



(11) **EP 3 018 188 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
11.05.2016 Bulletin 2016/19

(51) Int Cl.:
C10G 31/06 (2006.01) C10G 49/00 (2006.01)
C10G 65/12 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **15306717.8**

(22) Date de dépôt: **27.10.2015**

(84) Etats contractants désignés:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Etats d'extension désignés:
BA ME
Etats de validation désignés:
MA

(71) Demandeur: **IFP Énergies nouvelles**
92852 Rueil-Malmaison Cedex (FR)

(72) Inventeurs:
• **Weiss, Wilfried**
38540 Valencin (FR)
• **Corre, Thibault**
69510 Soucieu en Jarrest (FR)

(30) Priorité: **04.11.2014 FR 1460627**

(54) **PROCEDE DE CONVERSION DE CHARGES PETROLIERES COMPRENANT UNE ETAPE D'HYDROTRAITEMENT EN LIT FIXE, UNE ETAPE D'HYDROCRAQUAGE EN LIT BOUILLONNANT, UNE ETAPE DE MATURATION ET UNE ETAPE DE SEPARATION DES SEDIMENTS POUR LA PRODUCTION DE FIOULS A BASSE TENEUR EN SEDIMENTS**

(57) L'invention concerne un procédé de traitement d'une charge hydrocarbonée comprenant les étapes suivantes :a) une étape d'hydrotraitement en lit fixe, b) une étape optionnelle de séparation de l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement, c) une étape d'hydrocraquage d'au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a) ou d'au moins une partie de la fraction lourde issue de l'étape b), d) une étape de séparation de l'effluent issu de l'étape c), e) une étape de maturation de la fraction liquide lourde issue de l'étape d) de séparation, f) une étape de séparation des sédiments de la fraction liquide lourde issue de l'étape e) de maturation.

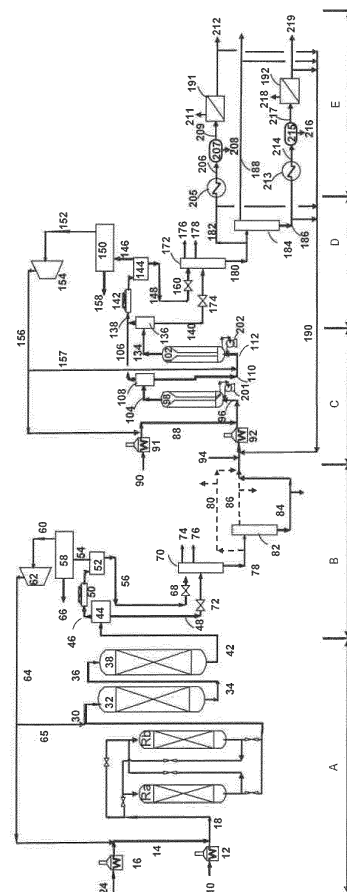


FIGURE 1

EP 3 018 188 A1

Description

[0001] La présente invention concerne le raffinage et la conversion des fractions lourdes d'hydrocarbures contenant entre autre des impuretés soufrées. Elle concerne plus particulièrement un procédé de conversion de charges lourdes pétrolières de type résidu atmosphérique et/ou résidu sous vide pour la production de fractions lourdes utilisables comme bases de fiouls, notamment de bases de fiouls de soute, à basse teneur en sédiments. Le procédé selon l'invention permet également de produire des distillats atmosphériques (naphta, kérosène et diesel), des distillats sous vide et des gaz légers (C1 à C4).

[0002] Les exigences de qualité des combustibles marins sont décrites dans la norme ISO 8217. La spécification concernant le soufre s'attache désormais aux émissions de SO_x (Annexe VI de la convention MARPOL de l'Organisation Maritime Internationale) et se traduit par une recommandation en teneur en soufre inférieure ou égale à 0,5% poids en dehors des Zones de Contrôle des Emissions de Soufre (ZCES ou Emissions Control Areas / ECA en anglais) à l'horizon 2020-2025, et inférieure ou égale à 0,1% poids dans les ZCES. Une autre recommandation très contraignante est la teneur en sédiments après vieillissement selon ISO 10307-2 (également connue sous le nom d'IP390) qui doit être inférieure ou égale à 0,1%.

[0003] La teneur en sédiments selon ISO 10307-1 (également connue sous le nom d'IP375) est différente de la teneur en sédiments après vieillissement selon ISO 10307-2 (également connue sous le nom d'IP390). La teneur en sédiments après vieillissement selon ISO 10307-2 est une spécification beaucoup plus contraignante et correspond à la spécification s'appliquant aux fiouls de soute.

[0004] Selon l'Annexe VI de la convention MARPOL, un navire pourra donc utiliser un fioul soufré dès lors que le navire est équipé d'un système de traitement des fumées permettant de réduire des émissions d'oxydes de soufre.

[0005] Des procédés de raffinage et de conversion de charges lourdes pétrolières comprenant une première étape d'hydrotraitement en lit fixe puis une étape d'hydrocraquage en lit bouillonnant ont été décrits dans les documents de brevets FR 2764300 et EP 0665282. EP 0665282 décrit un procédé d'hydrotraitement d'huiles lourdes avec pour objectif de prolonger la durée de vie des réacteurs. Le procédé décrit dans FR 2764300 décrit un procédé visant à obtenir des carburants (essence et diesel) ayant notamment une faible teneur en soufre. Les charges traitées dans ce procédé ne contiennent pas d'asphaltènes.

[0006] Les fiouls utilisés dans le transport maritime comprennent généralement des distillats atmosphériques, des distillats sous vide, des résidus atmosphériques et des résidus sous vide issus de distillation directe ou issus de procédé de raffinage, notamment des procédés d'hydrotraitement et de conversion, ces coupes pouvant être utilisées seules ou en mélange. Ces procédés bien que connus pour être adaptés à des charges lourdes chargées en impuretés produisent cependant des fractions hydrocarbonées comprenant des fines de catalyseurs et des sédiments qui doivent être enlevés pour satisfaire une qualité de produit tel que le fioul de soute.

[0007] Les sédiments peuvent être des asphaltènes précipités. Initialement dans la charge, les conditions de conversion et notamment la température font qu'ils subissent des réactions (déalkylation, polymérisation...) conduisant à leur précipitation. Indépendamment de la nature de la charge, ces phénomènes interviennent généralement lors de mise en oeuvre de conditions sévères donnant lieu à des taux de conversion (pour les composés bouillant à plus de 540°C : 540+°C) élevés, c'est-à-dire supérieurs à 30, 40 ou 50%.

[0008] La demanderesse dans ses recherches a mis au point un nouveau procédé intégrant une étape de maturation et de séparation des sédiments en aval d'une étape d'hydrotraitement en lit fixe et une étape d'hydrocraquage. De manière surprenante, il a été trouvé qu'un tel procédé permettait d'obtenir des fractions hydrocarbonées liquides présentant une basse teneur en sédiments après vieillissement, lesdites fractions pouvant avantageusement être utilisées totalement ou en partie comme fioul ou comme base de fioul répondant aux futures spécifications, à savoir et une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids

[0009] Un des objectifs de la présente invention est de proposer un procédé de conversion de charges lourdes pétrolières pour la production de fiouls et de bases de fiouls, notamment fiouls de soute et de bases de fiouls de soute, à basse teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids.

[0010] Un autre objectif de la présente invention est de produire conjointement, au moyen du même procédé, des distillats atmosphériques (naphta, kérosène, diesel), des distillats sous vide et/ou des gaz légers (en C1 à C4). Les bases de type naphta et diesel peuvent être valorisées en raffinerie pour la production de carburants pour l'automobile et l'aviation, tels que par exemple des supercarburants, des carburants Jet et des gazoles.

Description sommaire des figures

[0011]

La figure 1 représente une vue schématique du procédé selon l'invention, faisant apparaître une zone d'hydrotraitement, une zone de séparation de l'effluent de la zone d'hydrotraitement, une zone d'hydrocraquage et une zone

de séparation de l'effluent de la zone d'hydrocraquage et une zone de maturation et de séparation des sédiments.

La figure 2 représente une vue schématique du procédé selon l'invention dans une variante dans laquelle la zone de séparation de l'effluent de la zone d'hydrotraitement est simplifiée.

La figure 3 représente une vue schématique du procédé sans zone de séparation de l'effluent de la zone d'hydrotraitement.

Description détaillée

La charge

[0012] La charge traitée dans le procédé selon l'invention est avantageusement une charge hydrocarbonée présentant une température initiale d'ébullition d'au moins 340°C et une température finale d'ébullition d'au moins 440°C. De préférence, sa température initiale d'ébullition est d'au moins 350°C, préférentiellement d'au moins 375°C, et sa température finale d'ébullition est d'au moins 450°C, préférentiellement d'au moins 460°C, plus préférentiellement d'au moins 540°C, et encore plus préférentiellement d'au moins 600°C.

[0013] La charge hydrocarbonée selon l'invention peut être choisie parmi les résidus atmosphériques, les résidus sous vide issus de distillation directe, des pétroles bruts, des pétroles bruts étêtés, des résines de désasphaltage, les asphaltes ou brais de désasphaltage, les résidus issus des procédés de conversion, des extraits aromatiques issus des chaînes de production de bases pour lubrifiants, des sables bitumineux ou leurs dérivés, des schistes bitumineux ou leurs dérivés, des huiles de roche mère ou leurs dérivés, pris seuls ou en mélange. Dans la présente invention, les charges que l'on traite sont de préférence des résidus atmosphériques ou des résidus sous vide, ou des mélanges de ces résidus.

[0014] La charge hydrocarbonée traitée dans le procédé peut contenir entre autre des impuretés soufrées. La teneur en soufre peut être d'au moins 0,1% en poids, d'au moins 0,5% en poids, préférentiellement d'au moins 1% en poids, plus préférentiellement d'au moins 4% en poids, encore plus préférentiellement d'au moins 5% en poids. Avantageusement, la charge peut contenir au moins 1% d'asphaltènes C7 et au moins 5 ppm de métaux, de préférence au moins 2% d'asphaltènes C7 et au moins 25 ppm de métaux.

[0015] Ces charges peuvent avantageusement être utilisées telles quelles. Alternativement, elles peuvent être diluées par une co-charge. Cette co-charge peut être une fraction hydrocarbonée ou un mélange de fractions hydrocarbonées plus légères, pouvant être de préférence choisies parmi les produits issus d'un procédé de craquage catalytique en lit fluide (FCC ou « Fluid Catalytic Cracking » selon la terminologie anglo-saxonne), une huile de coupe légère (LCO ou « light cycle oil » selon la terminologie anglo-saxonne), une huile de coupe lourde (HCO ou « heavy cycle oil » selon la terminologie anglo-saxonne), une huile décantée, un résidu de FCC, une fraction gazole, notamment une fraction obtenue par distillation atmosphérique ou sous vide, comme par exemple le gazole sous vide, ou encore pouvant venir d'un autre procédé de raffinage. La co-charge peut aussi avantageusement être un ou plusieurs coupes issues du procédé de liquéfaction du charbon ou de la biomasse, des extraits aromatiques, ou toutes autres coupes hydrocarbonées ou encore des charges non pétrolières comme de l'huile de pyrolyse. La charge hydrocarbonée lourde selon l'invention peut représenter au moins 50%, préférentiellement 70%, plus préférentiellement au moins 80%, et encore plus préférentiellement au moins 90% en poids de la charge hydrocarbonée totale traitée par le procédé selon l'invention.

