

(19)



(11)

EP 3 260 520 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
09.10.2019 Bulletin 2019/41

(51) Int Cl.:
C10G 67/04 (2006.01) C10G 7/00 (2006.01)
C10G 7/06 (2006.01) C10G 21/00 (2006.01)
C10G 21/06 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **17176996.1**

(22) Date de dépôt: **20.06.2017**

(54) **PROCEDE AMELIORE D'HYDROCONVERSION PROFONDE AU MOYEN D'UNE EXTRACTION DES AROMATIQUES ET RESINES AVEC VALORISATION DE L'EXTRAIT A L'HYDROCONVERSION ET DU RAFFINAT AUX UNITES AVAL**

VERBESSERTES VERFAHREN DER TIEFEN HYDROKONVERSION ANHAND EINER EXTRAKTION VON AROMASTOFFEN UND HARZEN MIT VALORISIERUNG DES HYDROKONVERSIONS-EXTRAKTS UND DES RAFFINATS BEI DEN NACHGESCHALTETEN EINHEITEN

IMPROVED METHOD FOR DEEP HYDROCONVERSION BY EXTRACTING AROMATICS AND RESINS WITH RECOVERY OF THE HYDROCONVERSION EXTRACT AND THE RAFFINATE IN THE DOWNSTREAM UNITS

(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

(30) Priorité: **23.06.2016 FR 1655845**

(43) Date de publication de la demande:
27.12.2017 Bulletin 2017/52

(73) Titulaire: **AXENS**
92508 Rueil-Malmaison Cedex (FR)

(72) Inventeurs:
• **LE COZ, Jean-François**
78100 SAINT GERMAIN EN LAYE (FR)

• **MOREL, Frédéric**
78400 CHATOU (FR)

(74) Mandataire: **IFP Energies nouvelles**
Département Propriété Industrielle
Rond Point de l'échangeur de Solaize
BP3
69360 Solaize (FR)

(56) Documents cités:
FR-A1- 3 014 897 US-A- 4 591 426
US-A- 5 034 119 US-A- 6 017 441

EP 3 260 520 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description**DOMAINE DE L'INVENTION :**

5 **[0001]** L'invention concerne le domaine de la conversion profonde de charges hydrocarbonées lourdes qui permet d'obtenir des coupes hydrocarbonées valorisables telles que du gaz de pétrole liquéfié (Liquified Petroleum Gas ou LPG selon la terminologie anglo-saxonne), des essences ou naphthas, du kérosène, du gasoil et des huiles.

[0002] L'invention porte sur des schémas de procédés permettant d'améliorer les performances des unités de conversion en introduisant une extraction des aromatiques.

10 **[0003]** Les raffineries comprennent en règle générale une unité d'hydroconversion profonde du résidu, suivie d'un fractionnement atmosphérique, puis d'un fractionnement sous vide et en aval, une unité de craquage catalytique ou/et une unité d'hydrocraquage. Eventuellement, une unité de désasphaltage du résidu non converti lors de l'hydroconversion est également présente.

15 **[0004]** Les procédés d'hydroconversion profonde sont utilisés en raffinerie pour transformer des mélanges hydrocarbonés lourds en produits aisément valorisables. Ils sont habituellement principalement utilisés pour convertir des charges lourdes telles que des coupes pétrolières ou synthétiques lourdes, par exemple des résidus issus de distillation atmosphérique et sous vide afin de les convertir en essence et gasoil plus légers. Lors de l'hydroconversion, du fioul gaz, et des coupes légères tel que les LPG (gaz de pétrole liquéfié) et du naphtha (coupe essence) sont également produits.

20 **[0005]** Le procédé d'hydroconversion profonde peut être un hydrocraquage de résidu en lit bouillonnant. Cette technologie est notamment commercialisée sous le nom de H-OIL®. La charge est alors usuellement du résidu sous vide.

25 **[0006]** L'unité d'hydroconversion profonde produit du résidu non converti lourd à forte teneur en asphaltènes. Les asphaltènes sont instables et tendent à précipiter dans les points chauds comme les fours et les fonds de colonne (tout particulièrement dans la colonne sous vide). En conséquence, les unités et les colonnes sont périodiquement arrêtées pour être nettoyées, ce qui réduit leur temps de disponibilité. Typiquement, les durées continues d'opération (« runs » dans la terminologie anglo-saxonne) durent deux ans, puis les unités sont arrêtées et ouvertes pour nettoyage. La colonne sous-vide est arrêtée encore plus fréquemment (typiquement tous les ans).

30 **[0007]** Les asphaltènes constituent une famille de composés solubles dans les solvants aromatiques et polyaromatiques et insolubles dans les hydrocarbures aliphatiques (N-pentane, N-heptane...). Leur structure et leur composition varient suivant l'origine de la charge pétrolière, mais certains atomes et groupements de ladite structure sont toujours présents dans des proportions variables. Parmi ces atomes, on peut citer l'oxygène, le soufre, l'azote, les métaux lourds tels que par exemple le nickel et le vanadium. La présence de nombreux groupements polycycliques donne aux molécules d'asphaltènes un caractère hautement aromatique. Du fait de leur insolubilité dans les hydrocarbures aliphatiques et en fonction de la nature plus ou moins aromatique du pétrole brut ou des coupes pétrolières (également désignés par produits dérivés), les asphaltènes peuvent précipiter. Ce phénomène engendre la formation de dépôt dans les lignes et les équipements de production (réacteurs, ballons, colonnes et échangeurs).

35 **[0008]** Les résines sont des composés hydrocarbonés analogues aux asphaltènes, mais elles sont solubles dans des solvants tels que le N-pentane ou l'N-heptane à l'inverse des asphaltènes. Les résines sont typiquement constituées d'un noyau polycyclique condensé, composé de cycles aromatiques et cyclaniques et d'hétérocycles sulfurés ou azotés avec un poids moléculaire inférieur et une structure moins condensée que les asphaltènes.

40 **[0009]** Un premier moyen d'améliorer la stabilité du résidu est de jouer sur la conversion dans la section réactionnelle en la limitant. Dans ce cas, la stabilité du résidu dicte la conversion maximum atteignable dans les unités d'hydroconversion profonde (typiquement de 60% à plus de 80% poids).

45 **[0010]** Un autre moyen d'obtenir un accroissement de la conversion des unités d'hydroconversion profonde est de mélanger à la charge un diluant (5 à 10% poids, et typiquement jusqu'à 20% poids) constitué de charges lourdes riches en composés aromatiques et résines seules ou en mélange. Cela permet d'opérer avec des durées continues d'opération (runs suivant la terminologie anglo saxonne) plus longues ou bien à durée d'opération équivalente à des taux de conversion plus élevés. Typiquement, ce diluant peut être du slurry de craquage catalytique (à savoir la boue ou fraction résiduelle lourde issue du FCC, coupe 360°C+ à dominante aromatique).

50 **[0011]** En pratique, les raffineurs associent les deux moyens (conversion adaptée et dilution de la charge) dans l'unité d'hydroconversion afin de limiter les dépôts d'asphaltènes.

[0012] Dans une raffinerie typique, les diluants possibles, comme la fraction résiduelle lourde (slurry) de craquage catalytique, sont disponibles en quantité limitée et sont donc un facteur limitant la conversion maximale atteignable dans les unités d'hydroconversion profonde.

55 **ART ANTERIEUR :**

[0013] De nombreux schémas ont été mis en oeuvre afin de résoudre les problèmes cités ci-dessus, dans un objectif d'améliorer les procédés d'hydroconversion profonde en augmentant les rendements en produits valorisables tout en

maintenant un coût de fonctionnement optimal.

