour obtenir un courant **C3** comprenant au moins 99,5% en poids de 2,3,3,3-tétrafluoropropène sur base du poids total dudit courant **C3**.

[0100] De préférence, le procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène comprend les étapes :

a) hydrogénation en phase gazeuse de hexafluoropropène en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation pour former un courant comprenant

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

a') optionnellement séchage dudit courant comprenant

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

a'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane issu de l'étape a) ou a') ;

b) déshydrofluoration dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane obtenu à l'étape a) ou a') ou a'') pour former un courant comprenant

1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;

b') optionnellement séchage dudit courant comprenant

1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;

b'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène issu de l'étape b) ou b') ;

c) hydrogénation en phase gazeuse du 1,2,3,3,3-pentafluoropropène obtenu à l'étape b) ou b'') ou b'') en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation dans des conditions suffisantes pour former ladite composition **A1** comprenant

1,1,1,2,3-pentafluoropropane, 1,1,1,3-tétrafluoropropane

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et

1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

d) purification, de préférence distillation, de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, un second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane, et un troisième courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

e) déshydrofluoration dudit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane pour former un courant **C1** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène ;

e') optionnellement séchage dudit courant **C1** issu de l'étape e) ;

e'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant **C1** issu de l'étape e) ou e') dans des conditions suffisantes pour obtenir un courant **C3** comprenant au moins 99,5% en poids de 2,3,3,3-tétrafluoropropène sur base du poids total dudit courant **C3**.

[0101] En particulier, le procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène comprend les étapes :

a) hydrogénation en phase gazeuse de hexafluoropropène en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation pour former un courant comprenant

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

a') optionnellement séchage dudit courant comprenant

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

a'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane issu de l'étape a) ou a') ;

b) déshydrofluoration dudit courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane obtenu à l'étape a) ou a') ou a'') pour former un courant comprenant

1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;

b') optionnellement séchage dudit courant comprenant

1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;

b'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène issu de l'étape b) ou b') ;

c) hydrogénation en phase gazeuse du 1,2,3,3,3-pentafluoropropène obtenu à l'étape

b) ou b') ou b'') en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrogénation dans des conditions suffisantes pour former ladite composition **A1** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, 1,1,1,3-tétrafluoropropane 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

d-1) distillation de ladite composition **A1** dans des conditions suffisantes pour former un courant **B1** comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane et un courant **B1'** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

d-2) distillation dudit courant **B1'** obtenu à l'étape ii-1) pour former un courant **B2** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et un courant **B2'** comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

e) déshydrofluoration dudit courant **B2** comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane pour former un courant **C1** comprenant du 2,3,3,3-tétrafluoropropène ;

e') optionnellement séchage dudit courant **C1** issu de l'étape e) ;

e'') optionnellement purification, de préférence distillation, dudit courant **C1** issu de l'étape e) ou e') dans des conditions suffisantes pour obtenir un courant **C3** comprenant au moins 99,5% en poids de 2,3,3,3-tétrafluoropropène sur base du poids total dudit courant **C3**.

[0102] L'étape d), l'étape d-1), l'étape d-2) et l'étape e) mentionnées ci-dessus correspondent respectivement à l'étape ii), l'étape ii-1), l'étape ii-2) et l'étape iii) décrites ci-dessus dans la présente demande en relation avec le procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et le procédé de production de 2,3,3,3-tétrafluoropropène.

[0103] L'étape b'') peut être mise en œuvre pour purifier le 1,2,3,3,3-pentafluoropropène obtenu à l'étape b) ou b'). Le courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène formé à l'étape b) ou b') peut notamment comprendre 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane et 1,1,2-trifluoroéthylène. L'étape b'') peut ainsi comprendre une étape de purification, de préférence de distillation, dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène pour former un courant **D1** comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène et 1,1,2-trifluoroéthylène, avantageusement en tête de colonne de distillation ; et un courant **D2** comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, avantageusement en pied de colonne de distillation.

[0104] Alternativement, l'étape b'') peut comprendre une étape de purification, de préférence de distillation, dudit courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène pour former et récupérer, avantageusement en tête de colonne de distillation, un courant **D3** comprenant 1,1,2-trifluoroéthylène et un courant **D3'** comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène et 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, avantageusement en

ped de colonne de distillation. Ladite distillation peut être effectuée à une pression de 11 à 15 bara et la température en tête de colonne de distillation est de 45°C à 65°C. Ledit courant **D3'** peut être distillé pour former et récupérer un courant **D4** comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène, avantageusement en tête de colonne de distillation, et un courant **D4'** comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, avantageusement en pied de colonne de distillation. Ladite distillation peut être effectuée à une pression de 9 à 13 bara et la température en tête de colonne de distillation est de 44°C à 60°C.

