

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑰ Numéro de dépôt: **86402123.3**

⑤ Int. Cl.4: **C 10 G 21/00**

⑱ Date de dépôt: **29.09.86**

③ Priorité: **17.10.85 FR 8515552**

④ Date de publication de la demande:
20.05.87 Bulletin 87/21

⑥ Etats contractants désignés: **BE DE GB IT NL**

⑦ Demandeur: **INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE**
4, Avenue de Bois-Préau
F-92502 Rueil-Malmaison (FR)

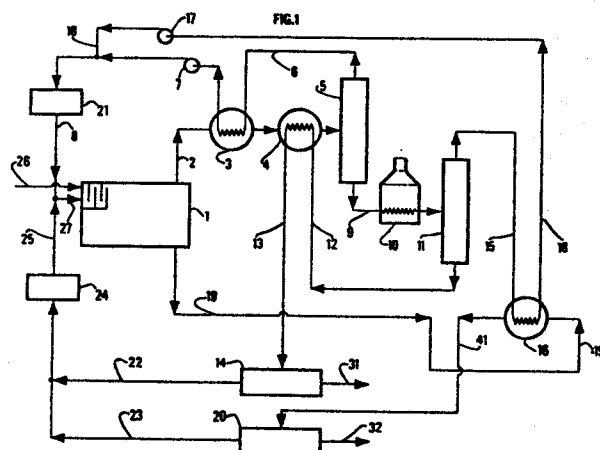
⑧ Inventeur: **Hotier, Gérard**
13, rue Michelet
F-92500 Rueil-Malmaison (FR)

Renard, Pierre
8, Allée des Romarins
F-78860 Saint Nom la Breteche (FR)

⑤④ Procédé de désasphaltage comportant une récupération d'énergie lors de la séparation huile désasphaltée-solvant de désasphaltage.

⑤⑦ Procédé de désasphaltage dans lequel on effectue la séparation huile désasphaltée-solvant de désasphaltage.

L'invention consiste à effectuer cette séparation en, au moins en deux étapes distinctes au point de vue de leurs températures et à effectuer une récupération de chaleur sur l'huile désasphaltée. L'huile à désasphalter (26) passe dans un extracteur (1) puis dans des récupérateurs de chaleur (3) et (4). La séparation huile solvant est réalisée en deux étapes (5) et (11), en conditions supercritiques, à des températures différentes. Le procédé est particulièrement économe en énergie du fait que la chaleur d'origine externe n'est fournie (10) qu'à une partie de la charge.



Description

L'invention concerne un procédé de désasphaltage comportant une récupération d'énergie lors de la séparation huile désasphaltée-solvant de désasphaltage.

5

ART ANTERIEUR

Dés 1960, le brevet US N° 2 940 920 décrivait la séparation de solvant de désasphaltage et d'huile désasphaltée dans des conditions supercritiques pour le solvant (par supercritique on entend une pression supérieure à la pression critique et une température supérieure à la température critique. La température critique est la température maximale à laquelle on peut liquéfier une partie au moins du fluide par une compression isotherme, la pression critique est la pression maximale à laquelle on peut observer une condensation ou une ébullition par variation de température à pression constante).

10

Par exemple colonne 18 ligne 20, ce brevet décrit la séparation de normal pentane d'une part, et d'huile désasphaltée et dérésinée d'autre part, à une température de 215 °C et à une pression de 37,5 bars alors que la température et la pression critique du pentane sont respectivement de 196 °C et 33 bars.

15

Il est à noter que ce brevet décrivait également le dérésinage de l'huile désasphaltée dans des conditions supercritiques pour le solvant.

20

Le brevet US N° 4 305 814 reprend cette technique en l'étendant à la séparation solvant - asphalte et la séparation solvant - résine : on contacte dans un premier décanteur le produit pétrolier à traiter avec du solvant, on sépare d'une part un mélange huile - résine - solvant et d'autre part de l'asphalte contenant encore un peu de solvant. Le mélange asphalte + solvant est porté dans des conditions supercritiques (1) pour le solvant et l'on sépare d'une part du solvant pratiquement pur et d'autre part de l'asphalte contenant des traces de solvant que l'on strippera ensuite à la vapeur. Le mélange huile - résine solvant est chauffé de manière à le porter dans des conditions qui peuvent être légèrement supercritiques, on sépare d'une part un mélange solvant - huile et d'autre part de la résine contenant encore du solvant. Le mélange résine + solvant est chauffé dans des conditions supercritiques pour le solvant (2) ce qui permet de récupérer encore du solvant avant de stripper les dernières traces de solvant de la fraction résine. Enfin le mélange huile-solvant est chauffé de manière à l'amener dans des conditions supercritiques (3) afin de séparer le gros du solvant de l'huile.

25

Dans l'exemple cité, le solvant de désasphaltage est le pentane, les conditions en (1) sont 238 °C, 46,4 bars et les conditions en (2) sont 240 °C, 46 bars.

30

Le brevet US 4 502 944 présente un désasphaltage et dérésinage en une seule étape avec démixion en 3 phases liquides, à une température d'environ 15 à 20° sous la température critique du solvant et une pression environ 20 bars supérieure à la pression critique. La phase la plus légère, constituée d'un mélange solvanthuille, est passée dans un échangeur puis un four avant d'entrer dans un séparateur supercritique à une pression équivalente à celle du premier séparateur (aux pertes de charges près) et à une température supérieure à la température critique du solvant non précisée. Le solvant séparé passe ensuite dans l'échangeur cité plus haut et sert à préchauffer le mélange huile-solvant. Dans les trois brevets cités ci-dessus, on cherche au cours des étapes conduites dans les conditions supercritiques à séparer l'huile désasphaltée du solvant de désasphaltage.

40

Ceci peut se schématiser par :

45

Etape "froide" d'extraction
par solvant liquide
sous critique

Etape chaude de séparation
du solvant supercritique

50

On cherche donc, dans les documents de ce premier type à minimiser la quantité de matière entraînée par le fluide supercritique. Dans d'autres documents et par exemple dans les brevets US N° 4 201 660, 4 478 705, 4 363 717, 4 341 619, 4 482 453, 4 349 415 et 4 354 922 le principe de fonctionnement est d'un second type qui peut être considéré comme inverse : on cherche tout d'abord à entraîner, d'une substance à raffiner, une classe de composants qui vont se dissoudre dans la phase supercritique puis au cours d'une seconde étape de détente et/ou de réchauffage, on va séparer le solvant de l'extrait entraîné, ce qui peut se schématiser soit par :

55

60

1 - Etape d'extraction
supercritique haute
pression

2 - Etape de séparation basse
pression sous critique ou
faiblement supercritique

soit par

- 1 - Etape d'extraction supercritique haute pression
- 2 - Relargage d'une partie de la matière entraînée par chauffage (conditions supercritiques)
- 3 - Séparation basse pression sous critique

Dans ce second type de schéma on cherche à maximiser la quantité de matière entraînée par le fluide supercritique.