[0014] Les brevets US 5,980,730 et US 6,017,441 décrivent un procédé de conversion profonde d'une fraction pétrolière lourde, ledit procédé comprenant une étape d'hydroconversion en lit bouillonnant triphasique, une distillation atmosphérique de l'effluent obtenu, une distillation sous vide du résidu atmosphérique obtenu, un désasphaltage du résidu sous vide obtenu et un hydrotraitement de la fraction désasphaltée. Il est également possible dans ce procédé d'envoyer au moins une fraction liquide lourde issue de l'étape d'hydrotraitement dans une section de craquage catalytique en lit fluidisé ou de recycler une partie de la fraction désasphaltée ou une partie de l'asphalte à l'entrée de l'hydroconversion.

[0015] Le brevet FR 2 969 650 B1 décrit un procédé de conversion de charge hydrocarbonée comprenant une huile de schiste ledit procédé comprenant une étape d'hydroconversion en lit bouillonnant, une distillation atmosphérique de l'effluent obtenu et une extraction liquide/liquide de la fraction résidu atmosphérique avec un solvant permettant d'extraire les aromatiques et les résines. Selon les variantes du procédé, il est possible d'envoyer une fraction du raffinat dans une section de craquage catalytique et de recycler une fraction de l'extrait vers l'unité d'hydroconversion. Le résidu atmosphérique issu de l'hydroconversion n'étant pas désasphalté dans le procédé décrit dans ce brevet, l'extrait issu de l'unité d'extraction est susceptible de contenir des asphaltènes ce qui conduirait à une dégradation des performances de l'hydroconversion en cas de recyclage de celui-ci à l'hydroconversion. De plus, le procédé décrit dans ce brevet est spécifiquement adapté au traitement des charges comprenant des huiles de schiste dont la nature est différente des charges hydrocarbures conventionnelles.

[0016] Le brevet FR 2 984 917 B1 décrit un procédé pour optimiser la production de distillat moyen au sein d'une raffinerie contenant au moins une unité de craquage catalytique pour lequel une des variantes consiste à soumettre le résidu sous vide provenant d'une unité de craquage catalytique à une extraction au solvant des aromatiques ou selon une variante à un désasphaltage au propane, puis envoyer l'extrait au fioul et recycler le raffinat à l'entrée de l'unité de craquage catalytique. Dans le procédé décrit dans ce brevet, l'extrait de l'unité d'extraction n'est pas valorisé vers l'unité d'hydroconversion.

[0017] La demande de brevet US 2013/0026065 A1 décrit un procédé permettant de produire des combustibles de transport à partir d'hydrocarbures lourds en les soumettant à une extraction liquide/liquide des aromatiques, puis en envoyant la fraction enrichie en aromatiques à un hydrocraqueur et la fraction appauvrie en aromatiques à une unité de craquage catalytique.

La demande 14/62.715 déposée le 18 décembre 2014 par la Demanderesse, non publiée, décrit un procédé de conversion profonde de résidus comprenant une étape d'hydroconversion, une étape de séparation, une étape d'hydrocraquage de la fraction gazole sous vide, une étape de fractionnement de l'effluent d'hydrocraquage et un recyclage de la fraction gazole sous-vide non convertie dans l'étape d'hydroconversion, dans l'objectif de maximiser la production de gazole. FR3014897 divulgue un procédé de traitement d'une charge hydrocarbonée comprenant une étape d'hydroconversion, une étape de séparation par une distillation atmosphérique suivi d'une distillation sous-vide, une étape de désasphaltage sélectif mise en oeuvre en deux étapes, par mise en contact avec un mélange d'au moins un solvant polaire et d'au moins un solvant apolaire, dans une configuration dite de polarité décroissante, et une étape de recyclage à l'entrée de l'étape d'hydroconversion.

[0018] Aucun des documents de l'art antérieur ne permet néanmoins de résoudre l'ensemble des problèmes cités.

[0019] Le procédé selon l'invention propose d'ajouter à la suite de l'unité d'hydroconversion profonde et de la section de fractionnement, une unité de désasphaltage, suivie par une unité d'extraction des hydrocarbures aromatiques et résines sur la fraction résidu issue du fractionnement sous vide, et de valoriser l'extrait et le raffinat obtenus à l'unité d'extraction des aromatiques.

[0020] L'invention permet d'améliorer simultanément les performances de l'unité d'hydroconversion profonde et celles des éventuelles unités situées en aval comme l'hydrocraquage ou le craquage catalytique.

[0021] En effet, par rapport au schéma de raffinerie usuel, le procédé selon l'invention permet d'obtenir des rendements en coupes hydrocarbonées valorisables supérieurs tout en garantissant la même durée de cycle à l'unité d'hydroconversion profonde, voire en l'augmentant, et en améliorant les performances des unités aval.

[0022] La présente invention a pour objet de pallier les inconvénients des procédés de l'art antérieur en extrayant des effluents d'hydroconversion profonde une fraction lourde enrichie en composés aromatiques et résines,

- pour d'une part, utiliser cette fraction extraite en diluant aromatique à l'hydroconversion,
- d'autre part, utiliser le raffinat issu de cette extraction dans les unités aval éventuelles comme l'hydrocraquage et / ou le craquage catalytique.

Le procédé selon l'invention permet d'atteindre des rendements en produits valorisables plus importants au moyen d'une extraction des aromatiques et résines contenus dans le résidu non converti issu de l'hydroconversion profonde selon les variantes de schémas de procédé détaillées ci-après.

RESUME DE L'INVENTION :

[0023] L'invention concerne un procédé de conversion profonde d'une charge hydrocarbonée lourde comprenant les étapes suivantes :

- 5
- a) hydroconversion en lit bouillonnant de la charge, en présence d'hydrogène, dans une section d'hydroconversion comprenant au moins un réacteur triphasique, contenant au moins un catalyseur d'hydroconversion supporté,
- b) fractionnement atmosphérique d'au moins une partie de l'effluent liquide hydroconverti issu de l'étape a) dans une section de fractionnement atmosphérique pour produire une fraction comprenant une coupe essence et une coupe gazole, et un résidu atmosphérique ;
- 10 c) fractionnement sous vide d'au moins une partie du résidu atmosphérique issu de l'étape b) dans une section de fractionnement sous vide pour obtenir une fraction gazole sous vide comprenant des distillats sous vide léger (LVGO) et lourd (HVGO), et une fraction résidu sous vide non convertie,
- d) désasphaltage d'au moins une partie de la fraction résidu sous vide non convertie issue de l'étape c) dans une section de désasphaltage uniquement au moyen d'un solvant paraffinique dans des conditions permettant d'obtenir une coupe hydrocarbonée appauvrie en asphaltènes dite huile désasphaltée et de l'asphalte résiduel.
- 15 e) extraction liquide-liquide sur la coupe hydrocarbonée appauvrie en asphaltènes dans une section d'extraction des aromatiques au moyen d'un solvant polaire dans des conditions permettant l'extraction des aromatiques pour produire un extrait enrichi en aromatiques et résines et un raffinat appauvri en aromatiques et résines, l'extrait étant
- 20 envoyé au moins en partie comme diluant aromatique vers l'entrée de la section d'hydroconversion.

[0024] Le procédé selon l'invention peut comprendre en outre :

- 25 - une étape f1) d'hydrocraquage d'au moins une partie du raffinat issu de l'étape d'extraction e) dans un réacteur comprenant au moins un catalyseur d'hydrocraquage en lit fixe pour produire une fraction essence, une fraction gazole (GO), gazole sous vide (VGO) et une fraction d'huile non convertie (UCO)
- et/ou une étape f2) de craquage catalytique en lit fluidisé d'au moins une partie du raffinat issu de l'extraction e) dans un réacteur en lit fluidisé pour produire une fraction gazeuse, une fraction essence, une fraction gazole et une
- 30 fraction résiduelle lourde dite slurry.