- [0105] Le courant **D1** ou **D4** peut être mis en œuvre à l'étape c) du présent procédé. Le courant **D4'** comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane peut être recyclé à l'étape b). Le courant **D3** peut être valorisé ou incinéré.
- [0106] Selon un autre aspect de la présente invention, une composition est fournie. De préférence, ladite composition comprend :
- au moins 99,5%, avantageusement au moins 99,8%, en poids de 1,1,1,2,3-pentafluoropropane,
 - moins de 500 ppm, avantageusement moins de 375 ppm, de préférence moins de 250 ppm, plus préférentiellement moins de 100 ppm, en particulier moins de 50 ppm, plus particulièrement moins de 10 ppm de 1,1,1,3-tétrafluoropropane ;
 - moins de 1000 ppm, avantageusement moins de 750 ppm, de préférence moins de 500 ppm, plus préférentiellement moins de 250 ppm, en particulier moins de 100 ppm, plus particulièrement moins de 50 ppm de 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;
 - moins de 50 ppm, avantageusement moins de 40 ppm, de préférence moins de 30 ppm, plus préférentiellement moins de 20 ppm, en particulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 1 ppm de 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane;
 - moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en particulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 1 ppm de 1,1,1,2-tétrafluoropropane ;
 - optionnellement moins de 200 ppm, avantageusement moins de 150 ppm, de préférence moins de 100 ppm, plus préférentiellement moins de 50 ppm, en particulier moins de 10 ppm de 1,2,3,3,3-pentafluoropropène ;
 - optionnellement moins de 2000 ppm, avantageusement moins de 1500 ppm, de préférence moins de 1000 ppm, plus préférentiellement moins de 500 ppm, en particulier moins de 100 ppm de HF ;
 - sur base du poids total de ladite composition.
- [0107] De préférence, ladite composition est obtenue par le procédé de purification de 1,1,1,2,3-pentafluoropropane selon la présente invention.
- [0108] Selon un autre aspect de la présente invention, une composition est fournie. De préférence, ladite composition comprend :
- au moins 99,5%, avantageusement au moins 99,8%, en poids de

2,3,3,3-tétrafluoropropène,
 moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en particulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 5 ppm de 3,3,3-trifluoropropène,
 moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en particulier moins de 10 ppm de 1,2,3,3,3-pentafluoropropène,
 moins de 200 ppm, avantageusement moins de 150 ppm, de préférence moins de 100 ppm, plus préférentiellement moins de 75 ppm, en particulier moins de 50 ppm de 1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane, et
 moins de 20 ppm, avantageusement moins de 15ppm, de préférence moins de 10 ppm, en particulier moins de 5 ppm de 1,1,1,2,3-pentafluoropropane,
 sur base du poids total de ladite composition.

[0109] De préférence, ladite composition est obtenue par le procédé de production de 2,3,3,3-tétrafluoropropène selon la présente invention.

[0110] [fig.1a]

représente schématiquement un mode de réalisation particulier de la présente invention. En particulier, la figure 1 représente un procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène selon un mode de réalisation particulier de la présente invention. La composition A1 telle que décrite ci-dessus est acheminée vers la colonne de distillation 2 pour former un courant B1' récupéré en pied de la colonne de distillation 2 et un courant B1 récupéré en tête de la colonne de distillation 2. Le courant B1 est acheminé par la conduite 3 vers un dispositif d'incinération 4. Le courant B1' est acheminé via la conduite 5 vers la colonne de distillation 6. Le courant B1' est distillé pour former et récupérer en tête de colonne de distillation un courant B2 tel que décrit dans la présente demande, et pour former et récupérer en pied de colonne de distillation un courant B2' tel que décrit dans la présente demande. Le courant B2' est acheminé par la conduite 10 vers un dispositif d'incinération 9. Le courant B2 est acheminé par la conduite 7 vers un réacteur 8 de déshydrofluoration permettant la déshydrofluoration du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane en 2,3,3,3-tétrafluoropropène. Un courant C1 selon la présente invention est ainsi obtenu en 8. Le courant C1 est finalement acheminé par la conduite 11 vers un dispositif de purification 12 comprenant de préférence au moins une colonne de distillation, en particulier au moins deux colonnes de distillation. Le dispositif de purification 12 permet la formation du courant C3 tel que décrit dans la présente demande.