INVENTION

La présente invention concerne les procédés du premier type mentionné plus haut et propose une méthode pour pousser au maximum la récupération d'énergie lors de la séparation supercritique huile désasphaltée solvant de désasphaltage. Le solvant de désasphaltage comprend au moins un hydrocarbure ayant de 3 à 6 atomes de carbone et appartient par exemple au groupe nC₃, nC₄, nC₅, nC₆, iC₄, iC₅, néo C₅, isos C₆, propylène, butènes, pentènes, hexènes ou au groupe propane, butane, pentane, hexane commerciaux, coupe C₃, coupe C₄, coupe C₅, coupe C₆, coupe propylène, coupe butène qui sont constitués d'un mélange des produits purs cités plus haut.

L'huile désasphaltée provient soit du désasphaltage, soit du désasphaltage suivi du dérésinage de produits pétroliers lourds tels que résidu atmosphérique, résidu sous-vide, bruts lourds étêtés, résidus de cracking catalytique, goudrons de houille ou de pétrole sans que cette liste soit limitative, au moyen de l'un des solvants précités. Le rapport volumique solvant/huile appelé taux de solvant dans une opération de désasphaltage ou dérésinage est le plus souvent de 3/1 à 10/1.

La présente invention s'applique de préférence lorsque la séparation supercritique est diphasique ; les deux phases séparées pouvant soit être considérées comme deux liquides, soit comme une vapeur et un liquide, soit comme un liquide et une phase dite fluide supercritique en se référant au solvant de désasphaltage. Il est en effet connu (Zhuze Petroleum 1960-23-298) que dans certaines conditions proches du point critique du solvant, on peut avoir à faire à des équilibres triphasiques vapeur-liquide pauvre en huile, liquide riches en huile.

L'invention a donc pour but essentiel de rendre minimale la consommation d'énergie dans les procédés de désasphaltage. L'étape de désasphaltage proprement dite n'est pas changée par rapport à l'art antérieur. La mise en contact de la charge avec le solvant de désasphaltage se fait donc de préférence à une température moyenne égale ou inférieure à la température critique du solvant. La nouveauté qui constitue un progrès par rapport à l'art antérieur concerne l'étape de fractionnement de l'extrait, permettant de recueillir séparément l'huile désasphaltée et le solvant de désasphaltage.

Pour éviter d'obtenir une séparation triphasique d'une part et pour atteindre la séparation diphasique la plus sélective possible d'autre part (la phase pauvre en huile doit contenir au maximum 7,5 % Poids d'huile, la phase riche en huile doit contenir au moins 50 % poids en huile) , on opère comme suit : l'extrait brut provenant de l'unité d'extraction par solvant est d'abord porté dans au moins une première étape à des conditions supercritiques, au moins vis-à-vis du solvant, comprenant une température T₁ et une pression P₁, de façon à provoquer une séparation en deux phases, une première phase de solvant récupéré, et une première phase d'extrait enrichi en huile, on sépare ces deux phases, et, dans au moins une seconde étape, on porte ladite première phase d'extrait enrichi en huile, obtenue dans la première étape, à des conditions supercritiques (au moins vis-à-vis du solvant) de température T₂ et de pression P₂, de façon à provoquer une séparation en deux phases, une seconde phase de solvant récupéré et une seconde phase d'extrait enrichi en huile, et l'on sépare ces deux phases.

De 75 à 97 % du solvant contenu dans l'extrait brut est récupéré dans la première étape et de 50 à 80 % du solvant contenu dans la première phase d'extrait enrichi en huile est récupéré dans la seconde étape.

Au moins une partie de la chaleur d'origine externe utilisée dans les deux étapes ci-dessus est fournie à la seconde étape, et au moins une partie de la chaleur nécessaire à la première étape est fournie par récupération de chaleur sur la première phase de solvant récupéré.

T₁, T₂, P₁ et P₂ sont définis ci-après:

$$1) T_c + 1,5x^2 - 2x < T_1 < T_c + 1,5x^2 - 2x + 45$$

où T_c représente la température critique du solvant de désasphaltage et x le nombre d'atomes de carbones de la molécule élémentaire du solvant de désasphaltage; ces formules sont calculées en degrés celsius. Lorsque le solvant de désasphaltage est un mélange, T_c représente la température à partir de laquelle on ne peut plus liquéfier l'intégralité du mélange quelque soit la pression, et x représente un nombre moyen d'atome de carbone des molécules de solvant.

$$2) P_c + 5 < P_1 < P_c + 30$$

ou P_c représente la pression critique du solvant de désasphaltage (les pressions sont calculées en bars absolus); dans le cas des mélanges, P_c représente, lorsque la température est T_c, la pression à laquelle la première bulle de vapeur apparait. A titre indicatif les plages opératoires pour les normaux hydrocarbures sont les suivantes :

	T Min	T Max	P Min	P Max
5				
Propane	104 °	147,5 °	48 bars	78 Bars
Butane	150 °	194 °	42 Bars	72 Bars
10				
Pentane	224 °	268,5 °	38 Bars	68 Bars
Hexane	277 °	323 °	34 Bars	64 Bars

15 3) $T_1 + 20 < T_2 < T_1 + 80$
ou T_1 représente la température opératoire de la première séparation supercritique (a), les températures étant exprimées en degrés celsius :

4) $P_c < P_2 < P_1 + 20$
20 ou P_c représente la pression critique du solvant exprimée en bars absolus. Entre la sortie de l'étape de désasphaltage et les deux étapes de séparation supercritique les échanges de chaleurs sont effectuées selon le principe exposé plus bas.

Dans un mode de réalisation préféré la chaleur nécessaire pour porter la température de l'extrait brut à celle nécessaire à la séparation de phases de la première étape est fournie dans l'ordre suivant audit extrait :

- 25 - d'abord la chaleur de la première phase de solvant récupéré,
- ensuite la chaleur de la seconde phase de l'extrait enrichi en huile.

Dans certains cas, un complément de chaleur, pourra être apporté par une source de chauffage d'origine externe.

A titre d'exemple de mise en oeuvre on peut citer :

- 30 - une première séparation (a) suivie d'une seconde séparation (b1) sur la phase riche en huile issue de (a),
- une première séparation (a) suivie d'une combinaison (b3) d'une recompression (b2) de la phase pauvre en huile issue de (a) et d'une seconde séparation (b1) sur la phase riche en huile issue de (a).
- une première séparation (a) suivie d'une combinaison (b4) d'une seconde séparation (b5) sur la phase pauvre en huile issue de (a) et d'une seconde séparation (b1) sur la phase riche en huile issue de (a).

35 La recompression du solvant supercritique (b2) quand elle est mise en oeuvre est conduite de préférence de manière adiabatique (sans échange de chaleur) de telle sorte que sa température augmente d'au moins 15 à 20° pour permettre une récupération de chaleur économique.

On pourra ainsi récupérer au maximum par échange charge effluent les calories du solvant "supercritique" puis après détente donc refroidissement à la température initiale du désasphalteur renvoyer le solvant purifié à l'étape de désasphaltage.

40 b-3 Cette étape est une combinaison de la deuxième étape de séparation supercritique (b1) conduite à une température supérieure à la première étape de séparation supercritique d'une part, et, d'une recompression de la "vapeur" (b2) ou plus généralement du solvant supercritique issu de la première étape de séparation supercritique d'autre part.