[0025] La fraction d'huile non convertie issue de l'hydrocraquage et/ou la fraction résiduelle lourde issue du craquage catalytique peuvent être envoyées vers la section d'extraction des aromatiques.

[0026] L'extrait peut être en partie utilisé comme huile de fluxage en mélange avec l'asphalte résiduel produit par l'étape de désasphaltage d) pour donner un combustible liquide ou pour entrer dans la composition de bitumes ou pour alimenter une unité de cokéfaction.

[0027] Le raffinat produit par l'unité d'extraction des aromatiques peut être envoyé vers l'unité d'hydrocraquage et/ou vers l'unité de craquage catalytique de manière concomitante à une ou plusieurs autres charges choisies parmi du gazole sous vide de distillation directe du pétrole brut (Straight Run VGO) et les distillats sous vide léger (LVGO) et lourd (HVGO) obtenus en sortie du fractionnement sous vide c).

[0028] Au moins une partie du distillat sous vide léger (LVGO) ou du distillat sous vide lourd (HVGO) est envoyée dans la section d'extraction des aromatiques.

[0029] Dans une variante, une partie du résidu atmosphérique est envoyée directement dans la section de désasphaltage.

45 **[0030]** L'étape a) d'hydroconversion est opérée de préférence sous une pression absolue comprise entre 5 et 35 MPa, à une température moyenne pondérée du lit catalytique de 300 à 600 °C, à une vitesse volumique horaire allant de 0,1 h⁻¹ à 10 h⁻¹ et à un ratio H₂/HC hydrogène sur charge allant de 200 à 1000m³/m³.

[0031] L'étape f1) d'hydrocraquage est opérée de préférence sous une température moyenne du lit catalytique comprise entre 300 et 550°C, une pression comprise entre 5 et 35 MPa, une vitesse spatiale liquide comprise entre 0,1 et 10 h⁻¹.

[0032] L'étape f2) de craquage catalytique en lit fluidisé est opérée de préférence en écoulement ascendant avec une température en sortie de réacteur comprise entre 520°C et 600°C, un rapport C/O compris entre 6 et 14, et un temps de résidence compris entre 1 et 10 s ou en écoulement descendant avec une température de sortie du réacteur comprise entre 580°C et 630°C, un rapport C/O compris entre 15 et 40, et un temps de résidence compris entre 0,1 et 1 s.

55 **[0033]** De préférence, l'étape de désasphaltage est réalisée dans une colonne d'extraction, le solvant comprenant au moins 50 percent en poids de composés hydrocarbonés ayant entre 3 et 7 atomes de carbone, la température en tête d'extracteur étant comprise entre 50 et 250°C, la température en fond d'extracteur étant comprise entre 30 et 220°C, la pression étant comprise entre 2 et 10 MPa.

[0034] De manière très préférée, le solvant est le butane.

[0035] De préférence, l'extraction liquide-liquide est réalisée à l'aide d'un solvant choisi parmi le furfural, la N-méthyl-2-pyrrolidone (NMP), le sulfolane, le diméthylformamide(DMF), le diméthylsulfoxyde (DMSO), le phénol, ou un mélange de ces solvants dans des proportions égales ou différentes, avec un ratio solvant / charge de 0,5/1 à 3/1, à une température comprise entre la température ambiante et 150°C, à une pression comprise entre la pression atmosphérique et 2 MPa.

[0036] La charge est avantageusement choisie parmi les charges hydrocarbonées lourdes de type résidus atmosphériques ou sous vide obtenus par exemple par distillation directe de coupe pétrolière ou par distillation sous-vide de pétrole brut, les charges de type distillats telles que les gazole sous vide ou les huiles désasphaltées, des asphaltes issues de désasphaltage au solvant de résidus pétroliers, le charbon en suspension dans une fraction hydrocarbonée telle que par exemple du gazole obtenu par distillation sous vide de pétrole brut ou alors du distillat issu de la liquéfaction du charbon, seules ou en mélange.

DESCRIPTION DETAILLÉE DE L'INVENTION :

[0037] Le procédé selon l'invention s'applique préférentiellement à des charges d'hydrocarbures contenant des asphaltènes réfractaires. Par rapport aux schémas connus de l'art antérieur, le procédé selon l'invention propose d'insérer une unité supplémentaire d'extraction des aromatiques afin d'améliorer la performance du schéma, en valorisant l'extrait et éventuellement le raffinat obtenus.

Liste des figures

[0038]

La figure 1 décrit le schéma de procédé selon l'art antérieur :

◦ Schéma 1 (Art antérieur) : Enchaînement d'une unité d'hydroconversion profonde, d'une unité de désasphaltage SDA et éventuellement d'une unité d'hydrocraquage HCK et/ou une unité de craquage catalytique en lit fluidisé FCC. La figure 2 décrit le schéma de procédé selon l'invention.

◦ Schéma 2 (Invention) : Enchaînement d'une unité d'hydroconversion profonde, d'une unité de désasphaltage SDA, d'une unité d'extraction des aromatiques et éventuellement envoi du raffinat obtenu vers une unité d'hydrocraquage HCK et/ou une unité de craquage catalytique en lit fluidisé FCC.

Description des figures

Figure 1 : Art antérieur

[0039] Le schéma selon l'art antérieur intègre les unités suivantes :

◦ Au moins une première unité d'hydroconversion profonde de la charge en lit bouillonnant 10. Cette technologie est notamment commercialisée sous le nom de procédé H-Oil®_{RC}. L'unité d'hydroconversion profonde raffine et craque la charge composée d'hydrocarbures de type résidu sous vide obtenu à partir d'une distillation de pétrole brut VR (vacuum residue, résidu sous vide) en des quantités significatives de gaz 21, naphta léger et lourd (heavy naphta HN et light naphta LN) 22, Gasoil (GO) 23 et distillats sous vide (vacuum gasoil, VGO) en une ou deux fractions Light Vacuum GasOil, LVGO distillat sous vide léger 31 et Heavy Vacuum GasOil, HVGO distillat sous vide lourd 32. Ces différents produits sont séparés dans une section de fractionnement atmosphérique 20 et de fractionnement sous vide 30. En fond de la distillation sous vide, il subsiste un flux de résidu sous-vide (VR) 33 non converti envoyé dans l'unité de désasphaltage 40.

◦ L'unité de désasphaltage au solvant (solvent deasphalting, SDA) 40 alimentée par le résidu sous vide (VR) 33 non converti de l'unité d'hydroconversion profonde produit une huile désasphaltée (deasphalted oil, DAO) 41 de bonne qualité, compatible avec le fonctionnement d'une unité d'hydrocraquage ou de craquage catalytique en lit fluidisé (FCC) et un asphalte résiduel 42 concentrant la majeure partie des contaminants du résidu sous-vide VR issu de l'unité d'hydroconversion profonde qui a différentes destinations possibles : par exemple, alimentation d'une unité 80 de cokéfaction, ou de gazéification ou de viscoréduction, ou utilisation en fuel solide (flaker) ou liquide ou utilisation en bitume.

