

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 536 801**

51 Int. Cl.:

**C07C 17/25** (2006.01)

**C07C 17/354** (2006.01)

**C07C 21/18** (2006.01)

**C07C 19/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.08.2009 E 09740471 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2015 EP 2349960**

54 Título: **Procedimiento de preparación de compuestos fluorados**

30 Prioridad:

**11.09.2008 FR 0856114**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**28.05.2015**

73 Titular/es:

**ARKEMA FRANCE (100.0%)  
420, rue d'Estienne d'Orves  
92700 Colombes, FR**

72 Inventor/es:

**PIGAMO, ANNE;  
DEVIC, MICHEL y  
WENDLINGER, LAURENT**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 536 801 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de preparación de compuestos fluorados

Campo de la invención

5 La invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de compuestos fluorados, es decir el compuesto fluorado 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno.

Antecedentes de la técnica

10 Los hidrofluorocarbonos (HFC) y en particular las hidrofluoroolefinas, tales como el 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno (HFO 1234yf), son compuestos conocidos por sus propiedades como refrigerantes y fluidos caloportadores, extintoras, propelentes, agentes espumantes, agentes de soplado, dieléctricos gaseosos, medio de polimerización o monómero, fluidos de soporte, agentes para abrasivos, agentes de secado y fluidos para unidad de producción de energía. A diferencia de los CFC y de los HCFC, que son potencialmente peligrosos para la capa de ozono, los HFOs no contienen cloro y, por lo tanto, no plantean problema para la capa de ozono.

Se conocen varios procedimientos de fabricación del 1234yf.

15 El documento WO2008/002499 describe un procedimiento de producción de una mezcla de 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno (HFO-1234yf) y de 1,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno (HFO-1234ze) mediante pirólisis de 1,1,1,2,3-pentafluoropropano (HFC-245eb).

El documento WO2008/002500 describe un procedimiento de producción de una mezcla de 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno (HFO-1234yf) y de 1,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno (HFO-1234ze) mediante conversión catalítica de 1,1,1,2,3-pentafluoropropano (HFC- 245eb) sobre un catalizador de deshidrofluoración.

20 Estas dos solicitudes anteriormente citadas se refieren, por lo tanto, a la producción de una mezcla que contiene una parte sustancial de producto HFO-1234ze.

25 El documento WO2007/056194 describe la preparación de HFO-1234yf mediante deshidrofluoración de HFC-245eb, ya sea con potasa, típicamente una solución acuosa de como máximo un 50 % en peso de KOH, ya sea en fase gaseosa en presencia de un catalizador, concretamente catalizador a base de níquel, de carbono o una combinación de estos.

30 El documento de Knunyants et al., *Journal of the USSR Academy of Sciences, Chemistry Department, "reactions of fluoro-olefins"*, informe 13., "catalytic hydrogenation of perfluoro-olefins", 1960, describe de manera distinta diversas reacciones químicas sobre compuestos fluorados. Este documento describe la hidrogenación esencialmente cuantitativa de HFP sobre un catalizador a base de paladio soportado sobre alúmina, pasando la temperatura de 20 °C a 50 °C, a continuación manteniéndose en este valor. Este documento describe la deshidrofluoración del 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano (HFC-236ea) mediante paso a través de una suspensión de KOH en éter de dibutilo, para producir 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 (HFO-1225ye) con un rendimiento de un 60 % solamente. Este documento describe la hidrogenación del 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 (HFO-1225ye) en 1,1,1,2,3-pentafluoropropano (HFC-245eb) sobre un catalizador paladio soportado sobre alúmina. Durante esta hidrogenación, se produce también una reacción de hidrogenólisis, produciéndose una cantidad significativa de 1,1,1,2-tetrafluoropropano. Este documento describe la deshidrofluoración de 1,1,1,2,3-pentafluoropropano (HFC-245eb) en 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno (HFO-1234yf) mediante paso por una suspensión de KOH en polvo en éter de dibutilo con un rendimiento de un 70 % solamente. Estas reacciones se describen independientemente unas de otras, aunque se indica que es posible combinarlas para sintetizar una gama de derivados de etileno, propileno e isobutileno que contiene cantidades variables de flúor.