45 b-4 Préalablement à cette étape on conduit la séparation a), à une température de préférence comprise dans le quart inférieur de la fourchette de température définie plus haut pour T_1 . Lors de l'étape b4) proprement dite la phase riche en huile issue de a) subit une seconde séparation analogue à celle décrite en b1) conduite à une température de préférence comprise dans le quart supérieur de la fourchette de température définie plus haut pour T_2 . La phase pauvre en huile provenant de cette seconde séparation est mélangée à la phase pauvre en huile issue de la séparation a) et élève ainsi sa température. Ce mélange pauvre en huile subit une seconde séparation analogue à celle décrite en b1) conduite de préférence à une température située dans le quart inférieur de la fourchette de température définie plus haut pour T_2 . Enfin, la phase riche en huile issue de cette séparation est recyclée de préférence à l'étape a).

55 Le principe de l'invention deviendra plus clair pour le lecteur après examen des figures et des explications afférentes. La Figure 1 représente une première variante de l'invention où la séparation supercritique est effectuée en 2 étapes.

60 Le résidu est approvisionné par la ligne 26 et le solvant par la ligne 27 dans le réacteur ou la série de réacteurs de désasphaltage 1 fonctionnant dans des conditions légèrement sous critiques. La fraction lourde constituée d'asphaltènes et/ou de résines ainsi que d'un peu de solvant est évacuée par la ligne 19 et réchauffée dans l'échangeur 16 avant l'étape de récupération du solvant 20 constituée d'une évaporation (flash) basse pression et d'un entraînement (stripping) final à la vapeur. L'asphalte est recueilli en 32. La fraction légère constituée d'huile désasphaltée et de la majeure partie du solvant (environ 90 %) est évacuée par la ligne 2 et chauffée dans les échangeurs 3 et 4 de manière à atteindre des conditions supercritiques. Le mélange alors diphasique décante dans le séparateur 5.

65 - La phase légère constituée d'au moins 92,5 % poids de solvant et dans la plupart des cas d'au moins 97,5 %

Poids de solvant est évacuée par la ligne 6, elle cède sa chaleur au mélange huile solvant dans l'échangeur 3. Après la sortie de l'échangeur 3 ce mélange est habituellement encore très légèrement "supercritique" par rapport au solvant : la pression est largement supérieure à la pression critique tandis que la température est de quelques degrés supérieure à la température critique ; dans ces conditions le fluide supercritique a les caractéristiques d'un liquide, et peut être pompé par la pompe 7 dans le réservoir de solvant 21.

- La phase lourde constituée essentiellement d'huile (au moins 50 % Poids et dans la plupart des cas d'au moins 70 % Poids d'huile) est évacuée dans la ligne 9 et chauffée dans le four 10. Ce mélange alors diphasique décante dans le séparateur 11.

- La phase légère constituée de solvant pur à 97,5 % minimum est évacuée par la ligne 15, refroidie dans l'échangeur 16, pompée dans la pompe 17 et amenée au réservoir de solvant 21 par la ligne 18 ; le solvant séparé, dans des conditions supercritiques transitant par le réservoir 21 représente au moins 83,5 % de la totalité du solvant et dans la plupart des cas au moins 89 % de la totalité du solvant.

- La phase lourde constituée d'huile (minimum 83 % Poids et jusqu'à 96 %) évacuée par la ligne 12, elle cède sa chaleur au mélange huile solvant à travers l'échangeur 4 avant d'arriver par la ligne 13 à l'étape de récupération 14 constituée d'une évaporation (flash) basse pression et d'un entraînement (stripping) final à la vapeur. Le solvant récupéré dans les étapes 14 et 20 est renvoyé dans le réservoir de solvant froid 24 respectivement par les lignes 22 et 23 puis rejoint la ligne d'arrivée de solvant chaud 8 par la ligne 25. L'huile désasphaltée sort par la ligne 31.

La Figure 2 illustre une séparation supercritique en deux étapes combinée avec une recompression de fluide supercritique.

La charge lourde est amenée par la ligne 26 dans le réacteur où la série de réacteurs de désasphaltage 1 le solvant y est amené par la ligne 27. Le mélange d'asphalte et d'un peu de solvant constituant la fraction lourde est conduite par la ligne 19 dans l'échangeur 16, où elle se réchauffe avant d'entrer dans l'étape de séparation 20 constituée d'une évaporation (flash) basse pression et d'un entraînement (stripping) à la vapeur. La fraction légère constituée d'huile désasphaltée et de la majeure partie du solvant est réchauffée dans les échangeurs 3 et 4, à la sortie de l'échangeur 4 le mélange alors diphasique décante dans le séparateur 5.

- La fraction légère constituée d'au moins 92,5 % Poids de solvant et dans la plupart des cas d'au moins 97,5 % de solvant est évacuée par la ligne 6 vers le compresseur 28 afin d'augmenter sa température d'au moins 15 °C. Le solvant échauffé est mené par la ligne 29 vers l'échangeur 3, où il cède sa chaleur au mélange solvant huile puis vers la vanne de détente 30 (éventuellement vers une turbine pour récupérer l'énergie mécanique) où le solvant se détend et se liquéfie en étant ramené à une température inférieure à la température critique. La ligne 44 amène le solvant au réservoir 21.

- La fraction lourde constituée d'au moins 50 % Poids d'huile et dans la plupart des cas d'au moins 70 % d'huile est conduite par la ligne 9 au four 10 où elle est chauffée. Le mélange diphasique décante dans le séparateur 11.

- La phase légère constitué d'au moins 97,5 % de solvant est amenée par la ligne 15 dans l'échangeur 16 où elle cède sa chaleur à la phase lourde de l'étape de désasphaltage puis est renvoyée par la pompe 17 au réservoir de solvant 21. Au moins 85 % du solvant transite par le réservoir 21.

- La phase lourde constituée d'au moins 85 % d'huile cède sa chaleur du mélange huile solvant dans l'échangeur 4, elle est ensuite envoyée par la ligne 13 dans l'étape de séparation du solvant 14, constituée d'une évaporation (flash) basse pression et d'un entraînement (stripping) à la vapeur. Au moyen des lignes 22 et 23 le solvant froid récupéré dans les étapes 14 et 20 est renvoyé dans le réservoir 24 puis au moyen de la ligne 25 dans la ligne de solvant 27.

La Figure 3 illustre un mode de réalisation de l'invention préféré quand le taux de solvant (rapport volumique du solvant à la charge) est supérieur à 8. Il comporte une première séparation supercritique, suivie d'une seconde séparation supercritique pour chacune des deux phases séparées.

Le résidu est approvisionné par la ligne 26 et le solvant par la ligne 27 dans le réacteur ou la série de réacteurs de désasphaltage 1 fonctionnant dans des conditions légèrement sous critiques. La fraction lourde constituée d'asphaltènes et/ou de résines ainsi qu'un peu de solvant est évacuée par la ligne 19 vers la zone 20 constituée d'une évaporation (flash) basse pression et d'un entraînement (stripping) final à la vapeur. La fraction légère constituée d'huile désasphaltée et de la majeure partie du solvant (environ 95 %) est évacuée par la ligne 2, chauffée dans l'échangeur 3 et mélangée à la jonction 33 avec l'effluent chaud de la ligne 42. Le mélange alors diphasique subit une séparation supercritique dans le séparateur 5.

La phase légère constituée d'au moins 92,5 % poids de solvant est évacuée par la ligne 6, elle se réchauffe dans l'échangeur 34, elle est mélangée à l'effluent chaud de la ligne 15 à la jonction 35 et elle subit une nouvelle séparation supercritique dans le séparateur 36.