[0111] [fig.1b]

représente schématiquement un mode de réalisation particulier de la présente

invention. En particulier, la figure 1b représente un procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane et de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène selon un autre mode de réalisation particulier de la présente invention. La composition A1 telle que décrite ci-dessus est acheminée vers la colonne de distillation 2. La colonne de distillation 2 est dans ce cas une colonne de distillation à paroi de séparation. Ainsi, ledit troisième courant comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, 1,1,2-trifluoroéthane, 1,1,1-trifluoroéthane et 1,1,1,2-tétrafluoropropane est récupéré en tête de colonne de distillation. Celui-ci est acheminé par la conduite 3 vers un dispositif d'incinération 4. Ledit second courant comprenant 1,1,1,3-tétrafluoropropane est récupéré en pied de colonne de distillation. Celui-ci est acheminé par la conduite 5 vers un dispositif d'incinération 9. Enfin, ledit premier courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane est récupéré à une hauteur h de la colonne de distillation 2 située entre la tête et le pied de la colonne de distillation. Ledit premier courant est acheminé par la conduite 7 vers un réacteur 8 de déshydrofluoration permettant la déshydrofluoration du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane en 2,3,3,3-tétrafluoropropène. Un courant C1 selon la présente invention est ainsi obtenu en 8. Le courant C1 est finalement acheminé par la conduite 11 vers un dispositif de purification 12 comprenant de préférence au moins une colonne de distillation, en particulier au moins deux colonnes de distillation. Le dispositif de purification 12 permet la formation du courant C3 tel que décrit dans la présente demande.

[0112] [fig.2a]

et [Fig. 2b] représentent schématiquement un mode de réalisation particulier de la présente invention. En particulier, les figures 2a et 2b représentent un procédé de production du 2,3,3,3-tétrafluoropropène incluant le procédé de purification du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane selon la présente invention. Dans un réacteur 30, l'hexafluoropropène (noté 34) et l'hydrogène (noté 33) sont mis en contact pour former un courant comprenant le 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane. Celui-ci est acheminé via la conduite 38 vers le réacteur 31. Le 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane est déshydrofluoré dans le réacteur 31 pour former un courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène. Ce dernier est acheminé vers le réacteur 32 pour être mis en contact avec de l'hydrogène (noté 36) pour former la composition A1 selon la présente invention. La composition A1 est acheminée via la conduite 40 vers la colonne de distillation 2 pour former un courant B1' récupéré en pied de la colonne de distillation 2 et un courant B1 récupéré en tête de la colonne de distillation 2. Le courant B1 est acheminé par la conduite 3 vers un dispositif d'incinération 4. Le courant B1' est acheminé via la conduite 5 vers la colonne de distillation 6. Le courant B1' est distillé pour former et récupérer en tête de colonne de distillation un courant B2 tel que décrit dans la présente demande, et pour former et récupérer en pied de colonne de distillation un

courant B2' tel que décrit dans la présente demande. Le courant B2' est acheminé par la conduite 10 vers un dispositif d'incinération 9. Le courant B2 est acheminé par la conduite 7 vers un réacteur 8 de déshydrofluoration permettant la déshydrofluoration du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane en 2,3,3,3-tétrafluoropropène. Un courant C1 selon la présente invention est ainsi obtenu en 8. Le courant C1 est finalement acheminé par la conduite 13 vers la colonne de distillation 14 pour former ledit courant C2 en tête de colonne de distillation et pour former ledit courant C2' en pied de colonne de distillation. Le courant C2 est acheminé par la conduite 15 vers un dispositif d'incinération 16. Le courant C2' est acheminé par la conduite 17 vers la colonne de distillation 18 pour récupérer ledit courant C3 en tête de colonne de distillation et ledit courant C3' en pied de colonne de distillation. Ledit courant C3 comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène est acheminé par la conduite 19 vers un dispositif de stockage 20. Ledit courant C3' comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane est recyclé vers le réacteur 8 (figure 2a, 3a, 3b) ou recyclé en sortie du réacteur 32 (figure 2b, 4a et 4b).

[0113] Le courant issu du réacteur 31 et comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène peut être purifié avant d'être acheminé dans le réacteur 32. Ceci est représenté aux figures 3a, 3b, 4a et 4b. Dans les figures 3a et 4a, le courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène, en sortie du réacteur 31, est acheminé par la conduite 43 vers la colonne de distillation 41. Le 1,2,3,3,3-pentafluoropropène purifié est récupéré en tête de colonne de distillation et acheminé par la conduite 39 vers le réacteur 32. Ce courant peut également comprendre 1,1,1,2-tétrafluoroéthane, 1,1,2-trifluoroéthane et 1,1,1-trifluoroéthane formant le courant **D1** mentionné ci-dessus. Le 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane n'ayant pas réagi (courant **D2**) dans le réacteur 31 est récupéré en pied de colonne de distillation 41 pour être acheminé via la conduite 42 vers l'entrée du réacteur 31. Les figures 3b et 4b représentent un mode de réalisation dans lequel le courant issu du réacteur 31 est purifié à l'aide de deux colonnes de distillation. Le courant comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène, en sortie du réacteur 31, est acheminé par la conduite 43 vers la colonne de distillation 41. Le courant **D3** comprenant 1,1,2-trifluoroéthylène est récupéré en tête de colonne de distillation. Le courant **D3** peut être valorisé ou incinéré en 46 via la conduite 45. En pied de colonne de distillation 41, un courant **D3'** comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène et 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane est récupéré pour être acheminé vers la colonne de distillation 44 via la conduite 42. Le courant **D4** comprenant 1,2,3,3,3-pentafluoropropène est récupéré en tête de colonne de distillation et acheminé par la conduite 39 vers le réacteur 32. Le courant **D4'** comprenant 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane est récupéré en pied de colonne de distillation et recyclé par la conduite 47 vers l'entrée du réacteur 31.