45 El documento de los Estados Unidos US-P-5396000 describe la preparación de 1,1,1,2,3-pentafluoropropano mediante deshidrofluoración catalítica de 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano (HFC-236ea) en 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 (HFO-1225ye), seguido de una hidrogenación para producir el compuesto buscado. La deshidrohalogenación del HFC-236ea en HFO-1225ye se efectúa en fase gaseosa, el producto de la reacción El documento de Sianisi Dario et al. *Annali du Chimica, Societa Chimica*, Italia, Roma, vol. 55, n° 8-9, 1 de enero de 1965, páginas 850-861 describe la preparación del pentafluoropropeno a partir de un hexafluoropropeno con hidróxido de potasio.

50 El documento de Knunyants et al., *Bulletin of the Academy of Sciences of the USSR, Division of Chemical Sciences*, 1 de enero de 1960, páginas 1.312-1.317, describe en cuatro pasos la preparación del 2,3,3,3 tetrafluoropropeno a partir del perfluoropropeno, enviándose, en un ejemplo, directamente al reactor siguiente en el que tiene lugar la hidrogenación del compuesto HFO-1225ye en un compuesto HFC-245eb. En este documento se indica también que el

compuesto HFC-236ea puede obtenerse mediante hidrogenación de hexafluoropropileno (HFP).

5 El documento de los Estados Unidos US-P-5679875 describe la preparación de 1,1,1,2,3-pentafluoropropano mediante deshidrofluoración catalítica de 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano (HFC-236ea) en 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 (HFO-1225ye), seguido de una hidrogenación para producir el compuesto buscado. Las reacciones se efectúan en fase de gas. En este documento también se indica que el compuesto HFC-236ea puede obtenerse mediante hidrogenación de hexafluoropropileno (HFP).

10 El documento WO 2008/030440 describe la preparación del HFO-1234yf a partir del HFO-1225ye haciendo reaccionar el HFO-1225ye con hidrógeno en presencia de un catalizador para dar el HFC-245eb, a continuación haciendo reaccionar el HFC-245eb con una solución acuosa básica en presencia de un catalizador de transferencia de fase y un disolvente no acuoso, no alcohólico.

15 El documento WO 2008/075017 ilustra la reacción de deshidrofluoración del 1,1,1,2,3,3 hexafluoropropano (HFC-236ea) en 1,1,1,2,3 pentafluoropropeno (HFO-1225ye) a 150 °C en presencia de una solución acuosa de un 50 % en peso de KOH. En ausencia de un catalizador de transferencia de fase, la conversión al cabo de 3 horas y media es de un 57,8 % y la selectividad para HFO-1225ye es de un 52,4 % (ensayo 1). En presencia de un catalizador de transferencia de fase, esta conversión se alcanza al cabo de 2,5 horas solamente y la selectividad no cambia prácticamente (ensayo 4). Como se indica en la tabla 2 de este documento, para incrementar la selectividad para HFO-1225ye, se requiere la utilización de un disolvente orgánico.

20 Existe la necesidad de un procedimiento de preparación de 1234yf a partir de un producto de partida que sea accesible de manera cómoda, y que lleve al producto deseado con una selectividad elevada, preferentemente un rendimiento elevado y ventajosamente una productividad elevada.

#### Resumen de la invención

Por lo tanto, la invención proporciona un procedimiento de preparación de 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno que comprende los pasos siguientes:

- (i) hidrogenación de hexafluoropropileno en 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano;
- 25 (ii) deshidrofluoración del 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano obtenido en el paso anterior en 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 usando una mezcla agua e hidróxido de potasio con el hidróxido de potasio representando entre un 58 y un 86 % en peso de la mezcla y a una temperatura comprendida entre 110 y 180 °C;
- (iii) hidrogenación del 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 obtenido en el paso anterior en 1,1,1,2,3-pentafluoropropano;
- 30 (iv) deshidrofluoración del 1,1,1,2,3-pentafluoropropano obtenido en el paso anterior en 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno usando una mezcla agua e hidróxido de potasio con el hidróxido de potasio representando entre un 58 y un 86 % en peso de la mezcla y a una temperatura comprendida entre 110 y 180 °C;

Según unos modos de realización:

- los pasos de hidrogenación (i) y (iii) se llevan a cabo en el mismo reactor, preferentemente con el mismo catalizador, estando presente eventualmente un paso de separación.
- 35 - los pasos de hidrogenación (i) y/o (iii) se llevan a cabo en un reactor de múltiples etapas o en al menos dos reactores en serie, estando presente eventualmente un paso de separación.
- los pasos de deshidrofluoración (ii) y/o (iv) se llevan a cabo en al menos dos reactores en serie, estando presente eventualmente un paso de separación.
- el flujo del paso (i) que comprende el 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano se envía directamente al paso (ii) sin separación de los reactivos.
- 40 - el flujo del paso (i) que comprende el 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano se envía al paso (ii), tras separación de los reactivos que no han reaccionado que se reciclan eventualmente en el paso (i).
- el flujo del paso (ii) que comprende el 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 se envía al paso (iii) tras un paso de purificación.
- 45 - el flujo del paso (iii) que comprende el 1,1,1,2,3-pentafluoropropano se envía directamente al paso (iv) sin

separación de los reactivos.

- el flujo del paso (iii) que comprende el 1,1,1,2,3-pentafluoropropano se envía al paso (iv), tras separación de los reactivos que no han reaccionado que se reciclan eventualmente en el paso (iii).

Descripción detallada de modos de realización

5 La invención utiliza cuatro reacciones en serie, enviándose los productos de reacción al paso siguiente, eventualmente tras haber experimentado un tratamiento, por ejemplo, de separación, en caso necesario.

Se puede prever alimentar en parte el paso siguiente mediante reactivos que no provengan del paso anterior.

10 En el procedimiento, los pasos reactivos se llevan a cabo en discontinuo, semicontinuo o continuo. Ventajosamente, el procedimiento según la presente invención se lleva a cabo en continuo. De esta manera, se obtiene un procedimiento económico de preparación del compuesto HFO-1234yf, estando disponible fácilmente en el mercado el producto de partida, HFP, a un bajo coste.

Los pasos de hidrogenación se llevan a cabo de manera clásica para el experto en la materia. El experto en la materia podrá elegir las condiciones operativas para que las reacciones sean esencialmente cuantitativas.

15 Los catalizadores susceptibles de utilizarse en estas reacciones son los conocidos para este fin. Concretamente, se pueden citar los catalizadores a base de un metal del grupo VIII o renio. Este catalizador puede ser soportado, por ejemplo, sobre carbono, carburo de silicio, alúmina, fluoruro de aluminio, etc., o puede no ser soportado, como el níquel de Raney. Como metal, puede utilizarse platino o paladio, en particular paladio, ventajosamente soportado sobre carbono o alúmina. También puede asociarse este metal con otro metal como la plata, el cobre, el oro, el telurio, el zinc, el cromo, el molibdeno y el talio. Estos catalizadores de hidrogenación se conocen.

20 El catalizador puede estar presente en cualquier forma apropiada, por ejemplo en forma de lecho fijo o fluidizado, preferentemente como lecho fijo. La dirección del flujo puede ser de arriba hacia abajo o de abajo hacia arriba. El lecho de catalizador puede comprender también una distribución particular del catalizador, con objeto de administrar los flujos de calor generados mediante la reacción exotérmica. De esta manera, es posible prever gradientes de densidad de carga, de porosidad, etc. del catalizador, con objeto de regular la exotermicidad de la reacción. Por  
25 ejemplo, puede preverse que la primera parte del lecho comprenda menos catalizador, mientras que la segunda parte comprenda más de este.

También pueden preverse pasos de regeneración del catalizador, de manera conocida.

También puede preverse la utilización de un gas de dilución, como el nitrógeno, el helio o el argón.

30 Los pasos de hidrogenación son exotérmicos. La temperatura de reacción puede controlarse usando medios dispuestos para ello en el reactor, en caso necesario. La temperatura puede variar algunas decenas de grados durante la reacción, siendo la reacción (i) más exotérmica que la reacción (iii). Por ejemplo, la temperatura de entrada puede variar de 20 °C a 120 °C, preferentemente entre 50 y 100 °C y la ganancia de temperatura puede variar de 5 °C a 100 °C.

35 El tiempo de contacto (relación entre el volumen de catalizador y el flujo total de la carga) está comprendido, por lo general, entre 0,1 y 100 segundos, preferentemente entre 1 y 50 segundos y ventajosamente entre 2 y 10 segundos.

La cantidad de hidrógeno inyectada puede variar en gran manera. La proporción H<sub>2</sub>/carga puede variar en gran manera, concretamente entre 1 (la cantidad estequiométrica) y 30, concretamente entre 1,5 y 20, ventajosamente entre 1,1 y 3. Una proporción elevada llevará a una dilución y, por lo tanto, una mejor gestión de la exotermicidad de la reacción.