La phase légère (constituée d'au moins 97,5 % poids de solvant) issue du séparateur est envoyée par la ligne 37 dans l'échangeur 3 où elle se refroidit puis ramenée au moyen de la pompe 7 vers le réservoir de solvant 21 au moyen de la ligne 38 (dans ces conditions le fluide supercritique a une compressibilité proche de celle d'un liquide).

La phase lourde issue du séparateur 36 est pompée en 39 à travers la ligne 42 vers la jonction 33.

La phase lourde constituée d'une part importante d'huile (au moins 40 % poids) est évacuée dans la ligne 9 et chauffée dans le four 10. Ce mélange alors diphasique décante dans le séparateur 11.

La phase légère constituée de solvant pur à 97,5 % poids minimum est évacuée par la ligne 15 vers la jonction 35.

La phase lourde constitué d'huile (minimum 87 % et jusqu'à 96 %) est évacuée par la ligne 12 vers l'échangeur 34 où elle se refroidit avant d'entrer dans la zone 14 constituée d'une évaporation (flash) basse pression et d'un entraînement (stripping) final à la vapeur. L'huile désasphaltée est recueillie par la ligne 31.

De la zone 14 le solvant froid récupéré est envoyé vers le réservoir de solvant froid 24. De la zone 20 le solvant froid récupéré est renvoyé vers le réservoir 24. A partir des réservoirs de solvant chaud 21 et de solvant froid les lignes 8 et 25 retournent vers la ligne 27.

Les sept exemples qui vont suivre vont permettre de juger de l'intérêt de l'invention et de son apport par rapport à l'art antérieur.

L'exemple 1 constitue une application de l'art antérieur selon le brevet US 2940920 dans son principe et de l'étape (a) de la présente invention dans sa réalisation pratique.

L'exemple 2 constitue une application de l'invention selon la combinaison des étapes (a) et (b1).

L'exemple 3 constitue la forme préférée d'application de l'invention selon la combinaison des étapes (a) et (b3).

Les trois exemples précédents sont menés avec le même solvant, une coupe pentane, et avec mêmes débits de charge et de solvant dans l'étape de désasphaltage. Le tableau 3 permet de juger comparativement des avantages de l'invention dans ses différentes variantes (exemples 2 et 3) sur une application particulière de l'art antérieur.

L'exemple 4 constitue la forme préférée d'application de l'invention à chaque fois que le taux de solvant est supérieur ou égal à 8. Cet essai est conduit avec la même charge et le même solvant que les quatre exemples précédents, cependant le taux de solvant qui était de 3,75 dans les exemples 1 à 3 est maintenant égal à 9,6.

L'exemple 5 constitue la forme préférée d'application de l'invention combinaison des étapes (a) et (b3), lorsque le solvant de désasphaltage est le butane et que le taux de solvant est inférieur à 8.

L'exemple 6 constitue la forme préférée d'application de l'invention des étapes (a) et (b3), lorsque le solvant de désasphaltage est le propane et que le taux de solvant est inférieur à 8.

EXEMPLE 1 (Figure 4 : art antérieur)

Par la ligne N° 26 on injecte 3t/h de résidu de distillation sous vide (dont les caractéristiques sont données dans le tableau 1) et par la ligne N° 27 on injecte 7 t/h de coupe pentane (dont les caractéristiques sont données dans le tableau 2) dans une zone de mélange suivie d'une zone de décantation 1, l'ensemble étant désigné comme zone de désasphaltage. Dans cette zone la température moyenne est 190 °C, la pression 46 bars absolus. Dans ces conditions le mélange décanse en deux phases. Par la ligne 2 on prélève 8,3 t/h de phase légère constituée d'un mélange de 24,1 % poids d'huile désasphaltée et 75,9 % de solvant. Par la ligne 19 on prélève 1,7 t/h d'un mélange constitué de 58,8 % d'asphalte et 41,2 % de solvant. Le mélange asphalte solvant est évaporé (flashé) à basse pression puis entraîne (strippé) à la vapeur dans une zone 20, de cette zone sortent 1 t/h d'asphalte et 0,7 t/h de solvant qui est renvoyé par la ligne 23 vers la ligne 27. Le mélange huile désasphaltée-solvant de la ligne 2 passe à travers l'échangeur 3 où sa température monte à 224 ° ; à la sortie de cet échangeur une fraction du mélange s'est déjà "vaporisé". Ce mélange est encore chauffé dans un four 40, de manière à porter sa température à 245 °. Dans une zone de décantation 50 maintenue à 45 bars absolus on laisse le mélange diphasique décanter. Par la ligne 9 on prélève 2,73 t/h d'un liquide constitué de 72,5 % d'huile désasphaltée et de 27,5 % de solvant. Le mélange huile-solvant est amené dans la zone 14 où il est évaporé (flashé) à basse pression puis entraîné (strippé) à la vapeur de cette zone sortent 2 t/h d'huile désasphaltée (31) et 0.752 t/h de solvant que l'on renvoie par la ligne 22 vers la ligne 27. Par la ligne 6 issue du séparateur 5 on prélève 5,57 t/h de fluide supercritique contenant 0,4 % d'huile et 99,6 % de solvant. Ce fluide est refroidi dans l'échangeur 3 d'où il ressort à une température de 205 °C, la pompe 7 véhicule ce fluide qui a des caractéristiques de compressibilité et de densité voisines de celles d'un liquide vers le réservoir tampon 21. Par la ligne 8 on renvoie ce fluide vers la ligne 26.

Tableau N° 1 - Résidu de distillation sous vide

$d_4^{15} = 0,981$
Viscosité à 100 ° = 158 cSt
Point initial = 400 °
% distillé à 500 ° = 7 % Vol.
Masse molaire (tonométrie) = 780

Tableau N° 2 - Caractéristique coupe C₅

$d_4^{15} = 0,6245$
C₂H₆ : 0,1 %, C₃H₈ : 0,15 %; C₄H₁₀ : 0,2 %, nC₅H₁₂ : 78,97 %, iC₅H₁₂ : 20,3 %, C₆H₁₄ : 0,28 %

EXEMPLE 2 (Figure 1)

Par la ligne N° 26 on injecte 3 t/h de résidu sous vide (de caractéristiques équivalentes à celui de l'exemple 1), par la ligne N° 27 on injecte 7 t/h de coupe pentane (de caractéristiques équivalentes à celle de l'exemple 1) dans une zone de mélange suivie d'une zone de décantation 1, l'ensemble étant désignée comme zone de désasphaltage. Dans cette zone la température moyenne est 190 °C, la pression 46 bars absolus. Dans ces conditions le mélange décanse en deux phases. Par la ligne 2 on prélève 8,3 t/h de phase légère constituée

d'un mélange de 24,1 % Poids d'huile désasphaltée et 75,9 % de solvant. Par la ligne 19 on prélève 1,7 t/h d'un mélange constitué de 58,8 % d'asphalte et 41,2 % de solvant. Le mélange asphalte solvant passe à travers l'échangeur 16 d'où il ressort à 204 °C, puis parvient dans la zone 20 où il est évaporé (flashé) à basse pression puis entraîné (strippé) à la vapeur. De la zone 20 sortent 1 t/h d'asphalte et 0,7 t/h de solvant renvoyé au moyen de la ligne 23 vers la ligne N° 27. Le mélange huile désasphaltée solvant de la ligne 2 passe à travers l'échangeur 3 d'où il ressort à 224 °C. On passe ensuite à travers l'échangeur 4 d'où le mélange ressort à 245 ° ; à cause des pertes de charge la pression est de 45 bars absolus. Dans le séparateur 5, point d'aboutissement de la ligne 2, on laisse le mélange décanter en deux phases.