[0016] Le procédé selon l'invention comprend donc une première étape a) d'hydrotraitement en lit fixe, éventuellement une étape b) de séparation de l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement en une fraction légère et une fraction lourde, suivie d'une étape c) d'hydrocraquage en lit bouillonnant d'au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a) ou d'au moins une partie de la fraction lourde issue de l'étape b), une étape d) de séparation de l'effluent issu de l'étape c) pour obtenir au moins une fraction gazeuse et au moins une fraction liquide lourde et enfin une étape e) de maturation et une étape f) de séparation mise en oeuvre sur la fraction liquide lourde permettant d'obtenir une fraction hydrocarbonée liquide ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids.

[0017] L'objectif de l'hydrotraitement est à la fois de raffiner, c'est-à-dire de réduire sensiblement la teneur en métaux, soufre et autres impuretés, tout en améliorant le rapport hydrogène sur carbone (H/C) et tout en transformant la charge hydrocarbonée plus ou moins partiellement en coupes plus légères. L'effluent obtenu dans l'étape a) d'hydrotraitement en lit fixe peut ensuite être envoyé à l'étape c) d'hydrocraquage en lit bouillonnant soit directement, soit après avoir été soumise à une étape de séparation des fractions légères. L'étape c) permet une conversion partielle de la charge afin de produire un effluent comprenant notamment des fines de catalyseurs et des sédiments qui doivent être enlevés pour satisfaire une qualité de produit tel que le fioul de soute. Le procédé selon l'invention se caractérise par le fait qu'il comprend une étape de maturation e) et une étape de séparation f) réalisées dans des conditions permettant d'améliorer l'efficacité de séparation des sédiments et ainsi d'obtenir des fiouls ou des bases de fiouls présentant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids.

[0018] Un des intérêts de l'enchaînement d'un hydrotraitement en lit fixe, puis d'un hydrocraquage en lit bouillonnant réside dans le fait que la charge du réacteur d'hydrocraquage en lit bouillonnant est déjà au moins partiellement hydrotraitée. De cette façon, il est possible d'obtenir à conversion équivalente des effluents hydrocarbonés de meilleure qualité, en particulier avec des teneurs en soufre plus faibles. De plus, la consommation en catalyseur dans le réacteur d'hydrocraquage en lit bouillonnant est fortement réduite par rapport à un procédé sans hydrotraitement en lit fixe préalable.

Etape a) d'hydrotraitement

[0019] La charge selon l'invention est soumise selon le procédé de la présente invention à une étape a) d'hydrotraitement en lit fixe dans laquelle la charge et de l'hydrogène sont mis en contact sur un catalyseur d'hydrotraitement.

[0020] On entend par hydrotraitement, couramment appelé HDT, les traitements catalytiques avec apport d'hydrogène permettant de raffiner, c'est-à-dire de réduire sensiblement la teneur en métaux, soufre et autres impuretés, les charges hydrocarbonées, tout en améliorant le rapport hydrogène sur carbone de la charge et en transformant la charge plus ou moins partiellement en coupes plus légères. L'hydrotraitement comprend notamment des réactions d'hydrodésulfuration (couramment appelé HDS), des réactions d'hydrodésazotation (couramment appelé HDN) et des réactions d'hydrodémétallation (couramment appelé HDM), accompagnées de réactions d'hydrogénation, d'hydrodéoxygénation, d'hydrodéaromatisation, d'hydroisomérisation, d'hydrodéalkylation, d'hydrocraquage, d'hydrodéasphaltage et de la réduction du carbone Conradson.

[0021] Selon une variante préférée, l'étape a) d'hydrotraitement comprend une première étape a1) d'hydrodémétallation (HDM) réalisée dans une ou plusieurs zones d'hydrodémétallation en lits fixes et une deuxième étape a2) subséquente d'hydrodésulfuration (HDS) réalisée dans une ou plusieurs zones d'hydrodésulfuration en lits fixes. Au cours de ladite première étape a1) d'hydrodémétallation, la charge et de l'hydrogène sont mis en contact sur un catalyseur d'hydrodémétallation, dans des conditions d'hydrodémétallation, puis au cours de ladite deuxième étape a2) d'hydrodésulfuration, l'effluent de la première étape a1) d'hydrodémétallation est mis en contact avec un catalyseur d'hydrodésulfuration, dans des conditions d'hydrodésulfuration. Ce procédé, connu sous le nom de HYVAHL-FTM, est par exemple décrit dans le brevet US 5417846.

[0022] L'homme du métier comprend aisément que, dans l'étape d'hydrodémétallation, on effectue des réactions d'hydrodémétallation mais parallèlement aussi une partie des autres réactions d'hydrotraitement et notamment d'hydrodésulfuration. De même, dans l'étape d'hydrodésulfuration, on effectue des réactions d'hydrodésulfuration mais parallèlement aussi une partie des autres réactions d'hydrotraitement et notamment d'hydrodémétallation. L'homme du métier comprend que l'étape d'hydrodémétallation commence là où commence l'étape d'hydrotraitement, soit là où la concentration en métaux est maximale. L'homme du métier comprend que l'étape d'hydrodésulfuration se termine là où se termine l'étape d'hydrotraitement, soit là où l'élimination du soufre est la plus difficile. Entre l'étape d'hydrodémétallation et l'étape d'hydrodésulfuration, l'homme du métier définit parfois une zone de transition dans laquelle se produisent tous les types de réaction d'hydrotraitement.

[0023] L'étape a) d'hydrotraitement selon l'invention est mise en oeuvre dans des conditions d'hydrotraitement. Elle peut avantageusement être mise en oeuvre à une température comprise entre 300°C et 500°C, de préférence entre 350°C et 420°C et sous une pression partielle d'hydrogène comprise entre 5 MPa et 35 MPa, de préférence entre 11 MPa et 20 MPa. La température est habituellement ajustée en fonction du niveau souhaité d'hydrotraitement et de la durée du traitement visée. Le plus souvent, la vitesse spatiale de la charge hydrocarbonée, couramment appelée VVH, qui se définit comme étant le débit volumétrique de la charge divisé par le volume total du réacteur, peut être comprise dans une gamme allant de 0,1 h⁻¹ à 5 h⁻¹, préférentiellement de 0,1 h⁻¹ à 2 h⁻¹, et plus préférentiellement de 0,1 h⁻¹ à 0,45 h⁻¹. La quantité d'hydrogène mélangée à la charge peut être comprise entre 100 et 5000 normaux mètres cube (Nm³) par mètre cube (m³) de charge liquide, préférentiellement entre 200 Nm³/m³ et 2000 Nm³/m³, et plus préférentiellement entre 300 Nm³/m³ et 1500 Nm³/m³. L'étape a) d'hydrotraitement peut être effectuée industriellement dans un ou plusieurs réacteurs à courant descendant de liquide.

[0024] Les catalyseurs d'hydrotraitement utilisés sont de préférence des catalyseurs connus. Il peut s'agir de catalyseurs granulaires comprenant, sur un support, au moins un métal ou composé de métal ayant une fonction hydrodés-hydrogénante. Ces catalyseurs peuvent avantageusement être des catalyseurs comprenant au moins un métal du groupe VIII, choisi généralement dans le groupe constitué par le nickel et le cobalt, et/ou au moins un métal du groupe VIB, de préférence du molybdène et/ou du tungstène. On peut employer par exemple un catalyseur comprenant de 0,5% à 10% en poids de nickel, de préférence de 1% à 5% en poids de nickel (exprimé en oxyde de nickel NiO), et de 1% à 30% en poids de molybdène, de préférence de 5% à 20% en poids de molybdène (exprimé en oxyde de molybdène MoO₃) sur un support minéral. Ce support peut par exemple être choisi dans le groupe constitué par l'alumine, la silice, les silices-alumines, la magnésie, les argiles et les mélanges d'au moins deux de ces minéraux. Avantageusement, ce support peut renfermer d'autres composés dopants, notamment des oxydes choisis dans le groupe constitué par l'oxyde de bore, la zircone, la cérine, l'oxyde de titane, l'anhydride phosphorique et un mélange de ces oxydes. On utilise le

plus souvent un support d'alumine et très souvent un support d'alumine dopée avec du phosphore et éventuellement du bore. Lorsque l'anhydride phosphorique P_2O_5 est présent, sa concentration est inférieure à 10% en poids. Lorsque le trioxyde de bore B_2O_5 est présent, sa concentration est inférieure à 10% en poids. L'alumine utilisée peut être une alumine γ (gamma) ou η (êta). Ce catalyseur est le plus souvent sous forme d'extrudés. La teneur totale en oxydes de métaux des groupes VIB et VIII peut être de 5% à 40% en poids et en général de 7% à 30% en poids et le rapport pondéral exprimé en oxyde métallique entre métal (ou métaux) du groupe VIB sur métal (ou métaux) du groupe VIII est en général compris entre 20 et 1, et le plus souvent entre 10 et 2.

[0025] Dans le cas d'une étape d'hydrotraitement incluant une étape d'hydrodémétallation (HDM) puis une étape d'hydrodésulfuration (HDS), on utilise de préférence des catalyseurs spécifiques adaptés à chaque étape.

[0026] Des catalyseurs utilisables dans l'étape d'hydrodémétallation sont par exemple indiqués dans les documents de brevets EP 0113297, EP 0113284, US 5221656, US 5827421, US 7119045, US 5622616 et US 5089463. On utilise de préférence des catalyseurs d'HDM dans les réacteurs permutables.

[0027] Des catalyseurs utilisables dans l'étape d'hydrodésulfuration sont par exemple indiqués dans les documents de brevets EP 0113297, EP 0113284, US 6589908, US 4818743 ou US 6332976.

[0028] On peut également utiliser un catalyseur mixte, actif en hydrodémétallation et en hydrodésulfuration, à la fois pour la section d'hydrodémétallation et pour la section d'hydrodésulfuration tel que décrit dans le document de brevet FR 2940143.

[0029] Préalablement à l'injection de la charge, les catalyseurs utilisés dans le procédé selon la présente invention sont de préférence soumis à un traitement de sulfuration in-situ ou ex-situ.

Etape b) optionnelle de séparation

[0030] L'étape de séparation de l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement est optionnelle.

[0031] Dans le cas où l'étape de séparation de l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement n'est pas mise en oeuvre, au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement est introduit dans la section permettant la mise en oeuvre de l'étape c) d'hydrocraquage en lit bouillonnant sans changer de composition chimique et sans perte de pression significative. Par « perte de pression significative », on entend une perte de pression provoquée par une vanne ou une turbine de détente, qu'on pourrait estimer à une perte de pression de plus de 10% de la pression totale. L'homme du métier utilise généralement ces pertes de pression ou détentes lors des étapes de séparation.