40 El flujo al final de los pasos de hidrogenación (i) y/o (iii) puede o pueden ser enviado(s) directamente al paso de deshidrofluoración siguiente o ser sometido a un paso de separación para separar los reactivos que no han reaccionado (hidrógeno, HFP o HFO-1225ye) antes de ser enviado al paso de deshidrofluoración siguiente. Tras separación, los reactivos que no han reaccionado pueden reciclarse.

45 Preferentemente, el flujo al final de los pasos de hidrogenación (i) y/o (iii) es o son enviado(s) directamente al paso de deshidrofluoración siguiente.

Las reacciones de hidrogenación del paso (i) y/o (iii), son, preferentemente, esencialmente cuantitativas. Pueden llevarse a cabo en un reactor de múltiples etapas o en al menos dos reactores en serie, estando presente

eventualmente un paso de separación.

Las reacciones de deshidrofluoración se llevan a cabo haciendo reaccionar HFC-236ea y/o HFC-245eb con una mezcla agua e hidróxido de potasio (KOH), en la que el hidróxido de potasio está presente entre un 58 y un 86 % en peso a una temperatura comprendida entre 110 y 180 °C, preferentemente superior a 150 °C y ventajosamente comprendida entre 152 y 165 °C.

Preferentemente, el hidróxido de potasio está presente entre un 60 y un 75 % en peso en la mezcla agua-KOH.

La mezcla agua y KOH utilizada puede provenir de los hidratos con fórmula  $KOH \cdot xH_2O$  (estando comprendida  $x$  entre 1 y 2). Preferentemente, las reacciones de deshidrofluoración se llevan a cabo en presencia de estos hidratos de hidróxidos de potasio en estado fundido y ventajosamente en ausencia de disolvente y/o de catalizador de transferencia de fase.

El 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano en el paso (ii) y/o el 1,1,1,2,3-pentafluoropropano en el paso (iv) es o son convertido(s), por lo general, en más de un 90 %, preferentemente en más de un 95 % y ventajosamente en más de un 98 %.

Puede utilizarse un gas diluyente (nitrógeno, helio, argón o hidrógeno) en la reacción de deshidrofluoración.

La reacción de deshidrofluoración puede llevarse a cabo en cualquier tipo de reactor conocido por el experto en la materia. Puede utilizarse un reactor agitado, un mezclador estático, una columna reactiva, o simplemente hacer borbotear el HFC-236ea y/o el HFC-245eb en la mezcla agua y KOH en un recipiente. Puede utilizarse, igualmente, al menos dos reactores en serie.

La cantidad de KOH implicada en las reacciones de deshidrofluoración, cuando se llevan a cabo en discontinuo o semicontinuo es tal que la relación molar KOH/HFC-245eb o HFC-236ea está comprendida entre 1 y 20.

Durante las reacciones de deshidrofluoración, se forma fluoruro de potasio y para las reacciones realizadas en continuo, se prefiere la eliminación en continuo o discontinuo de todo o una parte del KF formado del medio reactivo. Puede separarse el fluoruro de potasio del medio reactivo mediante filtración.

Durante las reacciones de deshidrofluoración, se forma agua que puede eliminarse, igualmente, en continuo o discontinuo para mantener el contenido de KOH en la mezcla agua-KOH en el intervalo anteriormente descrito. La eliminación de agua puede hacerse mediante evaporación.

El flujo al final del paso de deshidrofluoración (ii) que comprende el HFO-1225ye puede enviarse directamente al paso (iii). Preferentemente, este flujo se purifica previamente, por ejemplo, mediante destilación.

El flujo al final del paso de deshidrofluoración (iv) que comprende el HFO-1234yf, eventualmente separado del HFC-245eb, se somete a un paso de purificación, por ejemplo, mediante destilación.

En el procedimiento es posible prever que los pasos de hidrogenación (i) y (iii) se lleven a cabo en el mismo reactor, preferentemente con el mismo catalizador.