◦ L'unité d'hydrocraquage en lit fixe (HCK) 60 peut convertir l'huile désasphaltée (DAO) 41 ainsi que le distillat sous vide (Vacuum Gas Oil VGO) 31 et 32 issu de l'unité d'hydroconversion profonde, ainsi que par exemple du SR-VGO (straight run vacuum gas oil, distillat sous vide obtenu par distillation directe de pétrole brut) 91 et d'autres

charges compatibles, pour former un flux 71 comprenant des quantités significatives de naphta, Gas Oil et Vacuum Gas Oil. Il reste un flux de VGO non converti (Unconverted Oil, UCO) 62 dont une partie est purgée (bleed). Ce flux non converti 62 peut être utilisé comme base pour des unités d'huile ou utilisé en diluant pour valoriser l'asphalte en fuel lourd. Optionnellement, le distillat sous vide (VGO) produit dans l'unité d'hydrocraquage (HCK) peut être recyclé dans l'unité d'hydroconversion profonde pour être en partie craqué en Gazole et Naphta sans impact significatif sur le fonctionnement de cette unité. Selon une variante, le schéma de raffinerie ne comprend pas d'unité d'hydrocraquage en lit fixe (HCK), mais une unité de craquage catalytique en lit fluidisé (FCC) 70 qui peut aussi être alimentée par l'huile désasphaltée (DAO) 41 et le distillat sous vide (31 et 32) VGO ex H-Oil_{RC}. Selon une variante, du distillat sous vide obtenu par distillation directe de pétrole brut (SR VGO) 91 peut être envoyé dans le procédé de manière concomitante avec les deux charges précédentes, ainsi que potentiellement avec d'autres charges externes. L'unité de craquage catalytique en lit fluidisé FCC produit une fraction 71 comprenant des quantités significatives de gaz, essence légère et lourde (Heavy Naphta HN et light naphta LN), Light cycle oil (LCO) et Heavy cycle oil (HCO) et une fraction résiduelle lourde 72 appelée « slurry » selon la terminologie anglo-saxonne. La fraction résiduelle lourde (« slurry ») de cette unité de FCC, disponible en quantité limitée, est utilisée avantageusement comme diluant de la charge de l'unité d'hydroconversion profonde .

◦ Selon une autre variante, le schéma comprend à la fois une unité d'hydrocraquage en lit fixe (HCK) 60 et une unité de craquage catalytique en lit fluidisé (FCC) 70. Les deux unités peuvent traiter le gazole sous vide issu de l'hydroconversion en lit bouillonnant (VGO ex Hydroconversion) 31 et 32, l'huile désasphaltée DAO 41, typiquement du Gazole sous vide de distillation directe (SR-VGO) 91 et d'autres charges pour les convertir en des quantités significatives de naphta, gazole et gazole sous vide.

Figure 2 : Schéma de procédé selon l'invention

[0040] La figure 2 présente à titre illustratif le procédé selon l'invention et ses variantes. La charge 01 composée d'hydrocarbures d'origine pétrolière ou d'hydrocarbures synthétiques de source minérale est envoyée dans la section d'hydroconversion profonde 10 avec un fluide diluant 02 qui provient de l'unité d'extraction des aromatiques 50 par la ligne de transport 53.

[0041] L'effluent liquide de la section d'hydroconversion profonde est envoyé par la ligne 11 vers une section de fractionnement atmosphérique 20. Cette section de fractionnement comprend une ou plusieurs colonnes de distillation atmosphérique équipées de plateaux et d'internes permettant de séparer différentes coupes valorisables soutirées au moyen des lignes de transport 21, 22 et 23, plus éventuellement d'autres soutirages latéraux. Ces coupes présentent des gammes de points d'ébullition situés par exemple dans la gamme des essences, du kérosène et du gasoil. En fond de fractionnement, on récupère une fraction plus lourde de résidu atmosphérique non converti 24 avec un point d'ébullition typiquement supérieur à 350°C.

[0042] Le résidu atmosphérique est envoyé au moins en partie par la ligne 24 vers une section de fractionnement sous vide 30. Cette section de fractionnement comprend au moins une colonne de distillation sous vide équipée de plateaux et d'internes permettant de séparer différentes coupes valorisables soutirées au moyen des lignes 31 et 32 plus éventuellement d'autres soutirages latéraux. Ces coupes présentent des gammes de points d'ébullition situés par exemple dans la gamme des distillats sous vide légers (LVGO) et lourds (HVGO). En fond de section de fractionnement, on récupère une fraction plus lourde de résidu sous vide non converti dont le point d'ébullition est supérieur à 540°C typiquement.

[0043] Le distillat sous vide léger (LVGO) 31 et le distillat sous vide lourd (HVGO) 32 peuvent être envoyés vers les unités d'hydrocraquage 60 et/ou de craquage catalytique 70.

[0044] Le résidu sous vide est envoyé par la ligne 33 à l'unité de désasphaltage 40 qui permet d'extraire les asphaltènes par précipitation dans un solvant et de produire l'huile désasphaltée 41 et le brai (asphalte résiduel) 42.

[0045] L'huile désasphaltée 41 est envoyée vers l'unité d'extraction des aromatiques 50 ; ainsi qu'éventuellement la purge d'huile non convertie de l'unité d'hydrocraquage 62 ou la fraction résiduelle lourde du craquage catalytique (slurry de FCC) 72 suivant les variantes de l'invention.

[0046] Le raffinat 51 produit par l'unité d'extraction des aromatiques 50 est envoyé vers l'unité d'hydrocraquage, ainsi qu'éventuellement d'autres charges comme par exemple du distillat sous vide issu de la distillation directe du pétrole brut (Straight Run VGO) 91 et le distillat sous vide léger 31 et lourd 32, produits de l'hydroconversion 10.

[0047] Selon une variante, tout ou partie du distillat sous vide léger 31 ou du distillat sous vide lourd 32 peut également être envoyé à l'unité d'extraction des aromatiques 50.

[0048] Selon une variante, une partie du résidu atmosphérique 24 est envoyée à l'unité de désasphaltage. On peut également envisager le cas, dans lequel tout le résidu atmosphérique 24 est envoyé à l'unité de désasphaltage, il n'y a alors pas de section de fractionnement sous-vide 30 et les coupes valorisables dans les gammes de points d'ébullition des distillats sous vide légers (LVGO) et lourds (HVGO) ne sont pas séparées, mais sont envoyées à l'unité de désas-

phalitage.

[0049] Selon une variante, le procédé selon l'invention ne comprend ni unité d'hydrocraquage 60 ni unité de craquage catalytique 70.

[0050] Selon une autre variante, le procédé selon l'invention comprend une unité d'hydrocraquage 60.

5 **[0051]** Selon une autre variante, le procédé selon l'invention ne comprend pas d'unité d'hydrocraquage 60, mais il comprend une unité de craquage catalytique 70.

[0052] Selon une autre variante, le procédé selon l'invention comprend une unité d'hydrocraquage 60 et une unité de craquage catalytique 70.

10 **[0053]** L'extrait 52 produit par l'unité d'extraction des aromatiques est utilisé au moins en partie comme diluant à l'unité d'hydroconversion par la ligne 53 et l'excédent est valorisé avec le brai 42 correspondant à l'asphalte résiduel de l'unité de désasphaltage via la ligne 54.

[0054] Le brai 42 peut être valorisé par exemple en bitume après traitement approprié ou en fuel lourd après dilution ou bien envoyé vers une unité de viscoréduction, cokéfaction, ou gazéification 80.

15 **[0055]** Dans le procédé selon l'invention, une unité d'extraction liquide-liquide des aromatiques et résines traite l'huile désasphaltée issue de l'unité de désasphaltage du résidu non converti de l'hydroconversion profonde :

◦ La charge est convertie dans la première étape d'hydroconversion profonde de la charge. Les effluents sont séparés dans une section de fractionnement et en fond du fractionnement sous vide une coupe de résidu sous vide (VR) non converti est séparée.