5,57 t/h de phase légère contenant 0,4 % d'huile et 99,6 % de solvant sont évacués par la ligne 6 vers l'échangeur 3 où la température de ce fluide supercritique est rabaisée jusqu'à 205 ° ; la pression est alors de 44 bars. Ce fluide est repris par la pompe 7 et évacué vers le réservoir de stockage 21 (Température : 205 °, Pression : 46 bars).

2,73 t/h de phase dense contenant 27,5 % de solvant et 72,5 % d'huile sont conduites par la ligne 9 dans le four 10 où la température monte jusqu'à 285 °C, on laisse ce mélange décanter dans le séparateur 12 la pression en ce point est environ 44 bars.

- Par la ligne 15 on prélève 0,459 t de mélange à 0,37 % d'huile et 99,63 % de solvant ; dans l'échangeur 16 ce mélange est refroidi à 205 ° puis évacué par la ligne 18 vers la pompe 17 qui le renvoie dans le réservoir de solvant 21

- par la ligne 12 on prélève un mélange à 13 % de solvant et 87 % d'huile qui se refroidit à 235 ° dans l'échangeur 4, la ligne 13 l'emmène vers la zone 14 où il est évaporé (flashé) à basse pression puis entraîné à la vapeur (strippé). De cette zone sortent 1,976 t/h d'huile désasphaltée (31) et 0,295 t/h de solvant par la ligne 22 qui retourne vers la ligne 2.

EXEMPLE 3 (Figure 2)

Le résidu sous vide et la coupe pentane des exemples 1, 2 sont envoyés respectivement par les lignes 26 et 27 (à raison de 3 t/h et 7 t/h) dans la zone de mélange suivie de la zone de décantation 1, l'ensemble constituant la zone de désasphaltage ; les conditions opératoires sont alors 190° et 46 bars. Par la ligne 2 on prélève 8,3 t/h de mélange contenant 24,1 % Poids d'huile et 75,9 % de solvant. Par la ligne 19 on prélève 1,7 t/h de mélange constitué de 58,8 % d'asphalte et 41,2 % de solvant ce flux est réchauffé à 203° dans l'échangeur 16 puis arrive dans la zone 20 où il est évaporé (flashé) à basse pression puis entraîné (strippé) à la vapeur. De la zone 20 sortent 1 t/h d'asphalte (32) et 0,7 t/h de solvant par la ligne 23 qui assure le retour vers la ligne 27. Le mélange huile solvant de la ligne 2 se réchauffe à 230° dans l'échangeur 3 puis à 245° dans l'échangeur 4 la pression est alors de 45 bars absolus. On laisse décanter le mélange diphasique dans le séparateur 5. Par la ligne 9 on prélève 2,73 t/h de liquide contenant 72,5 % poids d'huile et 27,5 % de solvant. Ce flux est réchauffé à 280° dans le four 10, on laisse décanter dans le séparateur 11 (280 °C, 44 bars) et on obtient à nouveau 2 phases, par la ligne 12 on soutire 2,328 t/h de liquide contenant 85 % d'huile et 15 % de solvant, que l'on refroidit à 240° dans l'échangeur 4, la ligne 16 envoie ce liquide dans la zone 14 où il est évaporé (flashé) à basse pression puis entraîné (strippé) à la vapeur. De la zone 14 sortent 1,976 t/h d'huile désasphaltée et 0,352 t/h de solvant véhiculé par la ligne 22 vers la ligne 27, par la ligne 15 sort 0,402 t/h de fluide supercritique contenant 99,60 % de solvant et 0,4 % d'huile, ce fluide est refroidi à 205° dans l'échangeur 16 la ligne 18 le ramène à la pompe 17 qui le recomprime à 46 bars pour l'envoyer dans le réservoir 21.

Par la ligne 6 on sort 5,57 t/h de mélange contenant 99,6 % de solvant et 0,4 % d'huile du séparateur 5. Ce fluide supercritique passe dans le compresseur 28 qui remonte son niveau de pression à 58 bars, la compression étant adiabatique, la température monte à 262° on refroidit alors à 205° dans l'échangeur 3 le fluide passe alors dans la zone 30 qui peut être constituée soit d'une vanne de détente soit d'une turbine permettent de récupérer en partie l'énergie mécanique. La détente à 46 bars provoque un refroidissement à 189°, ce solvant est alors renvoyé vers le réservoir 21 où le solvant est stocké à 190 °C et 46 bars

Le Tableau N° 3 fait apparaître les résultats obtenus dans les exemples 1 à 3, qui peuvent être comparés entre eux, ainsi que celui de l'exemple 4 qui n'est pas comparable du point de vue énergétique. On voit que les exemples 2 et 3 permettent de réaliser une économie d'énergie thermique substantielle par rapport à l'exemple 1 et qu'en outre la pureté de l'huile désasphaltée est sensiblement plus élevée (ou la teneur en huile plus faible). L'exemple 4 se rapporte particulièrement aux procédés de désasphaltage dont l'étape de base c'est-à-dire la séparation huile désasphaltée-asphalte (1) exige des forts taux de solvant. Si l'on reprend l'exemple 1 et que l'on triple la quantité de solvant utilisée, l'économie d'énergie réalisée dans l'exemple 4 par rapport à ce cas, est environ 23 %.

L'avantage apporté par une plus grande pureté de l'huile se traduira en terme de dépense de vapeur d'entraînement (stripping), ce poste étant sensiblement proportionnel à la quantité de solvant résiduel à enlever dans les exemples 2, 3 et 4 la pureté de l'huile est sensiblement supérieure à celle du cas de l'art antérieur.

COMPARAISON DES DIFFERENTES VERSIONS

TABLEAU 3

	SOLVANT			HUILE			ASPHALTE	ENERGIE THERMIQUE
	D(t/h)	T°C	Pureté	D(t/h)	T°C	Pureté	T°C	(unité arbitraire)
Ex. 1	5,57	205	99,6 %	2,73	245	72,5 %	190	100
Ex. 2	6,03	205	99,6 %	2,27	235	87 %	204	80,5
Ex. 3	5,97	190	99,6 %	2,33	240	85 %	203	70
Ex. 4	17,31	205	99,6 %	2,31	240	93,1 %	190	77*

* Par rapport à un cas 1 où la quantité de solvant serait triplée

EXEMPLE 4 (Figure 3)

Par la ligne 26 on injecte 3 t/h de résidu de distillation sous vide de caractéristiques identiques à celui des exemples 1 à 3 par la ligne 27 on injecte 18 t/h de coupe pentane de caractéristiques identiques à celle des exemples 1 à 3 auxquelles s'ajoutent 0,067 t/h d'huile désasphaltée recyclée avec le solvant*.