[0032] Lorsque l'étape de séparation est mise en oeuvre sur l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement, celle-ci est éventuellement complétée par d'autres étapes de séparation supplémentaires, permettant de séparer au moins une fraction légère et au moins une fraction lourde.

[0033] Par « fraction légère », on entend une fraction dans laquelle au moins 90% des composés ont un point d'ébullition inférieur à 350°C.

[0034] Par « fraction lourde », on entend une fraction dans laquelle au moins 90% des composés ont point d'ébullition supérieur ou égal à 350°C. De préférence, la fraction légère obtenue lors de l'étape b) de séparation comprend une phase gazeuse et au moins une fraction légère d'hydrocarbures de type naphta, kérosène et/ou diesel. La fraction lourde comprend de préférence une fraction distillat sous vide et une fraction résidu sous vide et/ou une fraction résidu atmosphérique.

[0035] L'étape b) de séparation peut être mise en oeuvre par toute méthode connue de l'homme du métier. Cette méthode peut être choisie parmi une séparation haute ou basse pression, une distillation haute ou basse pression, un stripage haute ou basse pression, et les combinaisons de ces différentes méthodes pouvant opérer à différentes pressions et températures.

[0036] Selon un premier mode de réalisation de la présente invention, l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement subit une étape b) de séparation avec décompression. Selon ce mode de réalisation, la séparation est de préférence effectuée dans une section de fractionnement qui peut d'abord comprendre un séparateur haute pression haute température (HPHT), et éventuellement un séparateur haute pression basse température (HPBT), suivi ensuite éventuellement d'une section de distillation atmosphérique et/ou d'une section de distillation sous vide. L'effluent de l'étape a) peut être envoyé dans une section de fractionnement, généralement dans un séparateur HPHT permettant d'obtenir une fraction légère et une fraction lourde contenant majoritairement des composés bouillants à au moins 350°C. De manière générale, la séparation n'est de préférence pas faite selon un point de coupe précis, elle s'apparente plutôt à une séparation de type instantané (ou flash selon la terminologie anglo-saxonne). Le point de coupe de la séparation se situe avantageusement entre 200 et 400°C.

[0037] De préférence, ladite fraction lourde peut ensuite être fractionnée par distillation atmosphérique en au moins une fraction distillat atmosphérique, contenant de préférence au moins une fraction légère d'hydrocarbures de type naphta, kérosène et/ou diesel, et une fraction résidu atmosphérique. Au moins une partie de la fraction résidu atmosphérique peut également être fractionnée par distillation sous vide en une fraction distillat sous vide, contenant de préférence du gazole sous vide, et une fraction résidu sous vide. Au moins une partie de la fraction résidu sous vide

et/ou de la fraction résidu atmosphérique sont avantageusement envoyées dans l'étape c) d'hydrocraquage. Une partie du résidu sous vide peut également être recyclée dans l'étape a) d'hydrotraitement.

[0038] Selon un deuxième mode de réalisation, l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement subit une étape b) de séparation sans décompression. Selon ce mode de réalisation, l'effluent de l'étape a) d'hydrotraitement est envoyé dans une section de fractionnement, généralement dans un séparateur HPHT, ayant un point de coupe entre 200 et 400°C permettant d'obtenir au moins une fraction légère et au moins une fraction lourde. De manière générale, la séparation n'est de préférence pas faite selon un point de coupe précis, elle s'apparente plutôt à une séparation de type instantané (ou flash selon la terminologie anglo-saxonne). La fraction lourde peut ensuite être directement envoyée dans l'étape c) d'hydrocraquage.

[0039] La fraction légère peut subir d'autres étapes de séparation. Avantageusement, elle peut être soumise à une distillation atmosphérique permettant d'obtenir une fraction gazeuse, au moins une fraction légère d'hydrocarbures liquides de type naphta, kérosène et/ou diesel et une fraction distillat sous vide, la dernière pouvant être au moins en partie envoyée dans l'étape c) d'hydrocraquage. Une autre partie du distillat sous vide peut être utilisée comme fluxant d'un fioul. Une autre partie du distillat sous vide peut être valorisée en étant soumise à une étape d'hydrocraquage et/ou de craquage catalytique en lit fluidisé.

[0040] La séparation sans décompression permet une meilleure intégration thermique et se traduit par une économie d'énergie et d'équipement. En outre, ce mode de réalisation présente des avantages technico-économiques étant donné qu'il n'est pas nécessaire d'augmenter la pression des flux après séparation avant l'étape d'hydrocraquage ultérieure. Le fractionnement intermédiaire sans décompression étant plus simple que le fractionnement avec décompression, le coût d'investissements est donc avantageusement réduit.

[0041] Les fractions gazeuses issues de l'étape de séparation subissent de préférence un traitement de purification pour récupérer l'hydrogène et le recycler vers les réacteurs d'hydrotraitement et/ou d'hydrocraquage. La présence de l'étape de séparation entre l'étape a) d'hydrotraitement et l'étape c) d'hydrocraquage, permet de façon avantageuse de disposer de deux circuits d'hydrogène indépendants, un relié à l'hydrotraitement, l'autre à l'hydrocraquage, et qui, selon le besoin, peuvent être reliés l'un à l'autre. L'appoint d'hydrogène peut se faire au niveau de la section d'hydrotraitement ou au niveau de la section d'hydrocraquage ou au niveau des deux. L'hydrogène de recyclage peut alimenter la section d'hydrotraitement ou la section d'hydrocraquage ou les deux. Un compresseur peut éventuellement être en commun aux deux circuits d'hydrogène. Le fait de pouvoir relier les deux circuits d'hydrogène permet une optimisation de la gestion d'hydrogène et de limiter les investissements en terme de compresseurs et/ou unités de purification des effluents gazeux. Les différents modes de réalisation de la gestion d'hydrogène utilisable dans la présente invention sont décrits dans la demande de brevet FR 2957607.

[0042] La fraction légère obtenue à l'issue de l'étape b) de séparation, qui comprend des hydrocarbures de type naphta, kérosène et/ou diesel ou autres, notamment GPL et gazole sous vide, peut être valorisée selon les méthodes sont bien connues de l'homme du métier. Les produits obtenus peuvent être intégrés à des formulations carburants (aussi appelé « pools » carburants selon la terminologie anglo-saxonne) ou subir des étapes de raffinage supplémentaires. Le(s) fraction(s) naphta, kérosène, gazole et le gazole sous vide peuvent être soumises à un ou plusieurs traitements, par exemple hydrotraitement, hydrocraquage, alkylation, isomérisation, reformage catalytique, craquage catalytique ou thermique, pour les amener de façon séparée ou en mélange aux spécifications requises qui peuvent porter sur la teneur en soufre, sur le point de fumée, sur l'indice d'octane, de cétane, et autres.

Etape c) d'hydrocraquage en lit bouillonnant

[0043] Au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement ou au moins une partie de la fraction lourde issue de l'étape b) est envoyée selon le procédé de la présente invention à une étape c) d'hydrocraquage qui est réalisée dans au moins un réacteur, avantageusement deux réacteurs, contenant au moins un catalyseur supporté en lit bouillonnant. Ledit réacteur peut fonctionner à courant ascendant de liquide et de gaz. L'objectif principal de l'hydrocraquage est de convertir la charge hydrocarbonée lourde en coupes plus légères tout en la raffinant partiellement.

[0044] Selon un mode de réalisation de la présente invention, une partie de la charge hydrocarbonée initiale peut être injectée directement en entrée de la section d'hydrocraquage c) en lit bouillonnant, en mélange avec l'effluent de la section d'hydrotraitement a) en lit fixe ou la fraction lourde issue de l'étape b), sans que cette partie de la charge hydrocarbonée n'ait été traitée dans la section d'hydrotraitement a) en lit fixe. Ce mode de réalisation peut s'apparenter à un court-circuit partiel de la section d'hydrotraitement a) en lit fixe.

[0045] Selon une variante, une co-charge peut être introduite en entrée de la section d'hydrocraquage c) en lit bouillonnant avec l'effluent de la section d'hydrotraitement a) en lit fixe ou la fraction lourde issue de l'étape b). Cette co-charge peut être choisie parmi les résidus atmosphériques, les résidus sous vide issus de distillation directe, les huiles désasphaltées, des extraits aromatiques issus des chaînes de production de bases pour lubrifiants, des fractions hydrocarbonées ou un mélange de fractions hydrocarbonées pouvant être choisies parmi les produits issus d'un procédé de craquage catalytique en lit fluide, notamment une huile de coupe légère (LCO), une huile de coupe lourde (HCO), une

huile décantée, ou pouvant venir de la distillation, les fractions gazoles notamment celles obtenues par distillation atmosphérique ou sous vide, comme par exemple le gazole sous vide. Selon une autre variante et dans le cas où la section d'hydrocraquage dispose de plusieurs réacteurs en lit bouillonnant, cette co-charge peut être injectée en partie ou totalement dans un des réacteurs en aval du premier réacteur.

[0046] L'hydrogène nécessaire à la réaction d'hydrocraquage peut être déjà présent en quantité suffisante dans l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement injecté en entrée de la section d'hydrocraquage c) en lit bouillonnant. Il est toutefois préférable de prévoir un apport d'hydrogène supplémentaire en entrée de la section d'hydrocraquage c). Dans le cas où la section d'hydrocraquage dispose de plusieurs réacteurs en lit bouillonnant, de l'hydrogène peut être injecté en entrée de chaque réacteur. L'hydrogène injecté peut être un flux d'appoint et/ou un flux de recyclage.

[0047] La technologie en lit bouillonnant est bien connue de l'homme du métier. Seules les principales conditions opératoires seront décrites ici. Les technologies à lits bouillonnants utilisent classiquement des catalyseurs supportés sous forme d'extrudés dont le diamètre est généralement de l'ordre de 1 millimètre ou moins. Les catalyseurs restent à l'intérieur des réacteurs et ne sont pas évacués avec les produits, sauf lors des phases d'appoint et de soutirage de catalyseurs nécessaire pour maintenir l'activité catalytique. Les niveaux de température peuvent être élevés afin d'obtenir des conversions élevées tout en minimisant les quantités de catalyseurs mis en oeuvre. L'activité catalytique peut être maintenue constante grâce au remplacement en ligne du catalyseur. Il n'est donc pas nécessaire d'arrêter l'unité pour changer le catalyseur usagé, ni d'augmenter les températures de réaction le long du cycle pour compenser la désactivation. De plus, le fait de travailler à des conditions opératoires constantes permet avantageusement d'obtenir des rendements et des qualités de produits constants le long du cycle. Aussi, du fait que le catalyseur est maintenu en agitation par un recyclage important de liquide, la perte de charge sur le réacteur reste faible et constante. En raison de l'attrition des catalyseurs dans les réacteurs, les produits sortant des réacteurs peuvent contenir des particules fines de catalyseur.