20 ◦ L'unité de désasphaltage SDA est alimentée par le résidu sous vide (VR) non converti et produit une coupe hydrocarbonée desasphaltée DAO qui est envoyée à l'unité d'extraction liquide-liquide et de l'asphalte résiduel qui est valorisé comme dans le schéma antérieur. Eventuellement, tout type d'unité permettant de réduire la teneur en asphalte du résidu pourrait être également installée à la place de l'unité de désasphaltage.

25 ◦ L'unité d'extraction des aromatiques produit par extraction liquide-liquide un extrait enrichi en aromatiques et résines et un raffinat appauvri en aromatiques et résines. L'unité d'extraction est alimentée par l'huile désasphaltée (DAO). Elle peut également être alimentée par la purge d'huile non convertie (UCO) issue de l'hydrocraquage et/ou la fraction résiduelle lourde de craquage catalytique suivant les variantes du schéma. L'extrait est utilisé en partie
30 comme diluant aromatique pour l'unité d'hydroconversion de résidu et en partie valorisé en tant qu'huile de fluxage avec l'asphalte résiduel produit par le SDA par exemple pour donner un combustible liquide ou pour entrer dans la composition de bitumes ou pour alimenter une unité de cokéfaction. Le raffinat est une fraction hydrocarbonée appauvrie en aromatiques, en résines et en impuretés par comparaison avec l'huile désasphaltée.

35 ◦ Le schéma selon l'invention comprend de préférence une unité d'hydrocraquage en lit fixe (HCK) qui est généralement alimentée par le raffinat provenant de l'unité d'extraction et éventuellement en sus par le distillat sous vide léger (light vacuum gasoil, LVGO) et le distillat sous vide lourd (heavy vacuum gasoil, HVGO) issus de l'unité d'hydroconversion profonde. Le raffinat est une charge bien plus favorable que l'huile désasphaltée DAO pour les performances catalytiques de l'hydrocraquage. L'hydrocraquage produit des quantités significatives de naphta,
40 gazole et distillat. Il reste un flux de distillat sous vide VGO non converti (Unconverted Oil, UCO) dont une partie est purgée (bleed) et peut être envoyée vers l'unité d'extraction car cette coupe concentre les composés polynucléaires aromatiques lourds (Heavy Polynuclear Aromatics, HPNA) réfractaires. Typiquement, les composés polynucléaires aromatiques lourds HPNA dits lourds sont définis comme des composés aromatiques polycycliques ou polynucléaires qui comprennent au moins 4 voire 6 cycles benzéniques condensés dans chaque molécule, comme
45 par exemple le coronène (composé à 24 carbones), le dibenzo(e,ghi) pérylène (26 carbones), coronène (30 carbones) et l'ovalène (32 carbones). Leur récupération dans l'unité d'extraction permet de recycler du flux non converti (UCO) sans composés polynucléaires aromatiques lourds HPNA à l'entrée de l'hydrocraquage et de valoriser les composés polynucléaires aromatiques lourds dans l'extrait.

50 ◦ Dans une variante, le schéma ne comprend pas d'unité d'hydrocraquage, mais une unité de craquage catalytique (FCC). Celle-ci peut aussi être alimentée par le distillat sous vide léger (light vacuum gasoil, LVGO) et le distillat sous vide lourd (heavy vacuum gasoil, HVGO) issus de l'unité d'hydroconversion profonde après fractionnement, et par le raffinat provenant de l'unité d'extraction. Le raffinat est une charge plus favorable que l'huile désasphaltée pour les performances catalytiques et en formation de coke du craquage catalytique. D'une part, la teneur réduite
55 en aromatiques de la charge conduit à diminuer la production de coke. D'autre part, la teneur réduite en azote permet d'atteindre un meilleur rendement. De plus, la teneur réduite en impuretés dans la charge conduit à diminuer la consommation de catalyseur. Enfin, les teneurs en impuretés des produits du craquage catalytique sont réduites. En conséquence, les unités d'hydrotraitement des produits finis en aval opèrent avec des coûts réduits en termes

de quantités de catalyseur et ou de durées de cycles.

◦ Selon une autre variante, du distillat sous vide obtenu par distillation directe de pétrole brut (SR VGO) ou d'autres charges compatibles peuvent être envoyées de manière concomitante à l'hydrocraquage ou au craquage catalytique en lit fluidisé.

◦ Selon une autre variante, le schéma comprend à la fois une unité de craquage catalytique en lit fluidisé (FCC) et une unité d'hydrocraquage en lit fixe (HCK). Au global, les deux unités traitent le gazole sous vide VGO ex unité d'hydroconversion profonde, le raffinat de l'unité d'extraction plus éventuellement du distillat sous vide obtenu par distillation directe de pétrole brut (SR-VGO). Le flux non converti issu de l'unité d'hydrocraquage (UCO) purgé et /ou la fraction résiduelle lourde du craquage catalytique (slurry de FCC) sont envoyés au moins en partie à l'unité d'extraction liquide-liquide.

◦ Selon une variante de l'invention, une partie du distillat sous vide (vacuum gasoil, VGO) ou une partie du distillat sous vide lourd (HVGO), issus de l'unité d'hydroconversion profonde après fractionnement, peuvent être envoyés soit à l'unité de désasphaltage en plus du résidu non converti, soit directement à l'unité d'extraction liquide-liquide.

◦ Selon une autre variante de l'invention, au moins une partie du résidu atmosphérique peut être envoyée directement à l'unité de désasphaltage.

◦ Le raffinat permet aussi de produire avantageusement une base d'huile groupe I.

[0056] Les conditions opératoires des unités d'hydroconversion et de désasphaltage (SDA) sont connues de l'homme du métier et identiques aux conditions opératoires du schéma selon l'art antérieur.

[0057] L'extraction permet d'obtenir un raffinat contenant au plus 10 % en poids de résines et de préférence au plus 5 % en poids de résines.

L'extrait obtenu contient au minimum 20 % en poids en aromatiques et 30% en poids en résines et de préférence au moins 30 % en poids en aromatiques et 40% en poids en résines avec une teneur en asphaltènes inférieure à 1 000 ppm.

[0058] L'avantage de l'invention réside dans la présence de l'unité de désasphaltage en amont de l'extraction des aromatiques, qui permet d'obtenir un extrait aromatique avec une faible teneur en impuretés, puisque celles-ci se retrouvent dans l'asphalte en sortie du désasphaltage.

L'extrait obtenu convient parfaitement comme diluant aromatique pour l'hydroconversion profonde.

[0059] En envoyant une partie de l'extrait obtenu à l'hydroconversion, celle-ci étant préférentiellement opérée à iso-conversion, la durée de cycle continue de l'unité d'hydroconversion profonde est allongée de façon très significative.

[0060] Dans une autre approche, en envoyant une partie de l'extrait obtenu à l'hydroconversion, celle-ci étant opérée avec une durée de cycle continu inchangée, la conversion maximale obtenue à l'unité d'hydroconversion profonde est accrue de façon significative.

[0061] L'utilisation de l'extrait comme diluant aromatique à l'unité d'hydroconversion profonde, celle-ci étant opérée à iso-conversion ou non, permet également d'obtenir une production accrue de produits finis valorisables comme le naphtha, le diesel et le gazole sous vide VGO.

[0062] En envoyant tout ou partie du raffinat produit à l'unité d'extraction dans l'unité d'hydrocraquage, les performances catalytiques de l'unité d'hydrocraquage sont améliorées ainsi que la production de produits valorisables par rapport à une unité alimentée par la coupe hydrocarbonée désasphaltée (DAO) sortie de l'unité de désasphaltage.

