



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication :

**0 053 535
B1**

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPÉEN

(45) Date de publication du fascicule du brevet :
30.01.85

(51) Int. Cl.⁴ : **C 10 G 21/28, C 10 G 21/00**

(21) Numéro de dépôt : **81401814.9**

(22) Date de dépôt : **18.11.81**

(54) **Procédé de désasphaltage au solvant d'huiles résiduelles d'hydrocarbures.**

(30) Priorité : **28.11.80 FR 8025405**

(43) Date de publication de la demande :
09.06.82 Bulletin 82/23

(45) Mention de la délivrance du brevet :
30.01.85 Bulletin 85/05

(84) Etats contractants désignés :
BE DE GB IT NL

(56) Documents cités :
**FR-A- 1 111 876
FR-A- 1 408 708
GB-A- 1 131 723**

(73) Titulaire : **INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE**
4, Avenue de Bols-Préau
F-92502 Rueil-Malmaison (FR)

(72) Inventeur : **Auboir, Pierre**
38, Avenue Gabriel Péri
F-92500 Rueil-Malmaison (FR)
Inventeur : **Bonnefond, Pierre**
110, rue des Blanchettes
F-92500 Rueil-Malmaison (FR)
Inventeur : **Mank, Larry**
11, rue de Piquenard
F-78630 Orgeval (FR)

EP 0 053 535 B1

Il est rappelé que : Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

La présente invention concerne le désasphaltage des huiles résiduelles d'hydrocarbures, telles que les résidus de distillation du pétrole, les résidus dérivés des huiles de schiste ou des sables bitumineux ou les produits lourds de la distillation destructrice ou de l'hydrogénation du charbon.

Les huiles résiduelles d'hydrocarbures, qui renferment des matières asphaltiques, ne peuvent être
5 directement soumises à des traitements tels que l'hydrodésulfuration, l'hydrocracking ou le cracking catalytique du fait de leur teneur excessive en asphalte et en métaux.

Il a donc été proposé de les soumettre à un traitement préalable de désasphaltage au moyen d'un solvant habituellement choisi parmi les hydrocarbures aliphatiques, saturés ou oléfiniques, de bas poids moléculaire.

10 On sait que le rendement en huile désasphaltée est d'autant plus élevé que l'hydrocarbure utilisé comme solvant renferme davantage d'atomes de carbone, avec toutefois deux inconvénients : ce rendement accru est obtenu au détriment de la pureté de l'huile, notamment de sa teneur en métaux ; l'asphalte obtenu est d'autant plus dur et moins fusible que le solvant est plus lourd.

Il en résulte que, pour des raisons pratiques et bien que l'on ait proposé d'utiliser des hydrocarbures
15 ayant de 3 à 7 atomes de carbone, la plupart des réalisations connues opèrent avec des hydrocarbures C_3 , C_4 , mélanges $C_3 + C_4$ et plus rarement C_5 .

Une difficulté à surmonter est celle du traitement de la phase asphaltique rejetée au cours du désasphaltage. Cette phase renferme une proportion notable de solvant d'extraction, mais doit être
20 séparée de celui-ci. Ceci est communément réalisé par vaporisation du solvant et/ou entraînement par un gaz inerte tel que l'azote ou la vapeur d'eau ; la vaporisation du solvant oblige à fournir une quantité importante de chaleur à la phase asphaltique.

Dans les réalisations connues, on fait passer la phase asphaltique dans un four chauffé par une flamme (US 2943050, 3423308 et 4017383) bien que l'on puisse utiliser la vapeur d'eau pour le propane et certains mélanges légers de propane et de butane (US 3627675).

25 Il est clair que la température du four doit être d'autant plus élevée que le solvant est plus lourd, mais on est limité en température par la tendance de l'asphalte à se décomposer au contact des parois du four. On admet qu'une décomposition de l'asphalte se produit dès 310 à 330 °C. Or il est difficile de contrôler la température des parois d'un four. Non seulement celle-ci n'est pas la même en tous les points du four, mais encore la température optimale varie au cours du temps en fonction de la nature elle-même variable
30 de la charge à réchauffer.

La décomposition de l'asphalte se traduit par des dépôts qui s'opposent à une bonne transmission de la chaleur et obligent à chauffer davantage, augmentant encore les points chauds. Le rendement du four s'abaisse tellement que l'on doit procéder à un arrêt et à un nettoyage de l'installation ; parfois même c'est le bouchage des canalisations qui commande l'arrêt de l'opération.