La cohidrogenación se lleva a cabo en un primer reactor, del que el flujo de salida contiene el HFC-236ea y el HFC-245eb. El flujo de salida puede separarse y el HFC-236ea se envía a un primer reactor de deshidrofluoración, mientras que el HFC-245eb se envía a un segundo reactor de deshidrofluoración. El flujo de salida del primer reactor de deshidrofluoración contiene mayoritariamente HFO-1225ye y eventualmente HFC-236ea que no ha reaccionado. Puede volver a enviarse el flujo de salida del primer reactor de deshidrofluoración al reactor de hidrogenación, produciendo, de esta manera, el compuesto HFC-245eb a partir de este HFO-1225ye. El HFC-236ea eventualmente separado puede reciclarse en la cabecera de este reactor de deshidrofluoración.

La presión en las diferentes reacciones puede ser atmosférica, o inferior o superior a esta presión atmosférica. La presión puede variar de una reacción a otra, llegado el caso.

La alimentación de reactivos se hace, por lo general, en continuo, o puede secuenciarse llegado el caso.

Las reacciones se llevan a cabo en uno o varios reactores específicos para las reacciones que implican halógenos. El experto en la materia conoce unos reactores de este tipo, y pueden comprender unos revestimientos interiores a base, por ejemplo, de Hastelloy®, Inconel®, Monel® o de fluoropolímeros. El reactor puede comprender también unos medios de intercambio de calor, en caso necesario.

Se recordará que:

- el índice de conversión es el % del producto de partida que ha reaccionado (número de moles de producto de partida que ha reaccionado/número de moles de producto de partida introducido);
- 5 - la selectividad para producto buscado es la proporción de número de moles de producto buscado formado/número de moles de producto de partida que ha reaccionado;
- el rendimiento para producto buscado es la proporción de número de moles de producto buscado formado/número de moles de producto de partida introducido, pudiendo además definirse el rendimiento para producto buscado como el producto de la conversión y de la selectividad;
- el tiempo de contacto es lo contrario de la velocidad espacial VVH (o WHSV en lengua inglesa);
- 10 - la velocidad espacial es la relación entre el caudal volumétrico del flujo gaseoso total sobre el volumen del lecho catalítico, en condiciones normales de temperatura y de presión.

### Ejemplos

Los ejemplos siguientes ilustran la invención sin limitarla.

#### Ejemplo 1. Hidrogenación de HFP en HFC-236ea.

15 Se utiliza un reactor tubular con diámetro interno de 21 mm y con longitud de 1,2 m, de doble envoltura con circulación de agua mantenida a 40 °C. Le reactor se carga con tres lechos catalíticos, del tipo pastilla de Pd/soportado sobre alúmina. Los tres lechos catalíticos se diferencian por el contenido de Pd soportado y dispuestos en concentración creciente. El lecho catalítico que tiene el contenido de Pd menos elevado se encuentra más próximo a la llegada de los reactivos.

20 De esta manera, el reactor comprende un lecho de 15 cm constituido por catalizador que tiene un contenido de un 0,5 % en peso de Pd sobre alúmina, pero diluido con 5 veces el volumen de carburo de silicio, un lecho de 10 cm constituido por catalizador que tiene un contenido de un 0,5 % en peso de Pd sobre alúmina no diluido y un lecho de 20 cm de catalizador que tiene un contenido de un 2,2 % en peso de Pd sobre alúmina.

25 Antes de cargar los tres lechos catalíticos, se han introducido en el reactor aproximadamente 130 cm<sup>3</sup> de Corindón (es decir, 37 cm). Se han introducido, igualmente, 80 cm<sup>3</sup> de Corindón (25 cm) por encima del primer lecho catalítico.

El catalizador se activa antes de su primera puesta en servicio usando un flujo de aproximadamente 20 l/h de hidrógeno durante 12 h y a 250 °C.

La presión es de 1 bar absoluto.

30 Con un caudal de HFP de 150 g/h (1 mol/h) y de hidrógeno de 33,6 NI/h (1,5 mol/h) y con conversión total en HFP, se obtiene un rendimiento de un 95,2 % en HFC-236ea.

Durante la reacción, se ha observado una temperatura máxima de 105 °C para el lecho catalítico más diluido y de 140 °C para los otros dos lechos catalíticos.

#### Ejemplo 2. Deshidrofluoración de HFC-236ea en HFO-1225ye.

35 Se utilizan dos recipientes con volumen de 1 litro unidos en serie (el flujo gaseoso procedente del primer recipiente sirve como alimentación para el segundo recipiente) y se cargan en cada recipiente 1.000 g de una mezcla agua y KOH en la que el KOH está presente en un 80 % en peso. La temperatura de la mezcla se mantiene entre 155 y 170 °C. Se introducen en continuo durante 6 horas 165 g/h del HFC-236ea. Para una conversión total en HFC-236ea, se obtiene un rendimiento de un 93,9 % en HFO-1225ye.