*La quantité d'huile désasphaltée entraînée par le solvant recyclé dans les exemples 1 à 3 est très faible (environ 0,02 t/h), elle n'a donc pas été mentionnée dans le texte des exemples 1 à 3.

Les lignes 26 et 27 aboutissent à la zone de mélange suivie de la zone de décantation 1, l'ensemble étant désigné comme zone de désasphaltage. Dans cette zone la température moyenne est 190 °C, la pression 49 bars absolus. Dans ces conditions le mélange décante en deux phases. Par la ligne 2 on prélève 19,617 t/h de phase légère constituée d'un mélange de 11 % poids d'huile désasphaltée et 89 % poids de solvant. Par la ligne 19 on prélève 1,45 t/h d'un mélange constitué de 58,8 % poids d'asphalte et 41,2 % de solvant. Dans la zone 20 le mélange asphalte solvant est évaporé (flashé) à basse pression et entraîné (strippé) à la vapeur de cette zone sortent 0,85 t/h d'asphalte (32) et 0,60 t/h de solvant froid qui est renvoyé par la ligne 23 vers le réservoir 24 puis la ligne 27.

Le mélange huile désasphaltée solvant de la ligne 2 passe à travers l'échangeur 3 d'où il ressort à 224,5 °. A la jonction 33 on ajoute à ce flux 0,22 t/h d'un mélange contenant 72,4 % poids d'huile, après cet appoint la température de l'ensemble s'établit à 224,75 °C et deux phases sont présentes. On laisse décanter dans le séparateur 5 où les conditions sont 224,75 °C, 48 bars absolus.

5,946 t/h de phase dense composée de 39,26 % poids d'huile et 60,74 % de solvant sont soutirées par la ligne 9 et réchauffées à 300 °C dans le four 10 ; à la sortie de ce four le mélange à nouveau diphasique décante dans le séparateur 11 où la pression est 47 bars absolus. On soutire alors par la ligne 12, 2,31 t/h de phase dense constituée de 93,07 % poids d'huile et de 6,93 % de solvant. Cette phase dense se refroidit à 240° dans l'échangeur 34 puis part vers la zone 14 où elle subit une évaporation (flash) basse pression et un entraînement (stripping) à la vapeur, de cette zone sortent 2,15 t/h d'huile désasphaltée et 0,16 t/h de solvant froid qui est renvoyé par la ligne 22 vers le réservoir 24.

Par la ligne 15 on soutire 3,186 t/h de solvant contenant 0,25 % d'huile, ce flux est envoyé vers la jonction 35.

En tête du séparateur 5 on soutire 14,34 t/h de phase légère contenant 1,52 % poids d'huile et 98,48 % poids de solvant. Ce flux est réchauffé dans l'échangeur 34 de 224,75° à 231,35°. Au cours de cet échauffement la vapeur initialement à son point de rosée recondense une petite quantité d'un mélange riche en huile, ce phénomène est connu sous le nom de condensation rétrograde. A la jonction 35 on ajoute alors les 3,186 t/h du flux de la ligne 15. Après mélange la température de l'ensemble atteint 245 ° et une quantité supplémentaire d'huile s'est encore condensée. Dans le séparateur 36 où la pression est 46,5 bars absolus on récupère donc encore 0,22 t/h de phase lourde contenant environ 72 % poids d'huile et 28 % de solvant, cet effluent est renvoyé par la pompe 39, à travers la ligne 42 vers la jonction 33.

En tête du séparateur 17 on prélève par la ligne 28 17,307 t/h de solvant contenant 0,38 % d'huile. Ce solvant se refroidit à 205 °C dans l'échangeur 3 avant d'être repris par la pompe 7 qui l'envoie à travers la ligne 18 vers le réservoir 21 de solvant chaud.

Les lignes 8 et 25 ramènent le solvant chaud et le solvant froid vers la ligne 27;

EXEMPLE 5 (Figure 2)

On traite 3 t/h du même résidu sous vide que celui de l'exemple 1 par 12 t/h d'une coupe C4 à 110 °C et 57 bars absolus. On décante l'extrait à 175 °C et 55 bars absolus (première étape) en éliminant 93,3 % du solvant et on envoie la phase lourde restante dans un second séparateur à 215 °C et 54 bars (seconde étape). on y sépare 73 % du solvant qui restait dans la phase lourde après la première étape.

L'effluent de la ligne 6 est comprimé à 75 bars, il s'échauffe par ce fait à 195 °C ; il cède sa chaleur dans l'échangeur 3 avant de traverser la vanne ou la turbine 30. L'huile (ligne 12) cède sa chaleur dans l'échangeur 4 ; Après l'évaporation (flash) finale et l'entraînement (stripping) à la vapeur, on recueille 1,8 t/h d'huile désasphaltée.

EXEMPLE 6 (Figure 2)

On traite 3 t/h du même résidu sous vide que celui de l'exemple 1 par 18 t/h de coupe C3 à 75 °C et 45 bars absolus. On comprime l'extrait avant de le décanter à 123 °C et 73 bars (première étape) on élimine ainsi 95,4 % du solvant. La phase lourde restante passe dans un second séparateur à 163 °C et 72 bars ; on y élimine 75,4 % du solvant restant après la première étape dans la phase lourde.

L'effluent de la ligne 6 est comprimé à 100 bars et s'échauffe de ce fait à 128 °C, il cède sa chaleur dans l'échangeur 3 avant de traverser la vanne ou la turbine 30.

L'huile (ligne 12) cède sa chaleur dans l'échangeur 4 ; après une évaporation (flash) finale et un entraînement à la vapeur (stripping) on recueille 1,7 t/h d'huile désasphaltée.

Revendications

1- Procédé de désasphaltage comportant une récupération d'énergie lors de la séparation huile désasphaltée-solvant de désasphaltage, dans lequel on soumet une huile contenant de l'asphalte à une extraction par un solvant choisi parmi les hydrocarbures ayant de 3 à 6 atomes de carbone et leur mélanges, on recueille séparément une phase huileuse (extrait brut) et une phase asphaltique (raffinat brut) et on sépare le solvant de chacune desdites phases, caractérisé en ce que, pour séparer le solvant de la phase huileuse (extrait brut) on opère au moins en deux étapes :

a) dans une première étape on porte ladite phase huileuse à des conditions supercritiques par rapport au solvant, de température T1 et de pression P1, de façon à provoquer une séparation en deux phases, une première phase de solvant récupéré et une première phase d'extrait enrichi en huile et on sépare ces deux phases et,

b) dans une seconde étape on porte ladite première phase d'extrait enrichi en huile, obtenue dans la première étape, à des conditions supercritiques par rapport au solvant de température T2 et de pression P2, de façon à provoquer une séparation en deux phases, une seconde phase de solvant récupéré et une seconde phase d'extrait enrichi en huile et on sépare ces deux phases, la seconde phase d'extrait enrichi en huile constituant l'huile désasphaltée recherchée dont on peut séparer le solvant résiduel éventuel, le procédé étant caractérisé en outre en ce que 75 à 97 % du solvant contenu dans la première phase d'extrait enrichi en huile est séparé dans la seconde étape, et en ce que au moins une partie de la chaleur d'origine externe utilisée dans le procédé est fournie à la seconde étape et au moins une partie de la chaleur nécessaire à la première étape est fournie par récupération de chaleur sur la première phase de solvant récupéré, T1, T2, P1 et P2 étant définis comme suit :

$$T_c + 1,5x^2 - 2x < T_1 < T_c + 1,5x^2 - 2x + 45$$

$$T_1 + 20 < T_2 < T_1 + 80$$

$$P_c + 5 < P_1 < P_c + 30$$

$$P_c < P_2 < P_1 + 20$$

où Tc et Pc sont respectivement la température critique et la pression critique du solvant, les températures étant en degrés celsius et les pressions en bars, et x est le nombre d'atomes de carbone de la molécule "moyenne" de solvant.