[0048] Les conditions de l'étape c) d'hydrocraquage en lit bouillonnant peuvent être des conditions classiques d'hydrocraquage en lit bouillonnant d'une charge hydrocarbonée. On peut opérer sous une pression absolue comprise entre 2,5 MPa et 35 MPa, préférentiellement entre 5 MPa et 25 MPa, plus préférentiellement entre 6 MPa et 20 MPa, et encore plus préférentiellement entre 11 MPa et 20 MPa à une température comprise entre 330°C et 550°C, préférentiellement entre 350°C et 500°C. La vitesse spatiale (WH) et la pression partielle d'hydrogène sont des paramètres que l'on fixe en fonction des caractéristiques du produit à traiter et de la conversion souhaitée. La WH se situe généralement dans une gamme allant de 0,1 h⁻¹ à 10 h⁻¹, préférentiellement de 0,2 h⁻¹ à 5 h⁻¹ et plus préférentiellement de 0,2 h⁻¹ à 1 h⁻¹. La quantité d'hydrogène mélangée à la charge est habituellement de 50 à 5000 normaux mètres cube (Nm³) par mètre cube (m³) de charge liquide, le plus souvent de 100 Nm³/m³ à 1500 Nm³/m³ et de préférence de 200 Nm³/m³ à 1200 Nm³/m³.

[0049] On peut utiliser un catalyseur granulaire classique d'hydrocraquage comprenant, sur un support amorphe, au moins un métal ou composé de métal ayant une fonction hydrodéshydrogénante. Ce catalyseur peut être un catalyseur comprenant des métaux du groupe VIII, par exemple du nickel et/ou du cobalt, le plus souvent en association avec au moins un métal du groupe VIB, par exemple du molybdène et/ou du tungstène. On peut par exemple employer un catalyseur comprenant de 0,5 % à 10 % en poids de nickel et de préférence de 1 % à 5 % en poids de nickel (exprimé en oxyde de nickel NiO) et de 1 % à 30 % en poids de molybdène, de préférence de 5 % à 20 % en poids de molybdène (exprimé en oxyde de molybdène MoO₃) sur un support minéral amorphe. Ce support peut par exemple être choisi dans le groupe constitué par l'alumine, la silice, les silices-alumines, la magnésie, les argiles et les mélanges d'au moins deux de ces minéraux. Ce support peut également renfermer d'autres composés et par exemple des oxydes choisis dans le groupe constitué par l'oxyde de bore, la zircone, l'oxyde de titane, l'anhydride phosphorique. On utilise le plus souvent un support d'alumine et très souvent un support d'alumine dopée avec du phosphore et éventuellement du bore. Lorsque l'anhydride phosphorique P₂O₅ est présent, sa concentration est habituellement inférieure à 20 % en poids et le plus souvent inférieure à 10 % en poids. Lorsque le trioxyde de bore B₂O₃ est présent, sa concentration est habituellement inférieure à 10 % en poids. L'alumine utilisée est habituellement une alumine γ (gamma) ou η (êta). Ce catalyseur peut être sous forme d'extrudés. La teneur totale en oxydes de métaux des groupes VI et VIII peut être comprise entre 5 % et 40 % en poids, de préférence entre 7 % et 30 % en poids, et le rapport pondéral exprimé en oxyde métallique entre métal (ou métaux) du groupe VI sur métal (ou métaux) du groupe VIII est compris entre 20 et 1, de préférence entre 10 et 2.

[0050] Le catalyseur usagé peut être en partie remplacé par du catalyseur frais, généralement par soutirage en bas du réacteur et introduction en haut du réacteur de catalyseur frais ou neuf à intervalle de temps régulier, c'est-à-dire par exemple par bouffée ou de façon continue ou quasi continue. On peut également introduire le catalyseur par le bas et le soutirer par le haut du réacteur. On peut par exemple introduire du catalyseur frais tous les jours. Le taux de remplacement du catalyseur usé par du catalyseur frais peut être par exemple d'environ 0,05 kilogramme à environ 10 kilogrammes par mètre cube de charge. Ce soutirage et ce remplacement sont effectués à l'aide de dispositifs permettant le fonctionnement continu de cette étape d'hydrocraquage. Le réacteur d'hydrocraquage comporte habituellement une pompe de recirculation permettant le maintien du catalyseur en lit bouillonnant par recyclage continu d'au moins une

partie du liquide soutiré en tête du réacteur et réinjecté en bas du réacteur. Il est également possible d'envoyer le catalyseur usé soutiré du réacteur dans une zone de régénération dans laquelle on élimine le carbone et le soufre qu'il renferme avant sa réinjection dans l'étape (b) d'hydrocraquage.

[0051] L'étape c) d'hydrocraquage selon le procédé de l'invention peut être mise en oeuvre dans les conditions du procédé H-OIL® tel que décrit par exemple dans le brevet US 6270654.

[0052] L'hydrocraquage en lit bouillonnant peut se faire dans un seul réacteur ou dans plusieurs réacteurs, de préférence deux, disposés en série. Le fait d'utiliser au moins deux réacteurs en lit bouillonnant en série permet d'obtenir des produits de meilleure qualité et avec un meilleur rendement. De plus, l'hydrocraquage en deux réacteurs permet d'avoir une opérabilité améliorée au niveau de la flexibilité des conditions opératoires et du système catalytique. De préférence, la température du deuxième réacteur en lit bouillonnant est au moins 5°C plus élevée que celle du premier réacteur en lit bouillonnant. La pression du deuxième réacteur peut être de 0,1 MPa à 1 MPa plus faible que pour le premier réacteur pour permettre l'écoulement d'au moins une partie de l'effluent issue de la première étape sans qu'un pompage soit nécessaire. Les différentes conditions opératoires en termes de température dans les deux réacteurs d'hydrocraquage sont sélectionnées pour pouvoir contrôler l'hydrogénation et la conversion de la charge en produits souhaités dans chaque réacteur.

[0053] Dans le cas où l'étape c) d'hydrocraquage est réalisée en deux sous-étapes c1) et c2) dans deux réacteurs disposés en série, l'effluent obtenu à l'issue de la première sous-étape c1) peut éventuellement être soumis à une étape de séparation de la fraction légère et de la fraction lourde, et au moins une partie, de préférence la totalité, de ladite fraction lourde peut être traitée dans la seconde sous-étape c2) d'hydrocraquage. Cette séparation est avantageusement faite dans un séparateur inter-étape, tel que décrit par exemple dans le brevet US 6270654, et permet notamment d'éviter le sur-craquage de la fraction légère dans le deuxième réacteur d'hydrocraquage. Il est également possible de transférer en totalité ou en partie le catalyseur usagé soutiré du réacteur de la première sous-étape (b1) d'hydrocraquage, opérant à plus basse température, directement au réacteur de la deuxième sous-étape (b2), opérant à température plus élevée, ou de transférer en totalité ou en partie le catalyseur usagé soutiré du réacteur de la deuxième sous-étape (b2) directement au réacteur de la première sous-étape (b1). Ce système de cascade est par exemple décrit dans le brevet US 4816841.

[0054] L'étape d'hydrocraquage peut aussi se faire avec plusieurs réacteurs en parallèle (généralement deux) dans le cas de grosse capacité. L'étape d'hydrocraquage peut ainsi comporter plusieurs étages en série, éventuellement séparés d'un séparateur inter-étape, chaque étage étant constitué de un ou plusieurs réacteurs en parallèle.

Étape d) de séparation de l'effluent d'hydrocraquage

[0055] Le procédé selon l'invention peut comprendre en outre une étape d) de séparation permettant l'obtention d'au moins une fraction gazeuse et au moins une fraction liquide lourde.

[0056] L'effluent obtenu à l'issue de l'étape c) d'hydrocraquage comprend une fraction liquide et une fraction gazeuse contenant les gaz, notamment H₂, H₂S, NH₃, et des hydrocarbures en C1-C4. Cette fraction gazeuse peut être séparée de l'effluent à l'aide des dispositifs de séparations bien connus de l'homme du métier, notamment à l'aide d'un ou plusieurs ballons séparateurs pouvant opérer à différentes pressions et températures, éventuellement associés à un moyen de strippage à la vapeur ou à l'hydrogène et à une ou plusieurs colonnes de distillation. L'effluent obtenu à l'issue de l'étape c) d'hydrocraquage est avantageusement séparé dans au moins un ballon séparateur en au moins une fraction gazeuse et au moins une fraction liquide lourde. Ces séparateurs peuvent par exemple être des séparateurs haute pression haute température (HPHT) et/ou des séparateurs haute pression basse température (HPBT).

[0057] Après un éventuel refroidissement, cette fraction gazeuse est de préférence traitée dans un moyen de purification d'hydrogène de façon à récupérer l'hydrogène non consommé lors des réactions d'hydrotraitement et d'hydrocraquage. Le moyen de purification d'hydrogène peut être un lavage aux amines, une membrane, un système de type PSA, ou plusieurs de ces moyens disposés en série. L'hydrogène purifié peut alors avantageusement être recyclé dans le procédé selon l'invention, après une éventuelle recompression. L'hydrogène peut être introduit en entrée de l'étape a) d'hydrotraitement et/ou à différents endroits au cours de l'étape a) d'hydrotraitement et/ou en entrée de l'étape c) d'hydrocraquage et/ou à différents endroits au cours de l'étape c) d'hydrocraquage.

[0058] L'étape d) de séparation peut comprendre également une distillation atmosphérique et/ou une distillation sous vide. Avantageusement, l'étape de séparation d) comprend en outre au moins une distillation atmosphérique, dans laquelle la ou les fraction(s) hydrocarbonée(s) liquide(s) obtenue(s) après séparation est (sont) fractionnée(s) par distillation atmosphérique en au moins une fraction distillat atmosphérique et au moins une fraction résidu atmosphérique. La fraction distillat atmosphérique peut contenir des bases carburants (naphta, kérosène et/ou diesel) valorisables commercialement, par exemple en raffinerie pour la production de carburants automobile et d'aviation.

[0059] En outre, l'étape de séparation d) du procédé selon l'invention peut avantageusement comprendre en outre au moins une distillation sous vide dans laquelle la ou les fraction(s) hydrocarbonée(s) liquide(s) obtenue(s) après séparation et/ou la fraction résidu atmosphérique obtenue après distillation atmosphérique est (sont) fractionnée(s) par

distillation sous vide en au moins une fraction distillat sous vide et au moins une fraction résidu sous vide. De manière préférée, l'étape d) de séparation comprend tout d'abord une distillation atmosphérique, dans laquelle la ou les fraction(s) hydrocarbonée(s) liquide(s) obtenue(s) après séparation est (sont) fractionnée(s) par distillation atmosphérique en au moins une fraction distillat atmosphérique et au moins une fraction résidu atmosphérique, puis une distillation sous vide dans laquelle la fraction résidu atmosphérique obtenue après distillation atmosphérique est fractionnée par distillation sous vide en au moins une fraction distillat sous vide et au moins une fraction résidu sous vide. La fraction distillat sous vide contient typiquement des fractions de type gazole sous vide.

[0060] Au moins une partie de la fraction résidu sous vide peut être recyclée dans l'étape c) d'hydrocraquage.

Etape e) : Maturation des sédiments

[0061] La fraction liquide lourde obtenue à l'issue de l'étape d) de séparation contient des sédiments organiques qui résultent des conditions d'hydrotraitement et d'hydrocraquage et des résidus de catalyseurs. Une partie des sédiments est constituée d'asphaltènes précipités dans les conditions d'hydrotraitement et d'hydrocraquage et sont analysés comme des sédiments existants (IP375).