35 Cet inconvénient se manifeste déjà avec l'emploi de butane, et il est particulièrement accusé quand on emploie un hydrocarbure ayant de 5 à 7 atomes de carbone en raison du caractère de plus en plus visqueux de l'asphalte obtenu.

L'objet de la présente invention est de décrire un procédé de désasphaltage (démétallisation) qui remédie aux inconvénients précités et permet de traiter, sans difficulté d'encrassement et pendant
40 longues périodes, des huiles résiduelles d'hydrocarbures au moyen d'hydrocarbures ayant 4 à 7 atomes de carbone, par exemple l'isobutane, le n-butane, le néo-pentane, le n-pentane, l'iso-hexane ou des coupes C_4 , C_5 ou C_6 .

Le procédé comprend la mise en contact de la charge d'hydrocarbures à désasphalter avec un solvant hydrocarbure léger, dans une zone d'extraction (ou de simple mélange), la quantité de solvant, la
45 température et la pression étant choisies de manière à permettre la formation de 2 phases distinctes : un mélange liquide solvant-huile désasphaltée et un mélange fluide solvant-huile asphaltique ; les phases ainsi formées sont séparées l'une de l'autre, par exemple par décantation, et le solvant est ensuite séparé de chaque phase par vaporisation afin de pouvoir être recyclé. Le procédé est caractérisé en ce qu'on fait passer une partie de l'huile désasphaltée, substantiellement séparée du solvant, dans une zone de
50 chauffage indirect par flamme, de manière à élever sa température, en ce qu'on la met ensuite en contact d'échange de chaleur avec le mélange solvant-huile asphaltique, de manière à fournir à ce dernier au moins une partie de la chaleur nécessaire à la vaporisation du solvant qu'il renferme, et en ce qu'on la mélange enfin avec le mélange solvant-huile désasphaltée déchargé de la zone d'extraction, auquel elle apporte un complément de chaleur qui facilite la vaporisation du solvant.

55 Suivant un mode de réalisation préféré, la vapeur de solvant séparée par vaporisation de l'huile désasphaltée est mise en contact d'échange thermique avec le mélange solvant-huile désasphaltée avant que celui-ci reçoive l'huile désasphaltée qui lui fournit le complément précité de chaleur.

Les conditions opératoires du désasphaltage sont, en elles-mêmes, connues et ne seront que brièvement rappelées : le rapport en volume hydrocarbure léger/huile à désasphalter est habituellement
60 de 2 à 12, de préférence 3 à 5. La température dépend de l'hydrocarbure léger utilisé et se situe habituellement entre 70 et 220 °C. Par exemple, avec le pentane, la température est habituellement choisie entre 170 et 210 °C, par exemple 205 °C en tête et 195 °C en fond.

La température à laquelle peut être portée l'huile désasphaltée, dans la zone de chauffage indirect

par flamme, peut être relativement élevée, par exemple 250 à 420 °C, de préférence 350 à 400 °C, sans risque sérieux d'encrassement de la dite zone, en raison de la teneur réduite en asphaltènes de cette huile.

Comme cette huile est ensuite renvoyée en aval de la zone de vaporisation du solvant mélangé à l'huile désasphaltée, il est aisé de contrôler la quantité de chaleur fournie à la phase asphaltique, dans la zone d'échange, par simple réglage du débit de cette huile.

Selon une variante du procédé, une partie de l'huile désasphaltée, chauffée par flamme, peut être utilisée pour réchauffer l'asphalte à sa sortie du (ou des) vaporiseur(s).

L'invention est illustrée par la figure jointe.

La charge d'hydrocarbures contenant des asphaltènes (conduite 1) est reçue dans le stockage intermédiaire 2, puis est envoyée par la conduite 3 dans la colonne 4, après avoir reçu de l'hydrocarbure léger provenant de la conduite 5. Si on le désire, une autre portion d'hydrocarbure léger est introduite au bas de la colonne 4 par la ligne 6. Ce système d'alimentation est de type conventionnel, tout comme le réchauffage en haut de colonne par l'échangeur 7 ; un interface s'établit dans la colonne. On soutire un mélange d'hydrocarbure léger et d'huile désasphaltée par la ligne 8 et on le fait passer dans l'échangeur 9 et la ligne 10 pour alimenter la colonne de vaporisation 11. La vapeur d'hydrocarbure léger est recyclée vers les conduites 5 et 6 par la ligne 12, l'échangeur 9, le condenseur 13 et la conduite 14. L'huile désasphaltée est soutirée de la colonne 11 par la conduite 15. Une partie de cette huile passe dans le four 16, la conduite 17, l'échangeur 18 et la ligne 19 pour rejoindre la conduite 10. Dans l'échangeur 18, elle cède de la chaleur au mélange d'asphalte et d'hydrocarbure léger qui quitte la colonne 4 par la conduite 20 pour être envoyé dans la colonne de vaporisation 21. Une autre partie d'huile désasphaltée est envoyée par la conduite 22 dans la colonne d'entraînement 23 où elle est traitée par un courant de vapeur d'eau (conduite 24). L'huile désasphaltée est ainsi débarrassée des dernières traces d'hydrocarbure léger et est évacuée par la ligne 25.