[0063] En envoyant dans l'unité d'extraction tout ou partie du résidu non converti (UCO) obtenu en sortie de l'unité d'hydrocraquage, une partie du résidu non converti purifié des composés polynucléaires aromatiques lourds HPNA est recyclée à l'entrée de l'HCK et le reste du flux, contenant les composés polynucléaires aromatiques lourds HPNA, est valorisé dans l'extrait, au lieu que ce résidu non converti et habituellement purgé soit en totalité valorisé en fuel.

[0064] En envoyant tout ou partie du raffinat produit à l'unité d'extraction des aromatiques dans l'unité de craquage catalytique, seul ou en mélange avec d'autres charges, les performances catalytiques de l'unité de craquage catalytique (consommation de catalyseurs, conversion, production de coke) sont améliorées ainsi que la production de produits valorisables par rapport à une unité alimentée par la coupe hydrocarbonée désasphaltée sortie de l'unité de désasphaltage. De plus, les teneurs en impuretés des produits du craquage catalytique en lit fluidisé FCC sont réduites. En conséquence, les unités d'hydrotraitement des produits finis en aval opèrent avec des coûts réduits sur les quantités de catalyseur et/ou les durées de cycles.

En envoyant tout ou partie de la fraction résiduelle lourde (slurry FCC) sortie de l'unité de craquage catalytique à l'unité d'extraction, une partie de ce flux peut être recyclée à l'entrée de l'unité de craquage catalytique en lit fluidisé FCC.

[0065] Les conditions générales de fonctionnement des unités mises en oeuvre dans le procédé selon l'invention sont décrites ci-après.

Hydroconversion en lit bouillonnant :

[0066] La technologie d'hydroconversion en lit bouillonnant de charges de type résidu est notamment commercialisée sous le nom de procédé H-Oil ®.

[0067] Le procédé en lit bouillonnant comprend le passage du flux, comprenant du liquide du solide et du gaz, circulant verticalement à travers un réacteur contenant un lit de catalyseur. Le catalyseur dans le lit est maintenu en mouvement aléatoire dans le liquide. Le volume brut du catalyseur dispersé à travers le liquide est donc supérieur au volume du catalyseur à l'arrêt. Cette technologie est généralement utilisée pour la conversion des hydrocarbures liquides lourds ou pour convertir le charbon en huiles synthétiques.

[0068] La vitesse spatiale horaire (VVH) et la pression partielle d'hydrogène sont des facteurs importants que l'on choisit en fonction des caractéristiques du produit à traiter et de la conversion souhaitée.

[0069] Tout type de catalyseur d'hydroconversion supporté comprenant une fonction hydrodéshydrogénante peut être utilisé. Ce catalyseur peut être un catalyseur comprenant des métaux des groupes 9 et 10 (ancien groupe VIII) par exemple du nickel et/ou du cobalt le plus souvent en association avec au moins un métal du groupe 6 (ancien groupe VIB) par exemple du molybdène et/ou du tungstène et d'autres éléments promoteurs. Le support est par exemple choisi dans le groupe formé par l'alumine, la silice, les silices-alumines, la magnésie, les argiles et les mélanges d'au moins deux de ces minéraux. Le support peut également renfermer d'autres composés. On utilise le plus souvent un support d'alumine.

[0070] Le catalyseur usagé est en partie remplacé par du catalyseur frais (c'est-à-dire neuf ou régénéré) par soutirage en bas du réacteur et introduction en haut du réacteur de catalyseur frais à intervalle de temps régulier, c'est-à-dire par exemple par bouffée ou de façon quasi continue. 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 0,01 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'hydroconversion. L'unité 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 puis de renvoyer ce catalyseur régénéré

[0071] Les conditions opératoires de l'hydroconversion en lit bouillonnant sont avantageusement les suivantes :

- Pression : la pression est généralement comprise entre 5 et 35 MPa, de manière préférée entre 10 et 25 MPa, typiquement aux environs de 18 MPa.
- LHSV (« liquid hourly space velocity » ou vitesse spatiale liquide par heure): la vitesse spatiale liquide est généralement comprise entre 0,1 et 10 h⁻¹, de manière préférée entre 0,15 et 5 h⁻¹, typiquement environ 0,25 h⁻¹.
- Température moyenne du lit catalytique (, c'est-à-dire la moyenne arithmétique des mesures de température dans le lit catalytique) est généralement comprise entre 300 et 600°C, de manière préférée entre 350 et 510°C, typiquement 420°C.
- H₂/HC : le ratio Hydrogène/Charge est généralement compris entre : 200 et 1000 m³/m³, de manière préférée entre 300 et 800 m³/m³, de manière très préférée entre 300 et 600 m³/m³.

[0072] L'hydroconversion profonde en lit bouillonnant permet de réduire le carbone Conradson du flux entrant d'environ 50 à 95 % et sa teneur en azote d'environ 30 à 95%.

Fractionnement :

[0073] Dans le fractionnement atmosphérique, le point de coupe du résidu atmosphérique est réglé typiquement entre 300°C et 400°C, préférablement entre 340°C et 380°C. Les coupes soutirées comme le naphta, le kérosène et le diesel sont envoyées respectivement au pool essence, au pool kérosène ou au pool diesel. Le résidu atmosphérique est envoyé au moins en partie au fractionnement sous vide.

[0074] Dans la section de fractionnement sous vide (colonne de distillation sous vide), le point de coupe du résidu sous vide est réglé typiquement entre 450°C et 600°C, préférablement entre 500°C et 550°C. Les coupes soutirées comme le distillat sous vide léger (Light Vacuum Gasoil, LVGO) ou le distillat sous vide lourd (Heavy Vacuum Gasoil, HVGO) sont envoyées au moins en partie dans les unités aval comme l'hydrocraquage ou le craquage catalytique. Le résidu atmosphérique (AR) peut être envoyé en partie vers l'unité de désasphaltage.

[0075] Le distillat sous vide léger (LVGO) est caractérisé par un intervalle de distillation compris entre 300°C et 430°C, préférablement entre 340°C et 400°C. Le distillat sous vide lourd (HVGO) est caractérisé par un intervalle de distillation compris entre 400°C et 600°C, préférablement entre 440°C et 550°C.

Le résidu sous vide (VR) est envoyé au moins en partie, de préférence en totalité, vers l'unité de désasphaltage.

Désasphaltage au solvant :

[0076] Cette opération permet d'extraire une grande partie des asphaltènes et de réduire la teneur en métaux. Lors de ce désasphaltage, ces derniers éléments se retrouvent concentrés dans un effluent appelé asphalte, ici dénommé asphalte résiduel.

[0077] L'effluent désasphalté, souvent qualifié d'huile désasphaltée DAO, présente une teneur très réduite en asphaltènes et en métaux.

[0078] L'un des objectifs de l'étape de désasphaltage est, d'une part, de maximiser la quantité d'huile désasphaltée et, d'autre part, de maintenir, voire de minimiser, la teneur en asphaltènes. Cette teneur en asphaltènes est généralement déterminée en terme de teneur en asphaltènes insolubles dans l'heptane, c'est à dire mesurée selon une méthode décrite dans la norme NF-T 60-115 de janvier 2002.

[0079] Selon l'invention, le désasphaltage permet d'obtenir une huile désasphaltée (DAO) contenant au plus 10 000 ppm poids d'asphaltènes, de préférence au plus 2 000 ppm poids d'asphaltènes.

[0080] Le solvant utilisé lors de l'étape de désasphaltage est uniquement un solvant paraffinique.

[0081] De préférence, le solvant utilisé comprend au moins 50 percent en poids de composés hydrocarbonés (alcanes) ayant entre 3 et 7 atomes de carbone, de manière plus préférée entre 3 et 6 atomes de carbone, de manière encore plus préférée 4 ou 5 atomes de carbone.