#### Ejemplo 3. Hidrogenación de HFO-1225ye en HFC-245eb.

40 Se utiliza el mismo reactor que en el ejemplo 1, pero con una carga catalítica que comprende un lecho de 23,5 cm de catalizador 0,2 % en peso de Pd sobre carburo de silicio (SiC), un lecho de 15 cm de catalizador 0,5 % en peso de Pd soportado sobre carbón y un lecho de 40 cm de catalizador 2,0 % en peso de Pd sobre carbón. La temperatura del agua en la doble envoltura se mantiene a aproximadamente 85 °C. La presión es de 1 bar absoluto.

Para un caudal de HFO-1225ye de 128 g/h y de hidrógeno de 33,6 NI/h y con conversión total, se obtiene un rendimiento de un 84 % en HFC-245eb.

**Ejemplo 4. Deshidrofluoración de HFC-245eb en HFO-1234yf.**

5 Se utiliza un recipiente con volumen de un litro que contiene 1.000 g de una mezcla agua y KOH en la que el KOH está presente en un 75 % en peso. Se introduce en continuo durante 2 horas en la mezcla mantenida a 160 °C HFC-245eb con un caudal de 138 g/h y se obtiene una conversión de un 83 % en HFC-245eb para una selectividad para HFO-1234yf de un 100 %. La presión es de 1 bar.

**Ejemplo 5**

10 Se utiliza el equipo del ejemplo 3 con la misma composición catalítica, salvo que el flujo a la salida del reactor de hidrogenación se introduce directamente en la mezcla agua y KOH del equipo del ejemplo 2 que contiene 850 g de mezcla agua y KOH, en la que el KOH está presente en un 80 % en peso, en el primer reactor y 637 g de la misma mezcla en el segundo reactor.

15 Se introducen en continuo durante 5,1 horas en el reactor de hidrogenación 2,79 mol/h de hidrógeno y 1,04 mol/h de HFP y se obtiene, tras paso por los reactores que contienen la mezcla agua y KOH, una conversión total de HFP, y un rendimiento para HFO-1225ye de un 92 %.

**Ejemplo 6**

Se utiliza el mismo equipo que el ejemplo 5, salvo que se introducen en continuo durante 6,4 horas 1 mol/h de HFO-1225ye no purificado obtenido en el ejemplo 5 y 1,5 mol/h de hidrógeno. Se obtiene para una conversión de un 98 % en HFO-1225ye, un rendimiento para HFO-1234yf de un 96,8 %.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de preparación de 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno que comprende los pasos siguientes:
- (i) hidrogenación de hexafluoropropileno en 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano;
  - (ii) deshidrofluoración del 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano obtenido en el paso anterior en 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 usando una mezcla agua e hidróxido de potasio;
  - (iii) hidrogenación del 1,2,3,3,3-pentafluoropropeno-1 obtenido en el paso anterior en 1,1,1,2,3-pentafluoropropano;
  - (iv) deshidrofluoración del 1,1,1,2,3-pentafluoropropano obtenido en el paso anterior en 2,3,3,3-tetrafluoro-1-propeno usando una mezcla agua e hidróxido de potasio caracterizado porque la deshidrofluoración en el paso (ii) y (iv) se efectúa a una temperatura comprendida entre 110 y 180 °C y el hidróxido de potasio representa entre un 58 y un 86 % en peso de la mezcla.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el hidróxido de potasio representa entre un 60 y un 75 % en peso de la mezcla agua-hidróxido de potasio del paso (ii) y/o (iv).
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que el paso (ii) y/o el paso (iv) es o son llevado(s) a cabo a una temperatura superior a 150 °C, preferentemente comprendida entre 152 y 165 °C.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el flujo procedente del paso (i) y/o el paso (iii) es o son enviado(s) directamente al paso siguiente.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el flujo procedente del paso (ii) se somete a un paso de purificación antes de ser enviado al paso (iii).
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque se lleva a cabo en continuo.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el paso (ii) y/o el paso (iv) es o son llevado(s) a cabo en al menos dos reactores en serie.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el paso (i) y/o el paso (iii) es o son llevado(s) a cabo en un reactor de múltiples etapas o en al menos dos reactores en serie.