Dans la colonne de vaporisation 21, on obtient une phase vapeur d'hydrocarbure léger qui rejoint la ligne 14 après passage dans la conduite 26 et le condenseur 27. On peut toutefois l'envoyer, si on le désire, en tout ou partie, vers la ligne 12 par la conduite 28, de façon à récupérer sa chaleur dans l'échangeur 9. L'asphalte est soutiré de la colonne 21 par la ligne 29 et est envoyé dans la colonne d'entraînement 30 pour être débarrassé des dernières traces d'hydrocarbure léger au moyen d'un courant de vapeur d'eau admis par la ligne 31. L'asphalte est déchargé par la ligne 32 ; on peut le réchauffer pour le fluidiser par passage dans l'échangeur 33 alimenté par une partie de l'huile désasphaltée ayant traversé le four 16 : cette huile passe dans la ligne 34, l'échangeur 33 et la ligne 35.

En tête des colonnes 23 et 30 on obtient des mélanges vaporisés d'eau et d'hydrocarbure léger. Ces mélanges peuvent être traités ensemble ou séparément ; dans le premier cas, pris comme exemple, le mélange de la conduite 36 est réuni au mélange de la ligne 37 pour passer dans le condenseur 38 puis dans le décanteur 39. L'eau est déchargée par la ligne 40 et l'hydrocarbure léger par la ligne 41. Ce dernier peut être recyclé dans l'installation par une conduite non représentée.

De nombreuses modifications peuvent être apportées au schéma ci-dessus sans en modifier l'esprit. Par exemple, l'enlèvement de l'hydrocarbure léger à partir, soit de l'huile désasphaltée, soit de l'asphalte, peut être effectué dans une seule colonne, par exemple la colonne 11 pour l'huile désasphaltée et la colonne 21 pour l'asphalte. Dans ce cas les colonnes 23 et/ou 30 ne sont pas utilisées. On peut aussi, dans ce cas, prévoir un entraînement par vapeur d'eau ou gaz inerte dans la colonne unique, c'est-à-dire dans les colonnes 11 et 21.

Dans le schéma annexé, les compresseurs, les détendeurs et les pompes n'ont pas été représentés, dans un but de simplification. Il est toutefois entendu que l'opération de désasphaltage est effectuée le plus souvent, de manière connue, sous pression en raison de la nécessité de maintenir l'hydrocarbure léger en phase liquide à la température opératoire. Il est cependant avantageux de soumettre les effluents du désasphaltage à une détente de la pression pour favoriser l'évaporation du solvant.

Exemple

On opère selon le schéma de la figure jointe.

On traite une charge d'hydrocarbures constituée par un résidu sous-vide dont les propriétés sont données dans le tableau joint.

La charge d'hydrocarbures est traitée par le n-pentane en rapport volume pentane/hydrocarbures de 4, à une température d'environ 175 °C en fond et 195 °C en tête. L'effluent de tête (huile désasphaltée + solvant) est soumis à une détente de pression et passe ensuite dans l'échangeur 9 où il subit un réchauffage. Dans le ballon 11, le solvant vaporisé sort en tête et passe dans l'échangeur 9. La phase liquide d'huile désasphaltée sort à 250 °C. Une partie est évacuée de l'installation après traitement par la vapeur d'eau (23). Une autre partie passe dans le four 16, chauffé au fuel, où elle est portée à 330-380 °C, puis dans l'échangeur 18 où elle sert à porter la température de la phase asphaltique d'environ 150 à 300 °C. Cette dernière est soumise à une vaporisation, après détente de la pression, de manière à récupérer le solvant. L'asphalte subit un entraînement par la vapeur d'eau, destiné à éliminer les traces de solvant puis il est évacué à une température d'environ 300 °C après réchauffage par une partie de l'huile désasphaltée sortant du four 16.