[0082] En fonction du solvant utilisé, le rendement en huile désasphaltée et la qualité de cette huile peuvent varier. A titre d'exemple, lorsque que l'on passe d'un solvant à 3 atomes de carbone à un solvant à 7 atomes de carbone, le rendement en huile augmente mais, en contrepartie, les teneurs en impuretés (asphaltènes, métaux, Carbone Conradson, soufre, azote...) augmentent également.

[0083] Par ailleurs pour un solvant donné, le choix des conditions opératoires en particulier la température et la quantité de solvant injectée a un impact sur le rendement en huile désasphaltée et sur la qualité de cette huile. L'homme du métier peut choisir les conditions optimales pour obtenir une teneur en asphaltène inférieure à 3000 ppm. L'étape de désasphaltage peut être réalisée par tout moyen connu de l'homme du métier. Cette étape est généralement réalisée dans un mélangeur décanteur ou dans une colonne d'extraction. De préférence, l'étape de désasphaltage est réalisée dans une colonne d'extraction.

[0084] Selon un mode de réalisation préféré, on introduit dans la colonne d'extraction un mélange comprenant la charge d'hydrocarbures et une première fraction d'une charge de solvant, le rapport volumique entre la fraction de charge de solvant et la charge d'hydrocarbures étant appelé taux de solvant injecté avec la charge. Cette étape a pour objet de bien mélanger la charge avec le solvant entrant dans la colonne d'extraction. Dans la zone de décantation en fond d'extracteur, on peut introduire une seconde fraction de la charge de solvant, le rapport volumique entre la seconde fraction de charge de solvant et la charge d'hydrocarbures étant appelé taux de solvant injecté en fond d'extracteur. Le volume de la charge d'hydrocarbures considérée dans la zone de décantation est généralement celui introduit dans la colonne d'extraction. La somme des deux rapports volumiques entre chacune des fractions de charge de solvant et la charge d'hydrocarbures est appelé taux de solvant global. La décantation de l'asphalte consiste au lavage à contre-courant de l'émulsion d'asphalte dans le mélange solvant-huile par du solvant pur. Elle est favorisée par une augmentation du taux de solvant (il s'agit en fait de remplacer l'environnement solvant-huile par un environnement de solvant pur) et une diminution de la température.

[0085] Par ailleurs, selon un mode préféré, on établit un gradient de température entre la tête et le fond de la colonne permettant de créer un reflux interne, ce qui améliore la séparation entre le milieu huileux et les résines. En effet, le mélange de solvant et d'huile chauffé en tête d'extracteur permet de précipiter une fraction comprenant de la résine qui descend dans l'extracteur. Le contre-courant ascendant du mélange permet de dissoudre à une température plus basse les fractions comprenant de la résine qui sont les plus légères.

[0086] La pression régnant à l'intérieur de l'extracteur est généralement ajustée de manière à ce que tous les produits demeurent à l'état liquide.

[0087] Les conditions opératoires de l'unité de désasphaltage (SDA) sont avantageusement les suivantes:

- De manière préférée, le solvant utilisé est un solvant paraffinique en C3, C4 ou C5, de préférence C4 dans l'invention. Le solvant très préféré dans le cadre de l'invention est le butane.

- Le taux de solvant est généralement compris entre 2,5/1 et 20/1, de manière préférée entre 5/1 et 15/1 et de manière plus préférée entre 5/1 et 10/1, typiquement 6/1 en volume globalement (une partie ajoutée en tête et une partie en fond d'extracteur).

- La pression est généralement comprise entre 2 et 10 MPa, de manière préférée entre 3 et 6 MPa, de manière très préférée comprise entre 4 et 5 MPa, typiquement 4,5 MPa.

- La température en tête d'extracteur est généralement comprise entre 50°C et 250°C et la température en fond d'extracteur entre 30°C et 220°C

- Pour un solvant comprenant 4 atomes de carbone (C4) : la température en tête d'extracteur est généralement

EP 3 260 520 B1

comprise entre 70 et 150°C, de manière préférée entre 90 et 130 °C, de manière très préférée 120°C. La température en fond d'extracteur est généralement comprise entre 40 et 120°C, de préférence entre 60 et 100°C.

◦ Pour un solvant comprenant 5 atomes de carbone (C5) : la température en tête d'extracteur est généralement comprise entre 120 et 240°C, de manière préférée entre 150 et 210 °C, de manière très préférée 180°C. La température en fond d'extracteur est généralement comprise entre 90 et 210°C, de préférence entre 120 et 180°C.

Extraction des aromatiques:

[0088] L'unité d'extraction des aromatiques a pour objectif d'extraire les composés aromatiques et résines de la fraction lourde issue de l'étape de désasphaltage par extraction liquide-liquide à l'aide d'un solvant polaire. Le solvant utilisé est un solvant connu pour extraire préférentiellement des composés aromatiques.

[0089] Il est important de souligner que l'extraction liquide/liquide est réalisée sur la fraction lourde, afin d'éviter des pertes de rendement en bases carburants lors de la récupération du solvant après extraction. Les produits qu'on souhaite extraire de la fraction lourde ont préférentiellement un point d'ébullition supérieur au point d'ébullition du solvant pour éviter une perte de rendement lors de la séparation du solvant du raffinat après l'extraction. En effet, lors de la séparation du solvant et du raffinat, tout composé ayant un point d'ébullition inférieur au point d'ébullition du solvant partira inévitablement avec le solvant et abaissera donc la quantité du raffinat obtenu (et donc le rendement en bases carburants). Par exemple, dans le cas du furfural comme solvant d'extraction, ayant un point d'ébullition de 162°C, les composés C10-, composés représentatifs de la fraction essence/naphta, seront perdus. En traitant uniquement la fraction lourde comportant des composés ayant des points d'ébullition supérieurs au point d'ébullition du solvant d'extraction, il n'y a pas de perte de ces composés supérieurs au point d'ébullition du solvant d'extraction (composés C10-). De plus, on évite la contamination du solvant avec les composés C10- ainsi que les éventuelles étapes de traitement du solvant en vue de son recyclage. La récupération du solvant est donc plus efficace et économique.

[0090] Comme solvant, on peut utiliser le furfural, la N-méthyl-2-pyrrolidone (NMP), le sulfolane, le diméthylformamide(DMF), le diméthylsulfoxyde (DMSO), le phénol, ou un mélange de ces solvants dans des proportions égales ou différentes.

[0091] Dans le cadre de l'invention, le solvant préféré est le furfural, produit suffisamment lourd par rapport au fluide traité : l'huile désasphaltée DAO.

[0092] Une unité d'extraction des aromatiques construite à l'origine pour une chaîne d'huile peut avantageusement être modifiée pour être utilisée dans le procédé selon l'invention.

[0093] Les conditions opératoires sont en général un ratio solvant / charge de 0,5/1 à 3/1, préférentiellement de 1/1 à 2/1, un profil de température compris entre la température ambiante et 150°C, de préférence entre 50°C et 150°C. La pression se situe entre la pression atmosphérique et 2 MPa, de préférence entre 0,1MPa et 1MPa.

[0094] L'extraction liquide/liquide peut être réalisée généralement dans un mélangeur-décanteur ou dans une colonne d'extraction fonctionnant à contre-courant. De préférence, l'extraction est réalisée dans une colonne d'extraction.

[0095] Le solvant choisi a un point d'ébullition suffisamment élevé afin de pouvoir fluidifier la fraction lourde issue du fractionnement sans se vaporiser, la fraction lourde étant typiquement véhiculée à des températures comprises entre 200°C et 300°C.