2 - Procédé selon la revendication 1 dans lequel la première phase de solvant récupéré est recomprimé en condition au moins partiellement adiabatique avant échange destiné à fournir de la chaleur à la première étape.

3 - Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel au moins une partie de la chaleur sensible de la seconde phase d'extrait enrichi en huile est cédée à l'extrait brut, après que celui-ci ait reçu de la chaleur de la première phase de solvant récupérée et avant séparation des deux phases formées dans la première étape de séparation du procédé.

4 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel les conditions de séparation sont telles que pour la première étape, la première phase de solvant récupérée renferme au plus 7,5 % en poids d'huile désasphaltée et au moins 92,5 % poids de solvant, et la première phase d'extrait enrichi en huile

contienne au moins 40 % poids d'huile désasphaltée et au plus 60 % poids de solvant.

5 - Procédé selon la revendication 4, dans lequel la première phase de solvant récupéré renferme au plus 2,5 % poids d'huile désasphaltée et au moins 97,5 % poids de solvant, et la première phase d'extrait renferme au moins 70 % poids d'huile désasphaltée et au plus 30 % poids de solvant.

5 6 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel la chaleur fournie à la première étape est fournie au séparateur de phase ou au courant d'extrait brut qui l'alimente.

10 7 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel la première étape de séparation est réalisée dans des conditions supercritiques vis-à-vis du mélange solvant + huile désasphaltée et dans lequel la première phase de solvant récupéré est chauffée par mise en contact d'échange thermique avec la seconde phase d'extrait enrichi en huile, de façon à provoquer une séparation, par condensation rétrograde, d'une troisième phase de solvant récupéré et d'une troisième phase d'extrait enrichi en huile, et dans lequel la chaleur sensible de ladite troisième phase de solvant récupéré est cédée à la première étape, et dans lequel la troisième phase d'extrait enrichi en huile est mélangée à l'extrait brut pour être traitée avec ce dernier dans la première étape.