Après 6 mois de fonctionnement, on a examiné l'état de l'échangeur 18. Un dépôt goudronneux de faible épaisseur s'était formé, mais les propriétés de conduction thermique n'avaient pratiquement pas changé. Quant au four de chauffage de l'huile désasphaltée, il ne présentait aucun encrassement.

5

Tableau

		Résidu sous vide	Huile désasphaltée
10	Poids spécifique (g/cm^3)	1,046	0,987
	Carbone Conradson (% poids)	26,5	12
	Asphaltènes (insol. à l'heptane, % en poids)	8,7	0,05
15	Viscosité à 100 °C (m^2/s)	$80 \cdot 10^{-4}$	$2,4 \cdot 10^{-4}$
	Ni (ppm en poids)	35	15
20	V (ppm en poids)	150	40

A titre de comparaison, une unité de désasphaltage pratiquement identique, si ce n'est que l'échangeur 18 avait été remplacé par un four chauffé au fuel, a dû être arrêtée après seulement 3 mois de fonctionnement en raison d'une perte de charge excessive dans le four. Une inspection de celui-ci a montré des dépôts infusibles très durs en certains points chauds des tubes.

25

Revendications

30

1. Procédé de désasphaltage au solvant d'une huile résiduelle d'hydrocarbures contenant des asphaltènes, dans lequel on met l'huile résiduelle en contact avec un solvant hydrocarbure léger, dans une zone d'extraction, on maintient des conditions de désasphaltage permettant la formation d'une phase liquide solvant-huile désasphaltée et d'une phase fluide solvant-asphalte, on sépare les deux phases formées et on vaporise séparément le solvant de chacune de ces deux phases, de manière à recueillir séparément une huile désasphaltée et un résidu asphaltique, caractérisé en ce que :

35

a) on fait passer une partie de l'huile désasphaltée, substantiellement séparée du solvant, dans une zone de chauffage indirect par flamme, de manière à élever sa température,

b) on met l'huile désasphaltée réchauffée, provenant de l'étape (a) en contact d'échange de chaleur indirect avec la phase fluide solvant-asphalte, de manière à fournir à cette phase au moins une partie de la chaleur nécessaire à la vaporisation du solvant, et

40

c) on mélange l'huile désasphaltée, après échange de chaleur de l'étape (b), avec la phase liquide solvant-huile désasphaltée provenant de la zone d'extraction.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel une partie de l'huile désasphaltée réchauffée, provenant de l'étape (a), est mise en contact d'échange de chaleur indirect avec le résidu asphaltique, de manière à réchauffer et fluidifier ce dernier.

45

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la température de l'huile désasphaltée est portée jusqu'à 250-420 °C dans l'étape (a).

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la température de l'huile désasphaltée est portée jusqu'à 350-400 °C dans l'étape (a).

50

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel la vapeur de solvant séparée de l'huile désasphaltée est mise en contact d'échange thermique avec la phase liquide solvant-huile désasphaltée avant que celle-ci soit soumise au mélange de l'étape (c).

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel le solvant est choisi parmi les hydrocarbures aliphatiques ayant de 4 à 7 atomes de carbone.

55

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel le solvant est choisi parmi les hydrocarbures aliphatiques ayant de 5 à 7 atomes de carbone.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel le débit d'huile désasphaltée, envoyée à l'étape (a), est réglé en fonction de la quantité de chaleur à fournir à la phase fluide solvant-huile asphaltique.

60

Claims

1. A process for solvent deasphalting an asphaltene-containing residual hydrocarbon oil, wherein the residual oil is contacted with a light hydrocarbon solvent, in an extraction zone, deasphalting

65

conditions are maintained to allow the formation of a liquid solvent-deasphalted oil phase and a fluid solvent-asphalt phase, the two resultant phases are separated and the solvent is separately vaporized from each of the two phases, so as to separately obtain a deasphalted oil and an asphaltic residue, characterized in