[0062] En fonction des conditions d'hydrocraquage, la teneur en sédiments dans la fraction liquide lourde varie. D'un point de vue analytique, on distingue les sédiments existants (IP375) et les sédiments après vieillissement (IP390) qui incluent les sédiments potentiels. Or, des conditions d'hydrocraquage poussées, c'est-à-dire lorsque le taux de conversion est par exemple supérieure à 40 ou 50%, provoquent la formation de sédiments existants et de sédiments potentiels.

[0063] Afin d'obtenir un fioul ou une base de fioul répondant aux recommandations d'une teneur en sédiments après vieillissement (IP390) inférieure ou égale à 0,1%, le procédé selon l'invention comprend une étape de maturation permettant d'améliorer l'efficacité de séparation des sédiments et ainsi d'obtenir des fiouls ou des bases de fiouls stables, c'est à dire une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids.

[0064] L'étape de maturation selon l'invention permet de former l'ensemble des sédiments existants et potentiels (en convertissant les sédiments potentiels en sédiments existants) de manière à les séparer plus efficacement et ainsi respecter la teneur en sédiments après vieillissement (IP390) de 0,1% poids maximum.

[0065] L'étape de maturation selon l'invention est avantageusement mise en oeuvre pendant un temps de séjour compris entre 1 et 1500 minutes, de préférence entre 25 et 300 minutes, de manière plus préférée entre 60 et 240 minutes, à une température entre 50 et 350°C, de préférence entre 75 et 300°C et de manière plus préférée entre 100 et 250°C, une pression inférieure à 20 MPa, de préférence inférieure à 10 MPa, plus préférentiellement inférieure à 3 MPa et encore plus préférentiellement inférieure à 1,5 MPa.

[0066] L'étape de maturation peut être réalisée à l'aide d'un échangeur ou d'un four de chauffe suivi d'une ou plusieurs capacité(s) en série ou en parallèle telle(s) qu'un ballon horizontal ou vertical, éventuellement avec une fonction de décantation pour éliminer une partie des solides les plus lourds, et/ou un réacteur piston. Une cuve agitée et chauffée peut également être utilisée, et peut être munie d'un soutirage en fond pour éliminer une partie des solides les plus lourds.

[0067] Avantagusement, l'étape e) de maturation de la fraction liquide lourde issue de l'étape d) est réalisée en présence d'un gaz inerte et/ou d'un gaz oxydant.

[0068] L'étape e) de maturation peut être réalisée en présence d'un gaz inerte tel que l'azote, ou en présence d'un gaz oxydant tel que l'oxygène, ou en présence d'un mélange contenant un gaz inerte et un gaz oxydant tel que l'air ou l'air appauvri par de l'azote. La mise en oeuvre d'un gaz oxydant permet d'accélérer le processus de maturation.

[0069] Dans le cas où l'étape de maturation est réalisée en présence d'un gaz inerte et/ou oxydant, ledit gaz est mis en mélange avec la fraction liquide lourde issue de l'étape d) avant l'étape de maturation puis séparation de ce gaz après la maturation de manière à obtenir une fraction liquide en sortie de l'étape e) de maturation. Une telle mise en oeuvre gaz/liquide peut par exemple être réalisée dans une colonne à bulles. Selon une autre mise en oeuvre, le gaz inerte et/ou oxydant peut aussi être introduit pendant l'étape e) de maturation, par exemple au moyen d'un barbotage (injection de gaz par le bas) dans une cuve agitée ce qui permet de favoriser le contact gaz/liquide.

[0070] A l'issue de l'étape e) de maturation, on obtient au moins une fraction hydrocarbonée à teneur enrichie en sédiments existants qui est envoyée dans l'étape f) de séparation des sédiments.

Etape f) : Séparation des sédiments

[0071] Le procédé selon l'invention comprend en outre une étape f) de séparation des sédiments et des résidus de catalyseurs pour obtenir une fraction hydrocarbonée liquide ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids.

[0072] La fraction liquide lourde obtenue à l'issue de l'étape e) de maturation contient des sédiments organiques de type asphaltènes précipités qui résultent des conditions d'hydrocraquage et de maturation. Cette fraction lourde peut aussi contenir des fines de catalyseurs issues de l'attrition de catalyseurs de type extrudés dans la mise en oeuvre de réacteur d'hydrocraquage.

[0073] Ainsi, au moins une partie de la fraction liquide lourde issue de l'étape e) de maturation est soumise à une séparation des sédiments et des résidus de catalyseurs, au moyen d'au moins un moyen de séparation physique choisi parmi un filtre, une membrane de séparation, un lit de solides filtrant de type organique ou inorganique, une précipitation électrostatique, un système de centrifugation, une décantation, un soutirage par vis sans fin. Une combinaison, en série et/ou en parallèle, de plusieurs moyens de séparation du même type ou de type différent peut être utilisée lors de cette étape f) de séparation des sédiments et résidus de catalyseurs. Une de ces techniques de séparation solide-liquide peut nécessiter l'utilisation périodique d'une fraction légère de rinçage, issue du procédé ou non, permettant par exemple le nettoyage d'un filtre et l'évacuation des sédiments.

[0074] La fraction liquide lourde issue de l'étape f) à teneur réduite en sédiments peut avantageusement servir comme base de fioul ou comme fioul, notamment comme base de fioul de soute ou comme fioul de soute, ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure à 0,1% poids. Avantageusement, ladite fraction liquide lourde est mélangée avec une ou plusieurs bases fluxantes choisies dans le groupe constitué par les huiles de coupe légère d'un craquage catalytique, les huiles de coupe lourde d'un craquage catalytique, le résidu d'un craquage catalytique, un kérosène, un gazole, un distillat sous vide et/ou une huile décantée.

Fluxage

[0075] Les fractions hydrocarbonées liquides peuvent, au moins en partie, avantageusement être utilisées comme bases de fioul ou comme fioul, notamment comme base de fioul de soute ou comme fioul de soute à teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids.

[0076] Par « fioul », on entend dans l'invention une fraction hydrocarbonée utilisable comme combustible. Par « base de fioul », on entend dans l'invention une fraction hydrocarbonée qui, mélangée à d'autres bases, constitue un fioul.

[0077] Pour obtenir un fioul, les fractions hydrocarbonées liquides issues de l'étape f) peuvent être mélangées avec une ou plusieurs bases fluxantes choisies dans le groupe constitué par les huiles de coupe légère d'un craquage catalytique, les huiles de coupe lourde d'un craquage catalytique, le résidu d'un craquage catalytique, un kérosène, un gazole, un distillat sous vide et/ou une huile décantée. De préférence, on utilisera du kérosène, du gazole et/ou du distillat sous vide produit dans le procédé de l'invention.

Description détaillée des figures

[0078] Les figures suivantes décrivent des exemples de mise en oeuvre de l'invention sans en limiter la portée.

[0079] La figure 1 représente un procédé selon l'invention avec séparation de l'effluent de la zone d'hydrotraitement avec décompression. L'introduction de la charge (10) jusqu'à la sortie de l'effluent (42) représente la zone d'hydrotraitement et cette zone est décrite sommairement car elle peut connaître de nombreuses variantes connues de l'homme du métier.

[0080] Dans la figure 1, la charge (10), préchauffée dans l'enceinte (12), mélangée avec de l'hydrogène recyclé (14) et de l'hydrogène d'appoint (24) préchauffée dans l'enceinte (16), est introduite par la conduite (18) dans la zone de garde représentée par les deux réacteurs Ra et Rb. Ces réacteurs sont généralement des réacteurs permutables au sens où ils fonctionnent selon une série de cycles comportant chacun quatre étapes successives :

- une première étape (étape i) au cours de laquelle la charge traverse successivement le réacteur Ra, puis le réacteur Rb,
- une deuxième étape (étape ii) au cours de laquelle la charge traverse uniquement le réacteur Rb, le réacteur Ra étant court-circuité pour régénération et/ou remplacement du catalyseur,
- une troisième étape (étape iii) au cours de laquelle la charge traverse successivement le réacteur Rb, puis le réacteur Ra,
- une quatrième étape (étape iv) au cours de laquelle la charge traverse uniquement le réacteur Ra, le réacteur Rb étant court-circuité pour régénération et/ou remplacement du catalyseur. Le cycle peut ensuite recommencer.

[0081] L'effluent sortant du ou des réacteurs de garde (Ra, Rb) est optionnellement mélangé de nouveau avec de l'hydrogène arrivant par la conduite (65) dans un réacteur d'HDM (32) qui renferme un lit fixe de catalyseur. Pour des raisons de lisibilité, un seul réacteur d'HDM (32) et un seul réacteur d'HDS (38) sont représentés sur la figure, mais la section d'HDM et d'HDS peut comporter plusieurs réacteurs d'HDM et d'HDS en série.

[0082] L'effluent du réacteur d'HDM est soutiré par la conduite (34), puis envoyé dans le premier réacteur d'HDS (38) où il traverse un lit fixe de catalyseur.

[0083] L'effluent issu de l'étape d'hydrotraitement peut être envoyé par la ligne (42) dans un séparateur haute pression haute température (HPHT) (44) à partir duquel on récupère une fraction gazeuse (46) et une fraction liquide (48). La fraction gazeuse (46) est envoyée, généralement via un échangeur (non représenté) ou un aéroréfrigérant (50) pour refroidissement à un séparateur haute pression basse température (HPBT) (52) à partir duquel on récupère une fraction gazeuse (54) contenant les gaz (H₂, H₂S, NH₃, hydrocarbures C₁-C₄, ...) et une fraction liquide (56). La fraction gazeuse (54) issue du séparateur haute pression basse température (HPBT) (52) peut être traitée dans une unité de purification d'hydrogène (58) à partir de laquelle on récupère de l'hydrogène (60) pour le recycler via le compresseur (62) et la ligne (65) aux réacteurs (32) et/ou (38) ou via la ligne (14) aux réacteurs permutables (Ra, Rb). La fraction liquide (56) issue du séparateur haute pression basse température (HPBT) (52) est détendue dans le dispositif (68) puis envoyée vers le système de fractionnement (70). La fraction liquide (48) issue du séparateur haute pression haute température (HPHT) (44) est avantageusement détendue dans le dispositif (72) puis envoyée vers le système de fractionnement (70). Les fractions (56) et (48) peuvent être envoyées ensemble, après détente, au fractionnement (70).

[0084] Le système de fractionnement (70) comprend avantageusement un système de distillation atmosphérique pour produire un effluent gazeux (74), au moins une fraction dite légère (76) et contenant notamment du naphta, du kérosène et du diesel et une fraction résidu atmosphérique (78).

[0085] Une partie de la fraction résidu atmosphérique peut être envoyée par la ligne (80) dans les réacteurs d'hydrocraquage (98, 102). Tout ou partie de la fraction résidu atmosphérique (78) est envoyée à une colonne de distillation sous vide (82) pour récupérer une fraction (84) contenant le résidu sous vide et une fraction distillat sous vide (86) contenant du gazole sous vide.