15

20

25

30

35

40

45

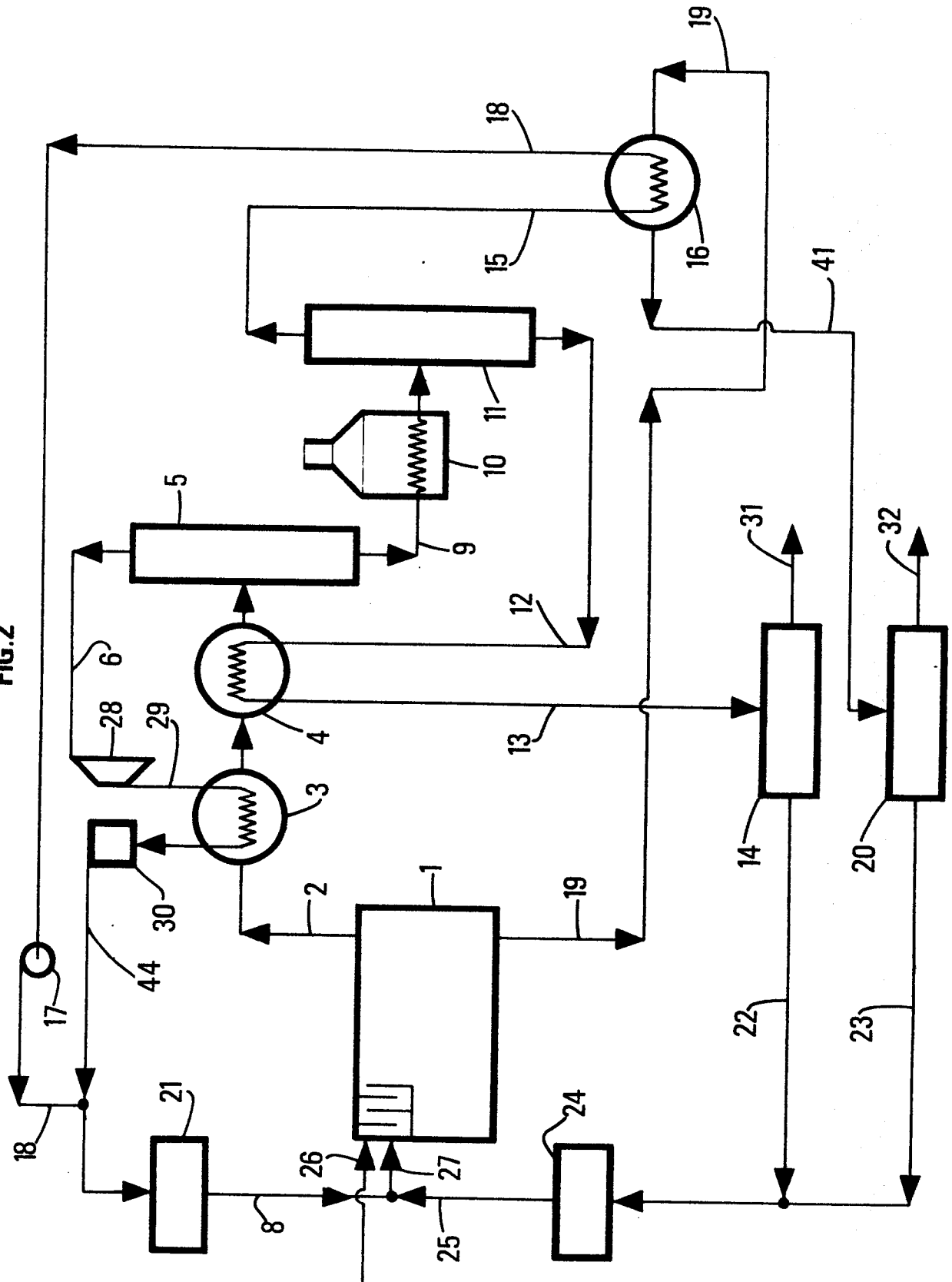
50

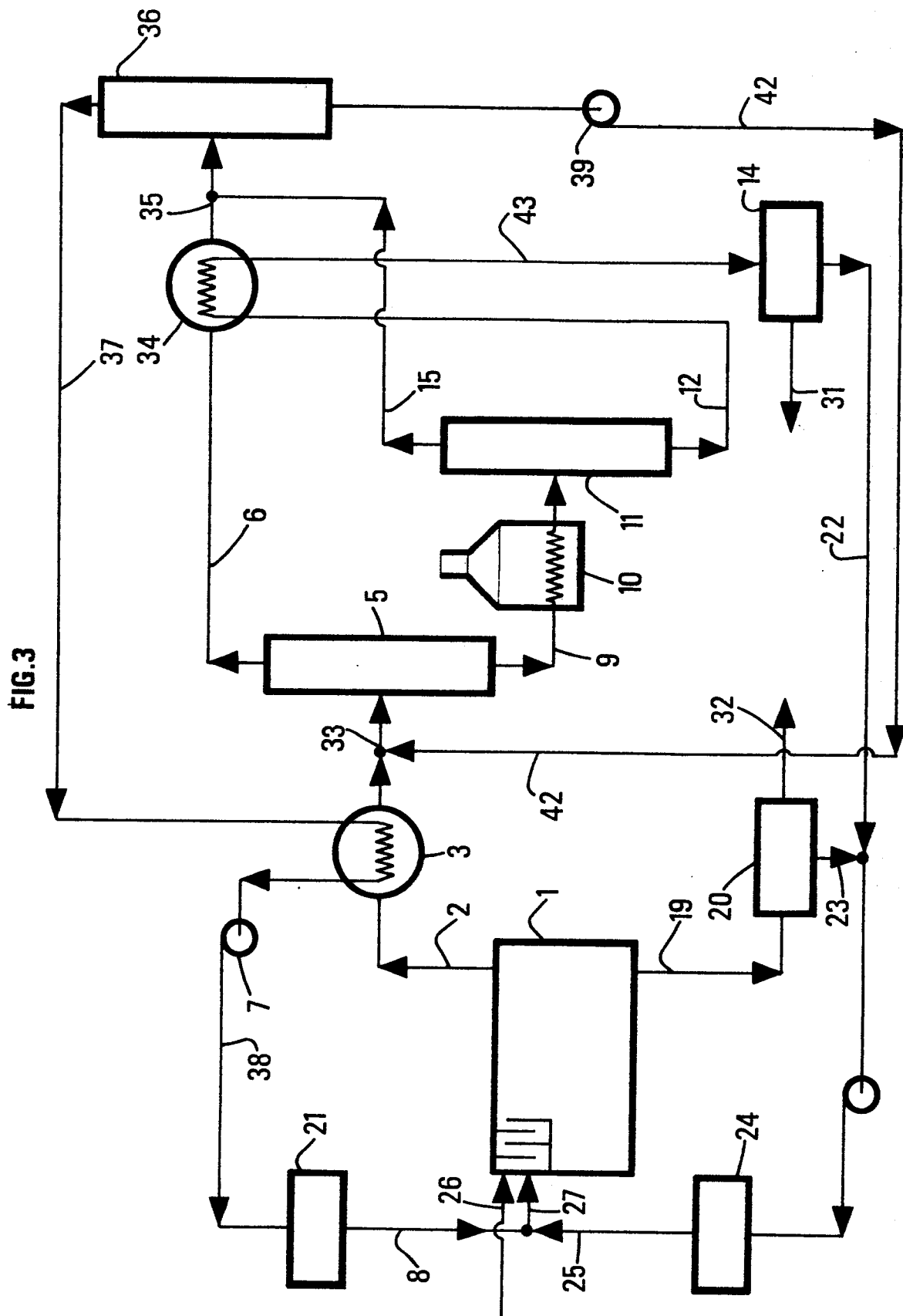
55

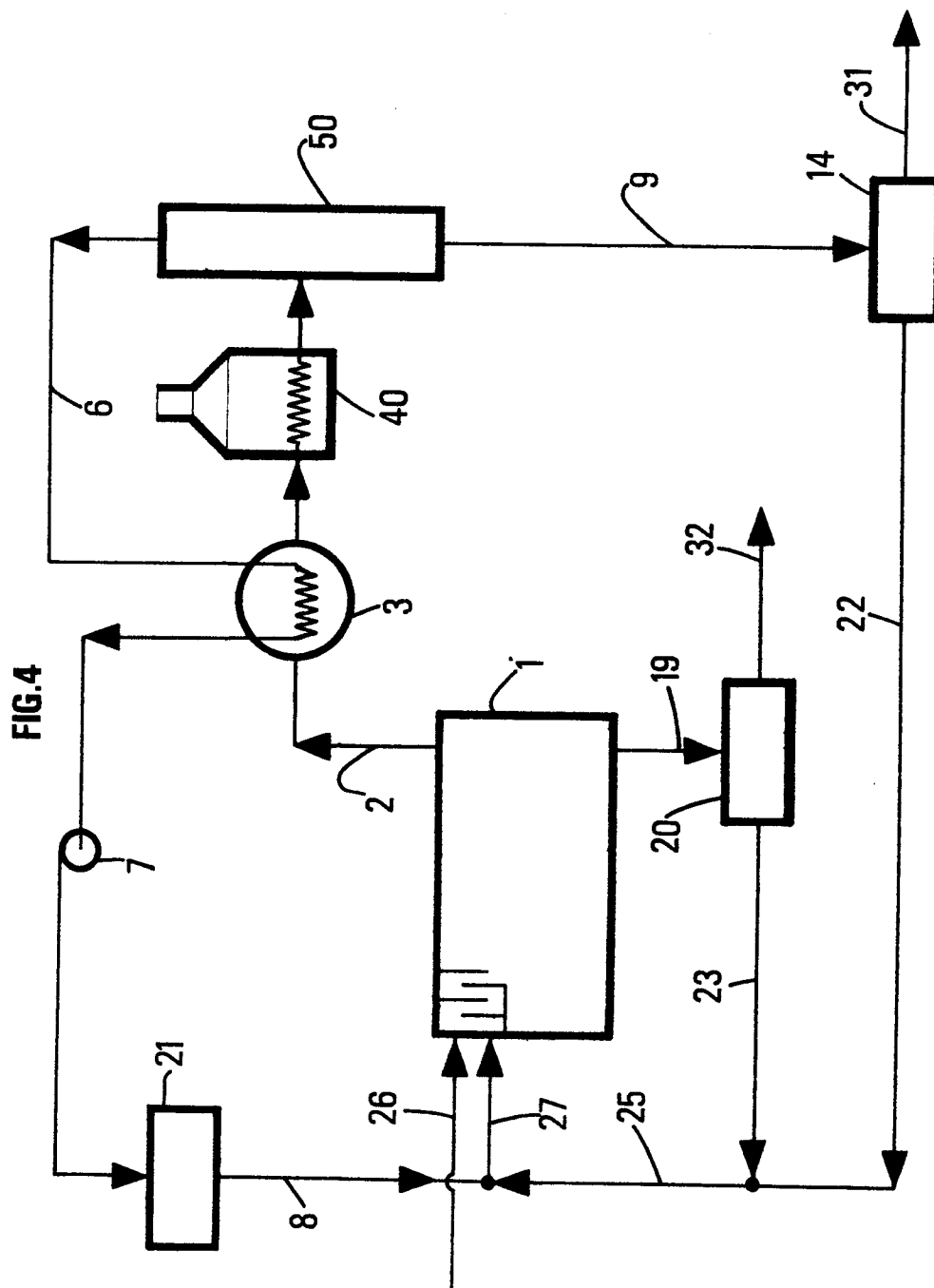
60

65

FIG. 2









EP 86 40 2123

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 4)
A	US-A-4 421 639 (LAMBERT et al.) * Revendication 1; colonne 9, ligne 13 - colonne 11, ligne 45; figure 1 *	1,6	C 10 G 21/00
A	EP-A-0 053 535 (I.F.P.) ----- -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 4)
			C 10 G
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 27-01-1987	Examineur DE HERDT O.C.E.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	