Exemples

[0114] Le 1,2,3,3,3-pentafluoropropène obtenu par déshydrofluoration du 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane, lui-même obtenu par l'hydrogénation de l'hexafluoropropène, est mis en contact avec de l'hydrogène en phase gazeuse en quantité surstœchiométrique dans un réacteur adiabatique en présence d'un catalyseur comprenant du palladium supporté sur alumine alpha (0,2% en poids de Pd) pour former 1,1,1,2,3-pentafluoropropane. La température à l'entrée du réacteur est de 80°C et la pression est de 2,8 bara. Le ratio molaire hydrogène/1225e à l'entrée du réacteur est compris entre 2 et 20. La composition du courant obtenu en sortie du réacteur d'hydrogénation est reprise dans le tableau 1 ci-dessous.

[Tableaux1]

%	ppm	%	%	%	%	%	%	%
HF	H ₂ O	245eb	254eb	1225ye-Z	143 + 143a	236ea	254fb	Autre
0,20	613	93,44	3,84	0,18	1,76	0,02	0,052	0,45

[0115] *Autre : notamment 1234zeE, 263fb, 245fa, 245ea, 1233zd-E*

[0116] Le courant comprenant 1,1,1,2,3-pentafluoropropane, correspondant à la composition **A1** selon un mode de réalisation particulier de la présente invention, est soumis à une distillation comprenant deux colonnes de distillation en série. La première colonne de distillation est maintenue à une pression de 5 à 10 bara pour une température en tête de colonne de distillation de 45 à 75°C. Le courant obtenu en pied de colonne de distillation correspond au courant **B1'** selon un mode de réalisation particulier de la présente invention. La composition du courant ainsi obtenu est reprise dans le tableau 2 ci-dessous.

[Tableaux2]

%	ppm	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
HF	H ₂ O	245eb	254eb	1225ye-Z	143 + 143 a	236ea	254fb	Autre
0,04	323	99,81	0	0	5	20	547	< 560

[0117] *Autre : notamment 1234zeE, 263fb, 245fa, 245ea, 1233zd-E*

[0118] La seconde colonne de distillation est maintenue à une pression de 3 à 6 bara pour une température en tête de colonne de distillation de 50 à 80°C. Le courant récupéré en tête de la seconde colonne de distillation comprend le 1,1,1,2,3-pentafluoropropane purifié, correspondant au courant **B2** selon un mode de réalisation particulier de la

présente invention. La composition du courant ainsi obtenu est reprise dans le tableau 3 ci-dessous.

[Tableaux3]

%	ppm	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
HF	H ₂ O	245eb	254eb	1225ye-Z	143 + 143a	236ea	254fb	Autre
0,01	320	99,92	0	0	5	95	3	< 300

[0119] *Autre : notamment 1234zeE, 263fb, 245fa, 245ea, 1233zd-E*

[0120] Le 1,1,1,2,3-pentafluoropropane ainsi purifié est soumis à une étape de déshydrofluoration pour donner du 2,3,3,3-tétrafluoropropène. Le flux gazeux issu de l'étape de déhydrofluoration comprenant 2,3,3,3-tétrafluoropropène est soumis à une étape de purification comprenant deux colonnes de distillation pour obtenir du 2,3,3,3-tétrafluoropropène ayant une pureté supérieure à 99,8 % en poids, de préférence supérieure à 99,9 % en poids. La composition du courant ainsi obtenu est reprise dans le tableau 4 ci-dessous.

[Tableaux4]

%	%	%	%	%	%	%
1234yf	245eb	1243zf	1132	1225ye(E+Z)	1234ze-E	143 + 143a
99,9078	Non détecté	0,0004	0,0010	0,0014	0,0122	0,0006

[0121] Le procédé selon la présente invention permet ainsi d'obtenir du 1,1,1,2,3-pentafluoropropane de haute pureté mais également du 2,3,3,3-tétrafluoropropène de haute pureté.