[0086] La fraction résidu sous vide (84), éventuellement mélangée avec une partie de la fraction résidu atmosphérique (80) et/ou avec une partie de la fraction distillat sous vide (86), est mélangée avec de l'hydrogène recyclé (88) éventuellement complété par de l'hydrogène d'appoint (90) préchauffée dans le four (91). Elle traverse optionnellement un four (92). Optionnellement, une co-charge (94) peut être introduite.

[0087] La fraction lourde est ensuite introduite via la ligne (96) dans l'étape d'hydrocraquage en bas du premier réacteur (98) en lit bouillonnant fonctionnant à courant ascendant de liquide et de gaz et contenant un catalyseur d'hydrocraquage de type supporté. Éventuellement, l'effluent converti (104) issu du réacteur (98) peut être soumis à une séparation de la fraction légère (106) dans un séparateur inter-étage (108).

[0088] Tout ou partie de l'effluent issu (110) du séparateur inter-étage (108) est avantageusement mélangé avec de l'hydrogène supplémentaire (157), si besoin préalablement préchauffé (non représenté). Ce mélange est ensuite injecté par la conduite (112) dans un deuxième réacteur d'hydrocraquage (102) également en lit bouillonnant fonctionnant à courant ascendant de liquide et de gaz contenant un catalyseur d'hydrocraquage de type supporté.

[0089] Les conditions opératoires, notamment la température, dans ce réacteur sont choisies pour atteindre le niveau de conversion recherché, tel que cela a été préalablement décrit.

[0090] L'effluent des réacteurs d'hydrocraquage est envoyé par la ligne (134) dans un séparateur haute pression haute température (HPHT) (136) à partir duquel on récupère une fraction gazeuse (138) et une fraction liquide lourde (140).

[0091] La fraction gazeuse (138) est envoyée généralement via un échangeur (non représenté) ou un aéroréfrigérant (142) pour refroidissement à un séparateur haute pression basse température (HPBT) (144) à partir duquel on récupère une fraction gazeuse (146) contenant les gaz (H₂, H₂S, NH₃, hydrocarbures en C₁-C₄...) et une fraction liquide (148).

[0092] La fraction gazeuse (146) du séparateur haute pression basse température (HPBT) (144) est avantageusement traitée dans l'unité de purification d'hydrogène (150) à partir de laquelle on récupère l'hydrogène (152) pour le recycler via le compresseur (154) et la ligne (156) et/ou la ligne (157) à la section d'hydrocraquage.

[0093] La fraction liquide (148) du séparateur haute pression basse température (HPBT) (144) est détendue dans le dispositif (160) puis envoyée vers le système de fractionnement (172).

[0094] Optionnellement, un séparateur moyenne pression (non représenté) après le détendeur (160) peut être installé pour récupérer une phase vapeur qui est envoyée à l'unité de purification (150) et/ou à une unité de purification moyenne pression dédiée (non représentée), et une phase liquide qui est amenée à la section de fractionnement (172).

[0095] La fraction liquide lourde (140) issue de la séparation haute pression haute température (HPHT) (136) est détendue dans le dispositif (174) puis envoyée vers le système de fractionnement (172). Optionnellement, un séparateur moyenne pression (non représenté) après le détendeur (174) peut être installé pour récupérer une phase vapeur qui est envoyée à l'unité de purification (150) et/ou à une unité de purification moyenne pression dédiée (non représentée), et une phase liquide qui est amenée à la section de fractionnement (172).

[0096] Les fractions (148) et (140) peuvent être envoyées ensemble, après détente, au système (172). Le système de fractionnement (172) comprend un système de distillation atmosphérique pour produire un effluent gazeux (176), au moins une fraction dite légère (178), contenant notamment du naphta, du kérosène et du diesel, et une fraction résidu atmosphérique (180).

[0097] Tout ou partie de la fraction résidu atmosphérique (180) peut être envoyée à une colonne de distillation sous vide (184) pour récupérer une fraction contenant le résidu sous vide (186) et une fraction distillat sous vide (188) contenant

du gazole sous vide.

[0098] La fraction résidu atmosphérique (182) et/ou la fraction résidu sous vide (186) sont soumises à une étape de maturation et de séparation des sédiments et des résidus de catalyseurs en vue de constituer des bases de fioul recherchées.

[0099] Une fraction de type résidu atmosphérique (182) est éventuellement préchauffée dans un four ou un échangeur (205) de manière à atteindre la température nécessaire à la maturation (conversion des sédiments potentiels en sédiments existants) qui a lieu dans la capacité (207). La capacité (207) a pour fonction d'assurer un temps de séjour nécessaire à la maturation, il peut donc s'agir d'un ballon horizontal ou vertical, d'un bac tampon, d'une cuve agitée ou d'un réacteur piston. La fonction chauffe peut être intégrée à la capacité dans le cas d'une cuve agitée chauffée selon un mode de réalisation non représentée. La capacité (207) peut également permettre une décantation de manière à évacuer une partie des solides (208). Le flux (209) issue de la maturation est ensuite soumis à une séparation solide-liquide (191) de manière à obtenir une fraction (212) à teneur réduite en sédiments et une fraction (211) riche en sédiments. De manière similaire, une fraction de type résidu sous vide (186) est éventuellement préchauffée dans un four ou un échangeur (213) de manière à atteindre la température nécessaire à la maturation qui a lieu dans la capacité (215). La capacité (215) a pour fonction d'assurer un temps de séjour nécessaire à la maturation, il peut donc s'agir d'un ballon horizontal ou vertical, d'un bac tampon, d'une cuve agitée ou d'un réacteur piston. La fonction chauffe peut être intégrée à la capacité dans le cas d'une cuve agitée chauffée selon un mode de réalisation non représentée. La capacité (215) peut également permettre une décantation de manière à évacuer une partie des solides (216). Le flux (217) issue de la maturation est ensuite soumis à une séparation solide-liquide (192) de manière à obtenir une fraction (219) à teneur réduite en sédiments et une fraction (218) riche en sédiments.

[0100] Selon un mode non représenté, les dispositifs de maturation (207) et (215) peuvent opérer en présence d'un gaz, notamment un gaz inerte ou oxydant, ou un mélange de gaz inerte et de gaz oxydant. En cas de mis en oeuvre de gaz lors de la maturation, un dispositif non représenté permettra de séparer le gaz du liquide.

[0101] Selon un mode non représenté, il est également possible d'effectuer une étape de maturation et de séparation des sédiments et des résidus de catalyseurs sur une fraction issue de l'étape de séparation de l'effluent d'hydrocraquage, par exemple sur une coupe lourde issue d'un séparateur, par exemple sur le flux (140) avant ou après la détente (174). Un mode avantageux non représenté peut consister à opérer l'étape de maturation et de séparation des sédiments sur le flux récupéré en fond d'une colonne de stripage. Lorsque l'étape de maturation et de séparation des sédiments et des résidus de catalyseurs est opéré en amont d'une colonne de distillation, cette colonne est moins sujette à l'encrassement.

[0102] Au moins une partie des flux (188) et/ou (212) et/ou (219) constitue une ou des bases de fiouls recherchées, notamment des bases pour fiouls de soutes à basse teneur en soufre et basse teneur en sédiments. Une partie des flux (188) et/ou (212) et/ou (219), avant ou après l'étape de maturation et de séparation des sédiments, peut être recyclée via la ligne (190) à l'étape d'hydrocraquage, ou en amont de l'étape d'hydrotraitement (ligne non représentée).

[0103] Le recyclage d'une coupe de type gazole sous vide (188) en amont de l'hydrotraitement peut permettre d'abaisser la viscosité de la charge et ainsi faciliter le pompage. Le recyclage d'une coupe de type résidu atmosphérique (212) ou de type résidu sous vide (219) en amont de l'hydrotraitement ou de l'hydrocraquage peut permettre d'augmenter la conversion globale.

[0104] La figure 2 représente un autre procédé selon l'invention avec séparation de l'effluent de la zone d'hydrotraitement sans décompression. On ne décrira ci-dessous essentiellement que les différences entre le procédé selon la figure 2 et le procédé selon la figure 1, les étapes d'hydrotraitement, d'hydrocraquage et de séparation après l'hydrocraquage (et leurs signes de références) étant par ailleurs strictement identiques.

[0105] L'effluent traité dans les réacteurs d'hydrotraitement est envoyé par la ligne (42) dans un séparateur haute pression haute température (HPHT) (44) à partir duquel on récupère une fraction plus légère (46) et une fraction résiduelle (48).

[0106] La fraction résiduelle (48) est envoyée directement après un éventuel passage dans un four (92) dans la section d'hydrocraquage.

[0107] La fraction plus légère (46) est envoyée, généralement via un échangeur (non représenté) ou un aéroréfrigérant (50) pour refroidissement à un séparateur haute pression basse température (HPBT) (52) à partir duquel on récupère une fraction gazeuse (54) contenant les gaz (H₂, H₂S, NH₃, hydrocarbures C₁-C₄...) et une fraction liquide (56).

[0108] La fraction gazeuse (54) du séparateur haute pression basse température (HPBT) (52) est traitée dans l'unité de purification d'hydrogène (58) à partir de laquelle on récupère l'hydrogène (60) pour le recycler via le compresseur (154) et les lignes (64) et (156) à la section d'hydrotraitement et/ou à la section d'hydrocraquage.

[0109] Les gaz contenant des composés azotés, soufrés et oxygénés indésirables sont avantageusement évacués de l'installation (flux (66)). Dans cette configuration, un seul compresseur (154) est utilisé pour alimenter l'intégralité des réacteurs nécessitant de l'hydrogène.

[0110] La fraction liquide (56) issue du séparateur haute pression basse température (HPBT) (52) est détendue dans le dispositif (68) puis envoyée vers le système de fractionnement (70).

[0111] Le système de fractionnement (70) comprend un système de distillation atmosphérique pour produire un effluent gazeux (74), au moins une fraction dite légère (76) et contenant notamment du naphta, du kérosène et du diesel et une fraction résidu atmosphérique (195).

[0112] Une partie de la fraction résidu atmosphérique peut être envoyée, au moyen d'une pompe non représentée, par la ligne (195) dans les réacteurs d'hydrocraquage (98, 102), alors qu'une autre partie de la fraction résidu atmosphérique (194) peut être envoyée vers un autre procédé (hydrocraquage ou FCC ou hydrotraitement).

[0113] Une variante non représentée mais proche du schéma de la figure 2 peut consister à ne pas utiliser de système de fractionnement (70) ni à détendre la fraction liquide (56) issu du séparateur froid (52). La fraction liquide (56) est alors envoyée vers la section d'hydrocraquage éventuellement au moyen d'une pompe en mélange avec la fraction lourde (48) issue du séparateur (44).