- 5 a) passing a portion of the deasphalted oil, substantially separated from the solvent, through a zone of indirect heating by flame, so as to raise its temperature,
 - b) contacting the reheated deasphalted oil from step (a), in indirect heat exchange relation, with the fluid solvent-asphalt phase, so as to deliver to this phase at least a part of the heat necessary to the vaporization of the solvent, and
 - 10 c) admixing the deasphalted oil, after the heat exchange of step (b), with the liquid solvent-deasphalted oil phase recovered from the extraction zone.
2. A process according to claim 1, wherein a portion of the reheated deasphalted oil from step (a) is contacted, in indirect heat exchange relation, with the asphaltic residue, so as to reheat the latter and make it more fluid.
- 15 3. A process according to claim 1 or 2, wherein the temperature of the deasphalted oil is raised to 250-420 °C in step (a).
4. A process according to claim 1 or 2, wherein the temperature of the deasphalted oil is raised to 350-400 °C in step (a).
5. A process according to any of claims 1 to 4, wherein the solvent vapor separated from the deasphalted oil is contacted, in heat exchange relation, with the liquid solvent-deasphalted oil phase before subjecting the latter to the mixing of step (c).
- 20 6. A process according to any of claims 1 to 5, wherein the solvent is selected from the aliphatic hydrocarbons with 4 to 7 carbon atoms.
7. A process according to any of claims 1 to 5, wherein the solvent is selected from the aliphatic hydrocarbons with 5 to 7 carbon atoms.
- 25 8. A process according to any of claims 1 to 7, wherein the feed rate of the deasphalted oil supplied to step (a) is controlled according to the heat amount to be delivered to the fluid solvent-asphaltic oil phase.

30

Ansprüche

1. Verfahren zur Entfernung von Asphalt aus einem Asphaltene enthaltenden Kohlenwasserstoffölrückstand durch Lösungsmittel, bei dem der Ölrückstand in einer Extraktionszone mit einem aus einem leichten Kohlenwasserstoff bestehenden Lösungsmittel in Kontakt gebracht wird, Entasphaltierungsbedingungen aufrecht erhalten werden, welche die Bildung einer flüssigen Phase Lösungsmittel-entasphaltiertes Öl und einer fluiden Phase Lösungsmittel-Asphalt ermöglichen, die beiden gebildeten Phasen getrennt und separat das Lösungsmittel aus jeder dieser beiden Phasen verdampft und dadurch getrennt voneinander ein entasphaltiertes Öl und ein Asphaltückstand gewonnen werden, dadurch gekennzeichnet, daß man
- 40 a) einen Teil des entasphaltierten Öls, das praktisch frei von Lösungsmittel ist, in eine indirekte Flammheizzone leitet zur Erhöhung von dessen Temperatur,
- b) das in Verfahrensstufe (a) erhaltene aufgeheizte entasphaltierte Öl in indirekten Wärmeaustauschkontakt mit der fluiden Phase Lösungsmittel-Asphalt bringt zur Zuführung mindestens eines Teils der zur Verdampfung des Lösungsmittels benötigten Wärme in diese Phase, und
- 45 c) das entasphaltierte Öl nach durchgeführten Wärmeaustausch in Verfahrensstufe (b) mit der aus der Extraktionszone stammenden flüssigen Phase Lösungsmittel-entasphaltiertes Öl mischt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man einen Teil des aus Verfahrensstufe (a) stammenden, aufgeheizten, entasphaltierten Öls in indirekten Wärmeaustauschkontakt mit dem Asphaltückstand bringt zur Aufheizung und Fluidisierung desselben.
- 50 3. Verfahren nach Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man in Verfahrensstufe (a) die Temperatur des entasphaltierten Öls auf 250-420 °C bringt.
4. Verfahren nach Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man in Verfahrensstufe (a) die Temperatur des entasphaltierten Öls auf 350-400 °C bringt.
- 55 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1-4, dadurch gekennzeichnet, daß man den aus dem entasphaltierten Öl abgeschiedenen Lösungsmitteldampf in Wärmeaustauschkontakt mit der flüssigen Phase Lösungsmittel-entasphaltiertes Öl bringt vor deren Vermischen in Verfahrensstufe (c).
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1-5, dadurch gekennzeichnet, daß man als Lösungsmittel aliphatische Kohlenwasserstoffe mit 4 bis 7 Kohlenstoffatomen einsetzt.
- 60 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1-5, dadurch gekennzeichnet, daß man als Lösungsmittel aliphatische Kohlenwasserstoffe mit 5 bis 7 Kohlenstoffatomen einsetzt.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1-7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Menge des in Verfahrensstufe (a) eingespeisten entasphaltierten Öls in Abhängigkeit von der Wärmemenge steuert, die der fluiden Phase Lösungsmittel-Asphaltöl zuzuführen ist.

65