Revendications

[Revendication 1]

Composition comprenant :

au moins 99,5%, avantageusement au moins 99,8%, en poids de

1,1,1,2,3-pentafluoropropane,

moins de 500 ppm, avantageusement moins de 375 ppm, de préférence

moins de 250 ppm, plus préférentiellement moins de 100 ppm, en par-

ticulier moins de 50 ppm, plus particulièrement moins de 10 ppm de

1,1,1,3-tétrafluoropropane ;

moins de 1000 ppm, avantageusement moins de 750 ppm, de préférence

moins de 500 ppm, plus préférentiellement moins de 250 ppm, en par-

ticulier moins de 100 ppm, plus particulièrement moins de 50 ppm de

1,1,1,2,3,3-hexafluoropropane ;

moins de 50 ppm, avantageusement moins de 40 ppm, de préférence

moins de 30 ppm, plus préférentiellement moins de 20 ppm, en par-

ticulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 1 ppm de

1,1,2-trifluoroéthane et/ou 1,1,1-trifluoroéthane;

moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence

moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en par-

ticulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 1 ppm de

1,1,1,2-tétrafluoropropane ;

sur base du poids total de ladite composition.

[Revendication 2]

Composition comprenant :

au moins 99,5%, avantageusement au moins 99,8%, en poids de

2,3,3,3-tétrafluoropropène,

moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence

moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en par-

ticulier moins de 10 ppm, plus particulièrement moins de 5 ppm de

3,3,3-trifluoropropène,

moins de 100 ppm, avantageusement moins de 75 ppm, de préférence

moins de 50 ppm, plus préférentiellement moins de 25 ppm, en par-

ticulier moins de 10 ppm de 1,2,3,3,3-pentafluoropropène,

moins de 200 ppm, avantageusement moins de 150 ppm, de préférence

moins de 100 ppm, plus préférentiellement moins de 75 ppm, en par-

ticulier moins de 50 ppm de 1,1,2-trifluoroéthane et/ou

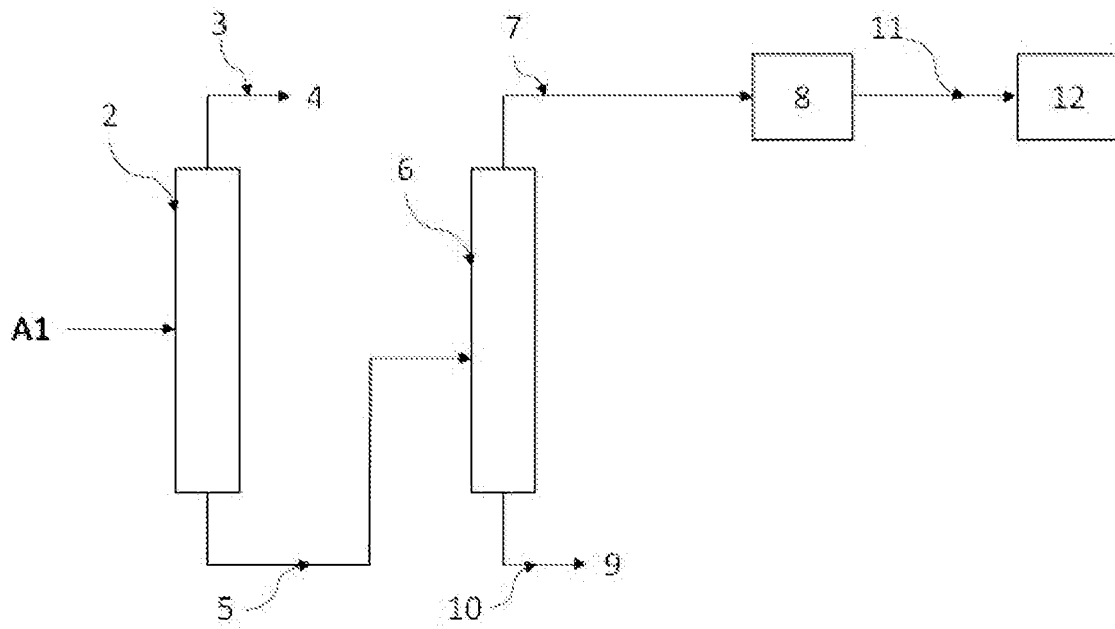
1,1,1-trifluoroéthane, et

moins de 20 ppm, avantageusement moins de 15 ppm, de préférence

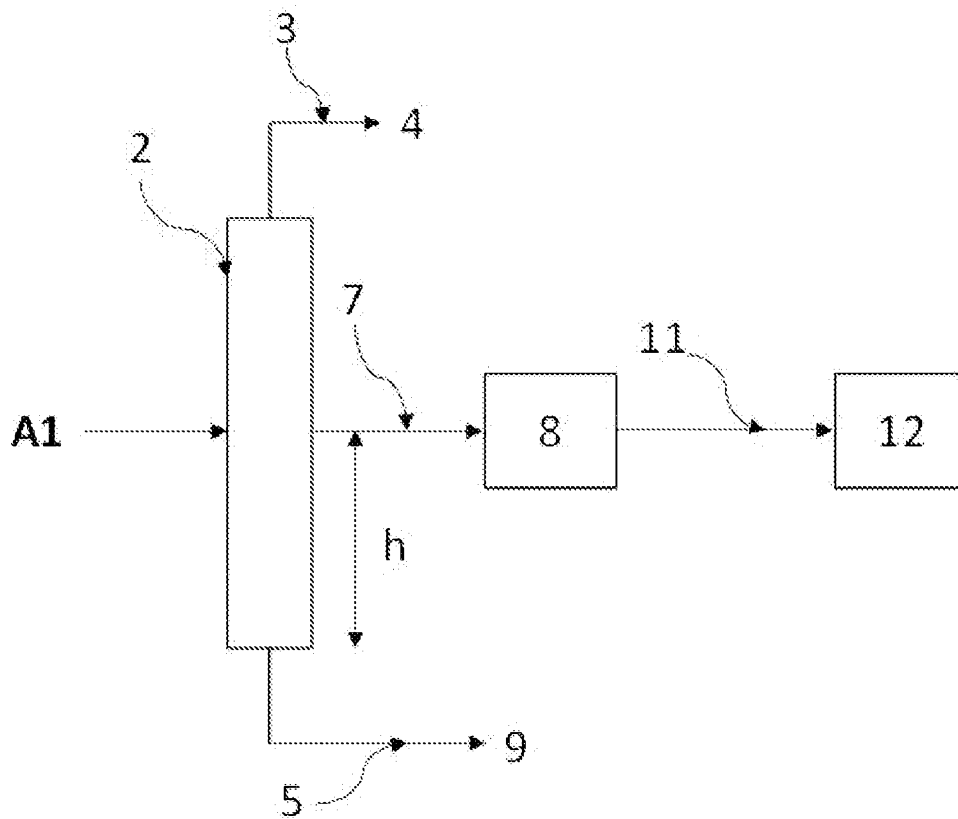
moins de 10 ppm, en particulier moins de 5 ppm de

1,1,1,2,3-pentafluoropropane,
sur base du poids total de ladite composition.

[Fig. 1a]



[Fig. 1b]



[Fig. 2a]

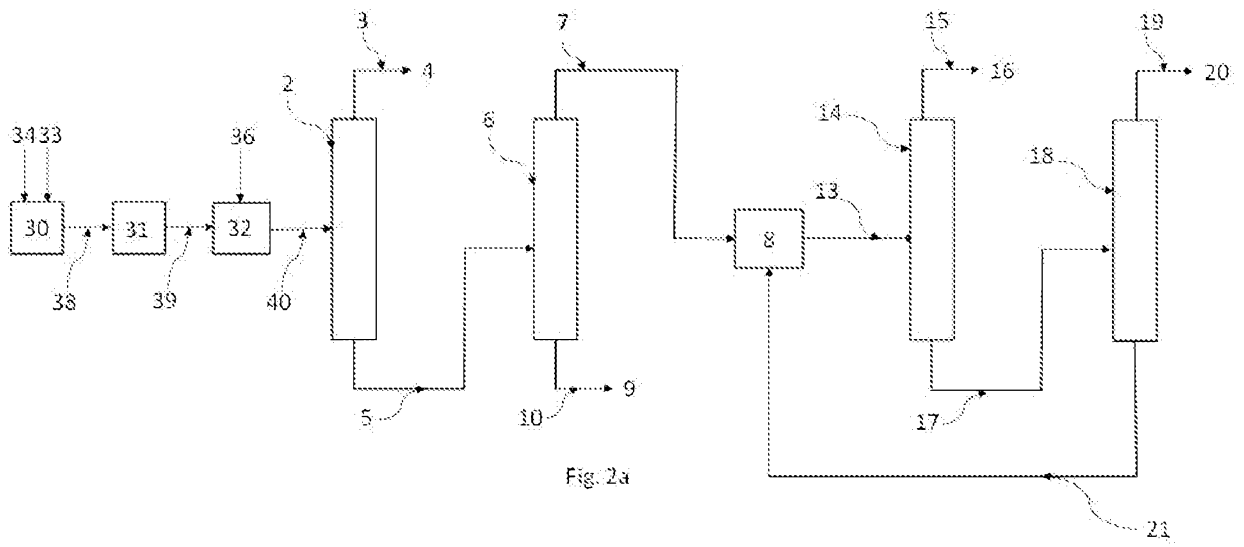
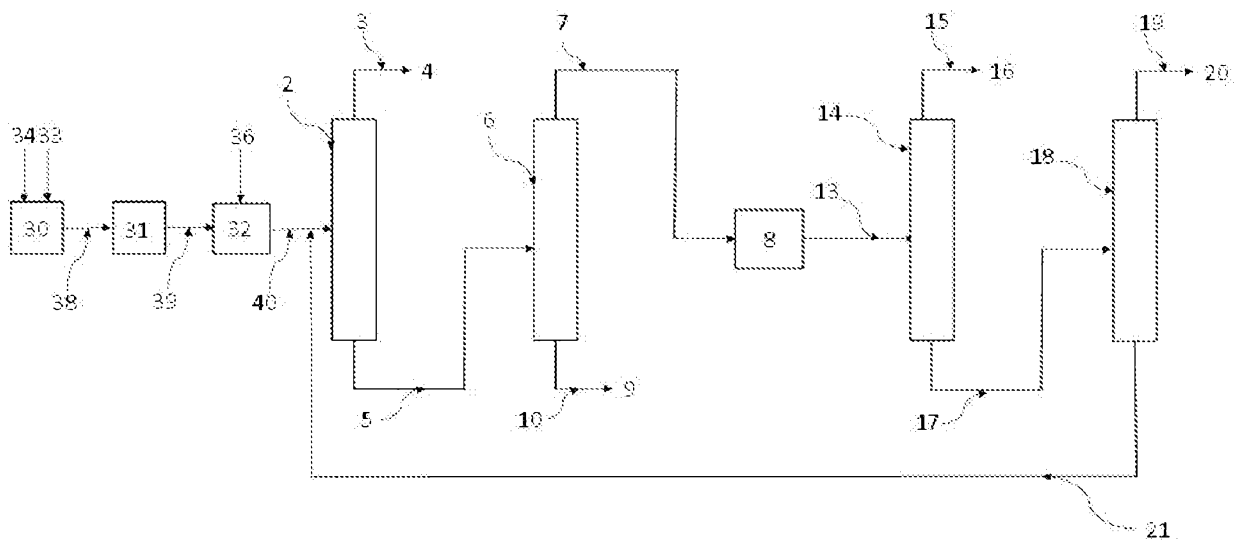