[0114] La figure 3 représente un autre procédé selon l'invention sans étape de séparation de l'effluent d'hydrotraitement. On ne décrira ci-dessous essentiellement que les différences entre le procédé selon la figure 3 et les procédés selon les figures 1 et 2, les étapes d'hydrotraitement, d'hydrocraquage et de séparation après l'hydrocraquage (et leurs signes de références) étant par ailleurs strictement identiques. Dans le mode de réalisation sans étape de séparation de l'effluent d'hydrotraitement, l'effluent (42) du réacteur d'hydrotraitement en lit fixe (38) est injecté sans séparation et sans décompression dans le réacteur d'hydrocraquage (98), via des équipements thermiques optionnels (43), (92) permettant d'ajuster la température en entrée du réacteur d'hydrocraquage. Lors de la séparation de l'effluent de la section d'hydrocraquage (134), un gaz riche en hydrogène est récupéré et recyclé vers la section hydrotraitement et la section hydrocraquage.

EXEMPLES

EXEMPLE COMPARATIF ET SELON L'INVENTION

[0115] L'exemple suivant illustre l'invention sans toutefois en limiter la portée. On a traité un résidu sous vide (RSV Oural) contenant 87,0% en poids de composés bouillant à une température supérieure à 520°C, ayant une densité de 9,5°API et une teneur en soufre de 2,72% en poids.

[0116] La charge a été soumise à une étape d'hydrotraitement incluant deux réacteurs permutables. Les conditions opératoires sont données dans le tableau 1.

Tableau 1 : Conditions opératoires lit fixe étape d'hydrotraitement

Catalyseurs HDM et HDS	NiMo sur alumine
Température (°C)	370
Pression partielle H ₂ (MPa)	15
VVH (h-1, Sm ³ /h charge fraîche /m ³ de catalyseur lit fixe)	0,18
H ₂ / HC entrée section lit fixe hors consommation H ₂ (Nm ³ / m ³ de charge fraîche)	1000

[0117] L'effluent de l'hydrotraitement est ensuite soumis à une étape de séparation permettant de récupérer une fraction légère (gaz) et une fraction lourde contenant une majorité de composés bouillant à plus de 350°C (fraction 350°C+).

[0118] La fraction lourde (fraction 350°C+) est ensuite traitée dans une étape d'hydrocraquage comprenant deux réacteurs successifs en lit bouillonnants avec deux jeux de température

[0119] Les conditions opératoires de l'étape d'hydrocraquage sont données dans le tableau 2.

Tableau 2 : Conditions opératoires de la section d'hydrocraquage

	2 lits bouillonnants	2 lits bouillonnants
Catalyseurs	NiMo sur alumine	NiMo sur alumine
Température R1 (°C)	418	423
Température R2 (°C)	428	431
Pression partielle H ₂ (MPa)	13,5	13,5
VVH "réacteurs" (h-1, Sm ³ /h charge fraîche /m ³ de réacteurs)	0,3	0,3

EP 3 018 188 A1

(suite)

		2 lits bouillonnants	2 lits bouillonnants
5	WH "catalyseurs lit bouillonnant" (h-1, Sm ³ /h charge fraîche /m ³ de catalyseurs lit bouillonnant)	0,6	0,6
	Concentration de catalyseur "slurry" (ppm de précurseur dans la charge entrée lits "slurry")	-	-
10	H ₂ / HC entrée section d'hydrocraquage hors consommation H ₂ (Nm ³ / m ³ de charge fraîche)	600	600

[0120] Les effluents de l'étape d'hydrocraquage ont ensuite été soumis à une étape de séparation permettant de séparer une fraction gazeuse et une fraction liquide lourde au moyen de séparateurs et de colonnes de distillation atmosphérique et sous-vide. De plus, préalablement à l'étape de distillation sous vide, la fraction liquide lourde subit un traitement selon 2 variantes:

- une étape de séparation des sédiments et résidus de catalyseurs comportant un filtre poreux métallique de marque Pall® (non-conforme, selon l'art antérieur),
- une étape de maturation réalisée pendant 4h à 150°C et de séparation des sédiments et résidus de catalyseurs comportant un filtre (conforme à l'invention).

[0121] Les rendements et les teneurs en soufre de chaque fraction obtenue dans les effluents sortant des enchaînements globaux sont donnés dans le tableau 3 ci-dessous:

Tableau 3 : Rendement et teneur en soufre de l'effluent de la section hydrocraquage (% pds / charge)

	Hydrotraitement lit fixe + séparation + Hydrocraquage 2 lits bouillonnants (418/428°C)		Hydrotraitement lit fixe + séparation + Hydrocraquage 2 lits bouillonnants (423/431 °C)	
	Rdt (%pds)	S (%pds)	Rdt (%pds)	S (%pds)
30	NH ₃	0,7	0	0,7
	H ₂ S	2,7	94,12	2,7
	C1-C4 (gaz)	3,8	0	4,0
35	Naphta (PI - 150°C)	8,0	0,02	9,3
	Diesel (150°C - 350°C)	22,7	0,05	24,6
40	Distillat sous vide (350°C - 520°C)	29,5	0,26	31,5
45	Résidu sous vide (520°C+)	34,3	0,43	29,3
				0,47

[0122] Les conditions opératoires de l'étape d'hydrocraquage couplées aux différentes variantes de traitement (séparation des sédiments avec ou sans étape de maturation) de la fraction liquide lourde issue de la distillation atmosphérique ont un impact sur la stabilité des effluents obtenus. Ceci est illustré par les teneurs en sédiments après vieillissement mesurées dans les résidus atmosphériques (coupe 350°C+) après l'étape de séparation des sédiments.

[0123] Les performances des trois schémas de traitement sont résumées dans le tableau 4 ci-dessous:

Tableau 4 : Résumé des performances

	Hydrotraitement lit fixe + séparation + Hydrocraquage 2 lits bouillonnants (418/428°C)	Hydrotraitement lit fixe + séparation + Hydrocraquage 2 lits bouillonnants (423/431 °C)
55	Consommation H ₂ (%pds/charge)	1,7
		1,8

(suite)

	Hydrotraitement lit fixe + séparation + Hydrocraquage 2 lits bouillonnants (418/428°C)	Hydrotraitement lit fixe + séparation + Hydrocraquage 2 lits bouillonnants (423/431 °C)	
Taux Hydrodésulfuration (%)	91	91	
Taux Conversion (%)	61	66	
Maturation	Non	Non	Oui
Séparation des sédiments	Oui	Oui	Oui
Teneur en sédiments après vieillissement (IP390) dans la coupe 350°C+ issue de la séparation des sédiments	<0.1	0.4	<0.1

[0124] L'étape de maturation préalablement à la séparation des sédiments permet de former l'ensemble des sédiments potentiels et permettre ainsi leur séparation efficace. Sans la maturation, au-delà d'un certain niveau de conversion qui conduit à obtenir beaucoup de sédiments potentiels, l'étape de séparation des sédiments n'est pas suffisamment efficace pour que la teneur en sédiments après vieillissement (IP390) soit inférieure à 0.1% poids soit la teneur maximale exigée pour les fiouls de soute.

Revendications

- Procédé de traitement d'une charge hydrocarbonée contenant au moins une fraction d'hydrocarbures ayant une teneur en soufre d'au moins 0,1 % poids, une température initiale d'ébullition d'au moins 340°C et une température finale d'ébullition d'au moins 440°C permettant d'obtenir une fraction hydrocarbonée liquide ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids, ledit procédé comprenant les étapes suivantes :
 - une étape d'hydrotraitement en lit fixe, dans laquelle la charge hydrocarbonée et de l'hydrogène sont mis en contact sur un catalyseur d'hydrotraitement,
 - une étape optionnelle de séparation de l'effluent issu de l'étape a) d'hydrotraitement en au moins une fraction légère d'hydrocarbures contenant des bases carburants et une fraction lourde contenant des composés bouillant à au moins 350°C,
 - une étape d'hydrocraquage d'au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a) ou d'au moins une partie de la fraction lourde issue de l'étape b), dans au moins un réacteur contenant un catalyseur supporté en lit bouillonnant,
 - une étape de séparation de l'effluent issu de l'étape c) pour obtenir au moins une fraction gazeuse et au moins une fraction liquide lourde,
 - une étape de maturation de la fraction liquide lourde issue de l'étape d) de séparation permettant la transformation d'une partie des sédiments potentiels en sédiments existants, réalisée pendant une durée comprise entre 1 et 1500 minutes, à une température comprise entre 50 et 350°C, et une pression inférieure à 20 MPa,
 - une étape de séparation des sédiments de la fraction liquide lourde issue de l'étape e) de maturation pour obtenir une fraction hydrocarbonée liquide ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids.
- Procédé selon la revendication 1 dans lequel l'étape a) d'hydrotraitement comprend une première étape a1) d'hydrodémétallation réalisée dans une ou plusieurs zones d'hydrodémétallation en lits fixes et une deuxième étape a2) subséquente d'hydrodésulfuration réalisée dans une ou plusieurs zones d'hydrodésulfuration en lits fixe.
- Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, dans lequel l'étape d'hydrotraitement a) est effectuée à une température comprise entre 300°C et 500°C, sous une pression partielle d'hydrogène comprise entre 5 MPa et 35 MPa, avec une vitesse spatiale de la charge hydrocarbonée comprise dans une gamme allant de 0,1 h-1 à 5 h-1, et la quantité d'hydrogène mélangée à la charge est comprise entre 100 Nm³/m³ et 5000 Nm³/m³.
- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel l'étape d'hydrocraquage c) est effectuée sous une pression absolue comprise entre 5 MPa et 35 MPa, à une température comprise entre 330°C et 550°C,

EP 3 018 188 A1

avec une vitesse spatiale comprise dans une gamme allant de $0,1 \text{ h}^{-1}$ à 10 h^{-1} , et la quantité d'hydrogène mélangée à la charge est de $50 \text{ Nm}^3/\text{m}^3$ à $5000 \text{ Nm}^3/\text{m}^3$.

- 5
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'étape de maturation de la fraction liquide lourde issue de l'étape d) est réalisée en présence d'un gaz inerte et/ou d'un gaz oxydant.
- 10
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans l'étape f) de séparation est réalisée au moyen d' au moins un moyen de séparation choisi parmi un filtre, une membrane de séparation, un lit de solides filtrant de type organique ou inorganique, une précipitation électrostatique, un système de centrifugation, une décantation, un soutirage par vis sans fin.
- 15
7. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la charge traitée est choisie parmi les résidus atmosphériques, les résidus sous vide issus de distillation directe, des pétroles bruts, des pétroles bruts étêtés, les huiles désasphaltées, des résines de désasphaltage, les asphaltes ou brais de désasphaltage, les résidus issus des procédés de conversion, des extraits aromatiques issus des chaînes de production de bases pour lubrifiants, des sables bitumineux ou leurs dérivés, des schistes bitumineux ou leurs dérivés, pris seuls ou en mélange.
- 20
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel les fractions hydrocarbonées liquides issues de l'étape f) sont mélangées avec une ou plusieurs bases fluxantes choisies dans le groupe constitué par les huiles de coupe légère d'un craquage catalytique, les huiles de coupe lourde d'un craquage catalytique, le résidu d'un craquage catalytique, un kérosène, un gazole, un distillat sous vide et/ou une huile décantée.

25

30

35

40

45

50

55

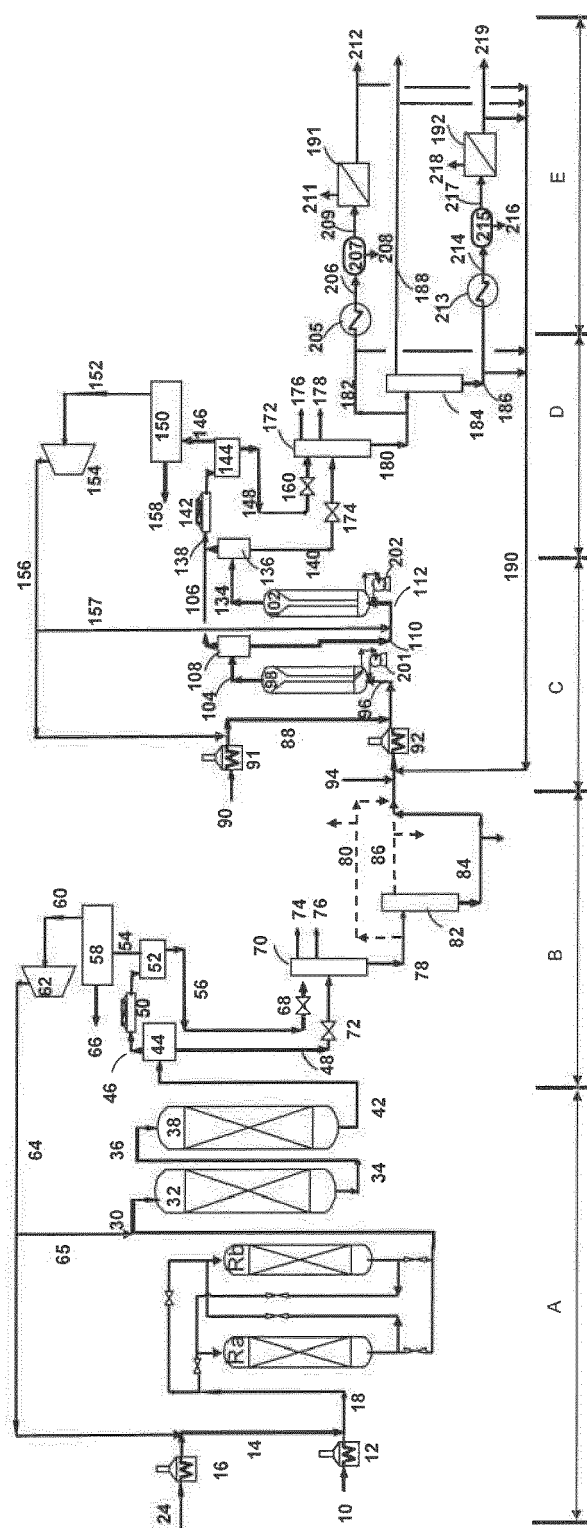


FIGURE 1

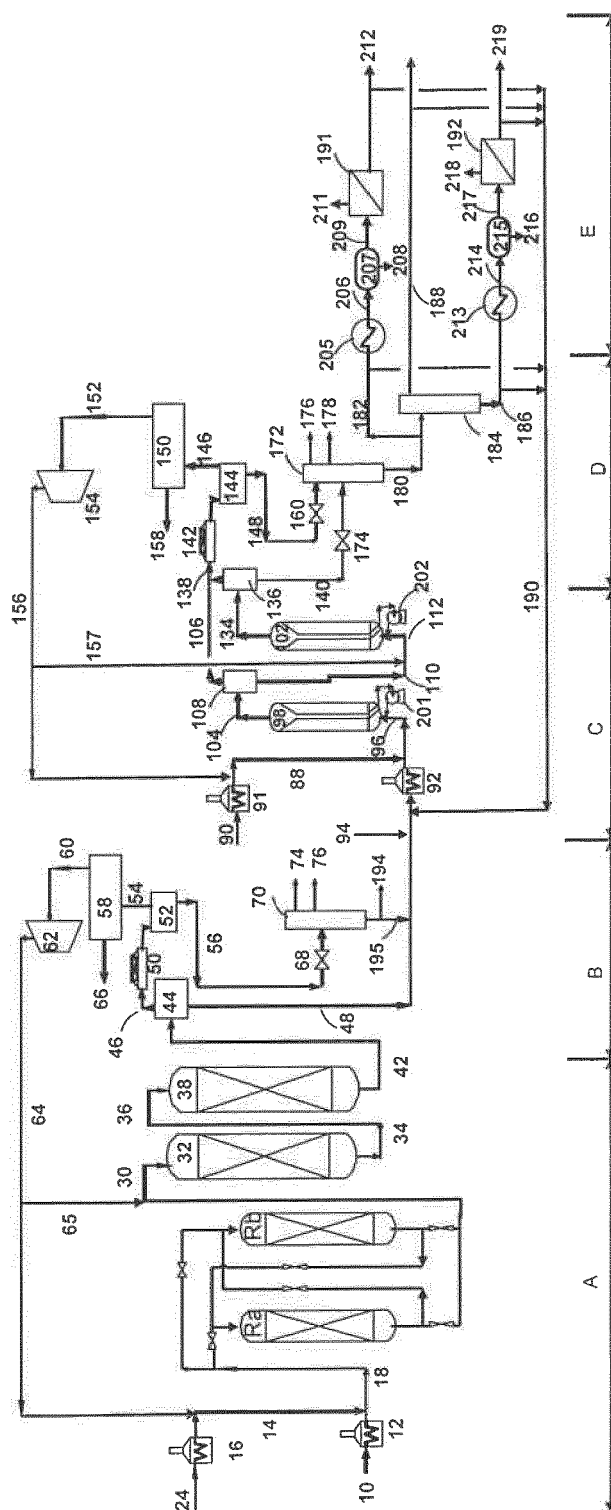


FIGURE 2

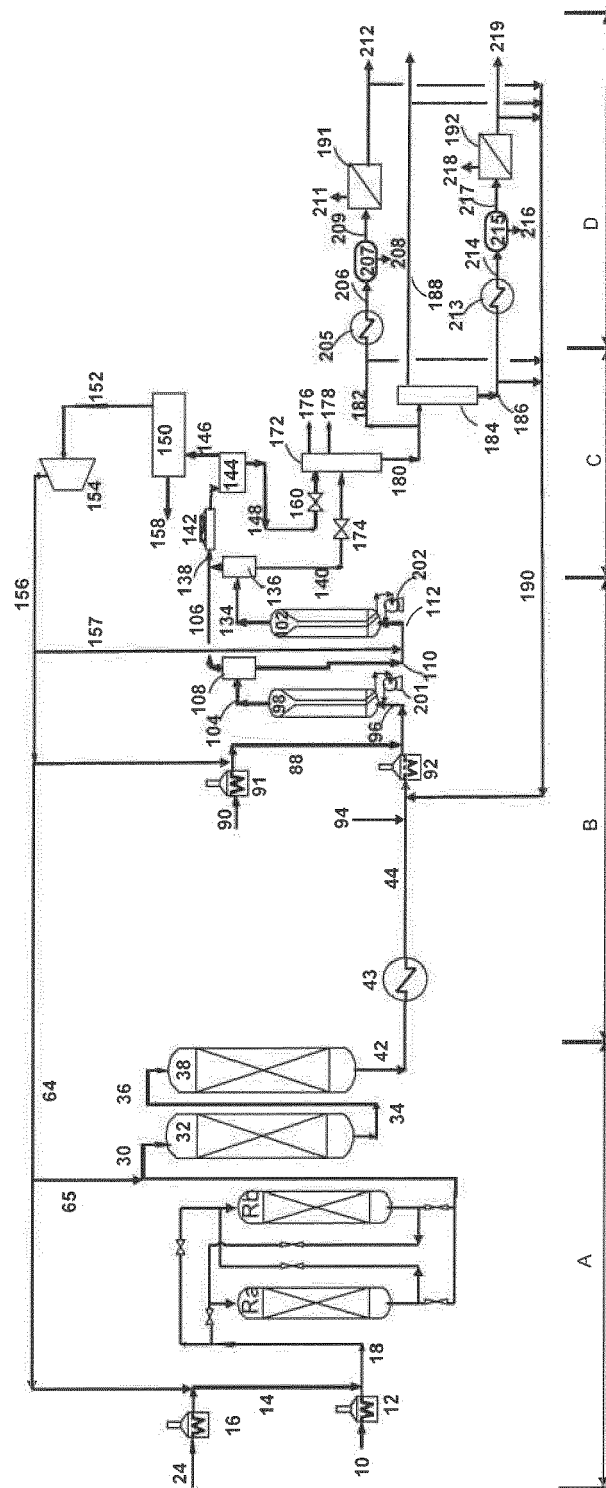


FIGURE 3



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 15 30 6717

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	WO 2014/096704 A1 (IFP ENERGIES NOUVELLES [FR]) 26 juin 2014 (2014-06-26) * page 3, ligne 17 - ligne 29 * * page 22, ligne 15 - ligne 26 * * page 13, ligne 9 - ligne 15 * * page 4, ligne 1 - ligne 2 * * page 7, ligne 26 - ligne 30 * * page 8, ligne 19 - ligne 31 * * page 17, ligne 18 - ligne 29 * -----	1-8	INV. C10G31/06 C10G49/00 C10G65/12
A	US 2013/026074 A1 (KOSEOGLU OMER REFA [SA] ET AL) 31 janvier 2013 (2013-01-31) * alinéas [0014] - [0017], [0048] * -----	1-8	
A	US 2 988 501 A (INWOOD TEXAS V) 13 juin 1961 (1961-06-13) * colonne 1, ligne 9 - ligne 27 * * colonne 4, ligne 38 - ligne 54 * -----	1-8	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			C10G
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye		24 mars 2016	Chau, Thoi Dai
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 15 30 6717

5 La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24-03-2016

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EPO FORM P0460

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2014096704 A1	26-06-2014	CA 2894610 A1	26-06-2014
		FR 3000098 A1	27-06-2014
		KR 20150096778 A	25-08-2015
		SG 11201504854X A	30-07-2015
		TW 201432042 A	16-08-2014
		WO 2014096704 A1	26-06-2014

US 2013026074 A1	31-01-2013	CN 103827267 A	28-05-2014
		EP 2737021 A2	04-06-2014
		JP 2014524483 A	22-09-2014
		KR 20140064802 A	28-05-2014
		US 2013026074 A1	31-01-2013
		WO 2013019418 A2	07-02-2013

US 2988501 A	13-06-1961	AUCUN	

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- FR 2764300 [0005]
- EP 0665282 A [0005]
- US 5417846 A [0021]
- EP 0113297 A [0026] [0027]
- EP 0113284 A [0026] [0027]
- US 5221656 A [0026]
- US 5827421 A [0026]
- US 7119045 B [0026]
- US 5622616 A [0026]
- US 5089463 A [0026]
- US 6589908 B [0027]
- US 4818743 A [0027]
- US 6332976 B [0027]
- FR 2940143 [0028]
- FR 2957607 [0041]
- US 6270654 B [0051] [0053]
- US 4816841 A [0053]