Fig. 2a

[Fig. 2b]



[Fig. 3a]

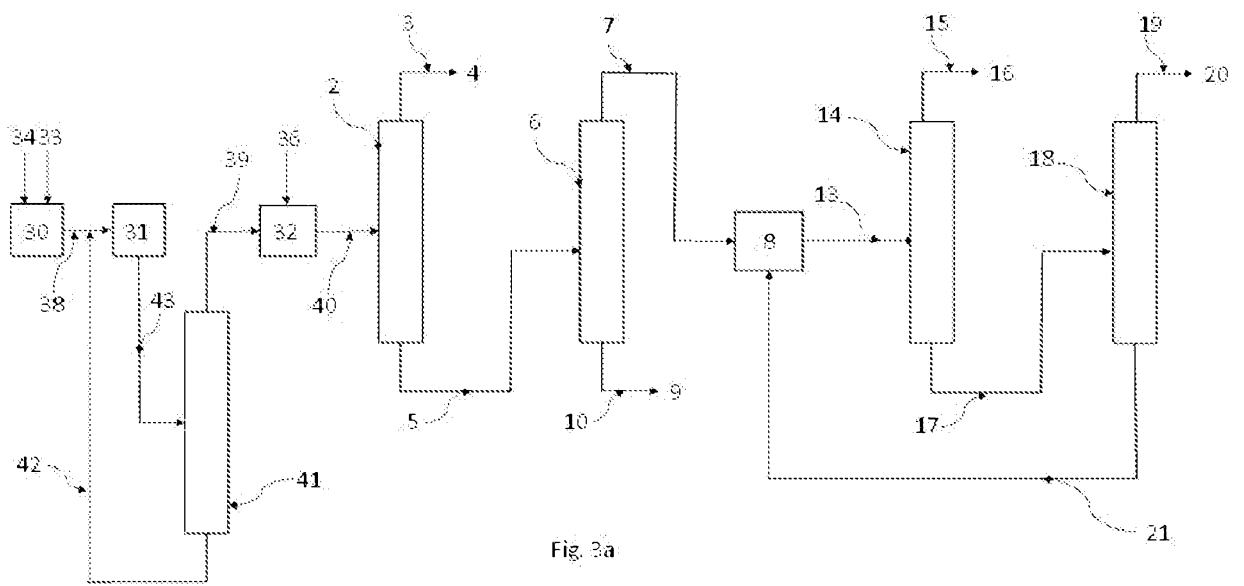


Fig. 3a

[Fig. 3b]

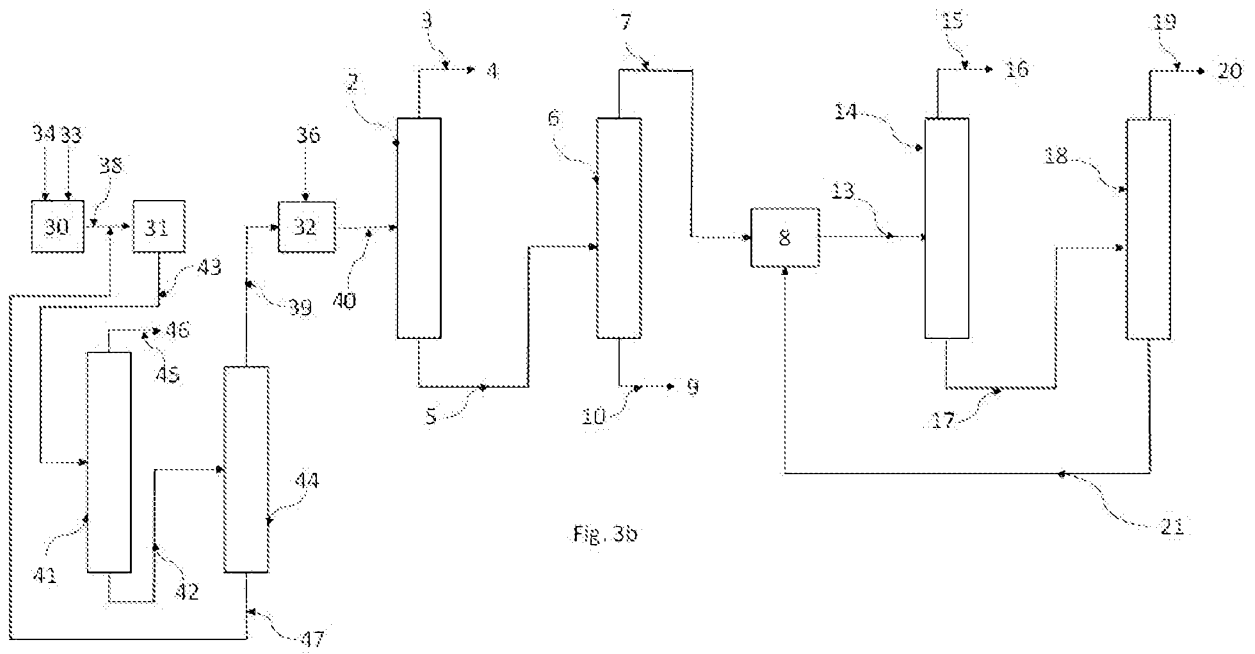


Fig. 3b

[Fig. 4a]

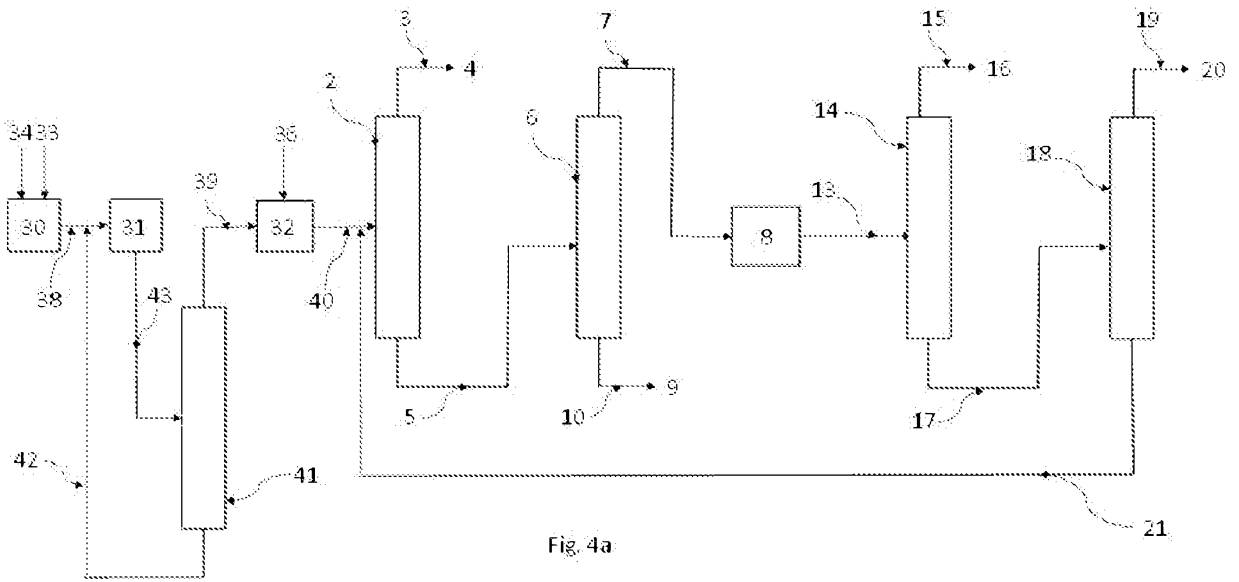


Fig. 4a

[Fig. 4b]