[0096] Après contact du solvant, avec la fraction lourde, deux phases se forment : (i) l'extrait, constitué des parties de la fraction lourde non solubles dans le solvant (et fortement concentré en aromatiques) et (ii) le raffinat, constitué du solvant et des parties solubles de la fraction lourde. Le solvant est séparé par distillation des parties solubles et recyclé en interne au procédé d'extraction liquide/liquide, la gestion du solvant étant connue de l'homme du métier.

Unités aval

[0097] Le raffinat issu de l'extraction des aromatiques est envoyé vers l'unité d'hydrocraquage et/ou de craquage catalytique seul ou de manière concomitante à une ou plusieurs autres charges choisies parmi du gazole sous vide de distillation directe du pétrole brut (Straight Run VGO) et les distillats sous vide léger (LVGO) et lourd (HVGO) obtenus en sortie du fractionnement sous vide c).

Hydrocraquage

[0098] Dans le cadre de la présente invention, l'expression hydrocraquage englobe les procédés de craquage comprenant au moins une étape de conversion des charges utilisant au moins un catalyseur en présence d'hydrogène.

[0099] L'hydrocraquage peut être opéré selon des schémas en une étape comportant en premier lieu un hydrosulfuration poussée qui a pour but de réaliser une hydrodésazotation et une désulfuration poussées de la charge avant que l'effluent ne soit envoyé en totalité sur le catalyseur d'hydrocraquage proprement dit, en particulier dans le cas où celui-ci comporte une zéolithe.

[0100] Il englobe également l'hydrocraquage en deux étapes qui comporte une première étape qui a pour objectif, comme dans le procédé en "une étape", de réaliser l'hydrorafinage de la charge, mais aussi d'atteindre une conversion de cette dernière de l'ordre en général de 30 à 60 percent. Dans la deuxième étape d'un procédé d'hydrocraquage en deux étapes, généralement seule la fraction de la charge non convertie lors de la première étape est traitée.

[0101] Les catalyseurs d'hydrorafinage classiques contiennent généralement au moins un support amorphe et au moins un élément hydro-déshydrogénant (généralement au moins un élément des groupes VIB et VIII non noble, et le plus souvent au moins un élément du groupe VIB et au moins un élément du groupe VIII non noble).

[0102] Les matrices qui peuvent être utilisées dans le catalyseur d'hydrorafinage seules ou en mélange sont, à titre d'exemple, de l'alumine, de l'alumine halogénée, de la silice, de la silice-alumine, des argiles (choisies par exemple parmi les argiles naturelles telles que le kaolin ou la bentonite), de la magnésie, de l'oxyde de titane, de l'oxyde de bore, de la zircone, des phosphates d'aluminium, des phosphates de titane, des phosphates de zirconium, du charbon, des aluminates. On préfère utiliser des matrices contenant de l'alumine, sous toutes les formes connues de l'homme du métier, et de manière encore plus préférée les alumines, par exemple l'alumine gamma.

[0103] Les conditions opératoires de l'étape d'hydrocraquage sont réglées de façon à maximiser la production de la coupe recherchée tout en assurant une bonne opérabilité de l'unité d'hydrocraquage. Les conditions opératoires utilisées dans le ou les zones réactionnelles sont généralement une température moyenne du lit catalytique (WABT) comprise entre 300 et 550°C, de préférence comprise entre 350 et 500°C.

[0104] La pression est généralement comprise entre 5 et 35 MPa, de préférence entre 6 et 25 MPa. La vitesse spatiale liquide (débit de charge/ volume de catalyseur) est généralement comprise entre 0,1 et 10h⁻¹, de préférence entre 0,2 et 5h⁻¹.

[0105] Une quantité d'hydrogène est introduite telle que le rapport volumique en m³ d'hydrogène par m³ d'hydrocarbure en entrée de l'étape d'hydrocraquage soit compris entre 300 et 2000 m³/m³, le plus souvent entre 500 et 1800 m³/m³, de préférence entre 600 et 1500 m³/m³.

[0106] Cette zone réactionnelle comprend généralement au moins un réacteur comprenant au moins un catalyseur d'hydrocraquage en lit fixe. Le lit fixe de catalyseur d'hydrocraquage peut être éventuellement précédé d'au moins un lit fixe d'un catalyseur d'hydrorafinage (hydrodésulfuration, hydrodéazotation par exemple). Les catalyseurs d'hydrocraquage utilisés dans les procédés d'hydrocraquage sont généralement du type bi-fonctionnel associant une fonction acide à une fonction hydrogénante. La fonction acide peut être apportée par des supports ayant une grande surface (150 à 800 m².g⁻¹ généralement) et présentant une acidité superficielle, telles que les alumines halogénées (chlorées ou fluorées notamment), les combinaisons d'oxydes de bore et d'aluminium, les silices-alumines amorphes appelées catalyseurs d'hydrocraquage amorphes et les zéolithes. La fonction hydrogénante peut être apportée soit par un ou plusieurs métaux du groupe VIII de la classification périodique des éléments, soit par une association d'au moins un métal du groupe VIB de la classification périodique et au moins un métal du groupe VIII.

[0107] Le catalyseur d'hydrocraquage peut également comporter au moins une fonction acide cristallisée telle qu'une zéolithe Y, ou une fonction acide amorphe telle qu'une silice-alumine, au moins une matrice et une fonction hydrodés-hydrogénante.

[0108] Eventuellement, il peut également comporter au moins un élément choisi parmi le bore, le phosphore et le silicium, au moins un élément du groupe VIIA (chlore, fluor par exemple), au moins un élément du groupe VIIB (manganèse par exemple), au moins un élément du groupe VB (niobium par exemple).

Craquage catalytique en lit fluidisé

[0109] Le craquage catalytique en lit fluidisé (FCC) est un procédé bien connu qui a subi de nombreuses évolutions depuis les années 1930 (voir Avidan A., Shinnar R., "Development of catalytic cracking technology: A lesson in chemical reactor design", Ind.Eng.Chem.Res, 29, 931-942, 1990). Ce procédé est caractérisé par une zone de réaction dans laquelle s'effectuent les réactions de craquage sur un catalyseur de type zéolithique, et une zone de régénération qui permet d'éliminer par combustion le coke déposé sur le catalyseur au cours des réactions de craquage.

L'unité de craquage catalytique d'une raffinerie a pour objectif principal la production de bases pour essence, c'est à dire de coupes ayant un intervalle de distillation compris entre 35°C et 250°C.

La production d'essence est assurée par le craquage de la charge dans le réacteur principal, appelé riser, en raison de la forme longiligne de ce réacteur et de son mode d'écoulement ascendant. Lorsque l'écoulement est descendant dans le réacteur principal on parle de "downer".

[0110] La charge conventionnelle d'une unité de craquage catalytique en lit fluidisé de coupes lourdes est généralement constituée d'un hydrocarbure ou d'un mélange d'hydrocarbures contenant essentiellement (c'est à dire au moins 80%) de molécules dont le point d'ébullition est supérieur à 340°C. Cette charge principale contient en outre des quantités de métaux (Ni+V) limitées, en concentration généralement inférieures à 50 ppm, préférentiellement inférieures à 20 ppm, et une teneur en hydrogène en général supérieure à 11 % poids, typiquement comprise entre 11,5% et 14,5%, et préférentiellement comprise entre 11,8% et 14% poids.

EP 3 260 520 B1

[0111] La teneur en carbone conradson (noté CCR en abrégé) de la charge (défini par la norme ASTM D 482) fournit une évaluation de la production de coke au cours du craquage catalytique. En fonction de la teneur en carbone conradson de la charge, le rendement en coke nécessite un dimensionnement spécifique de l'unité pour satisfaire le bilan thermique.

[0112] Dans le cadre de l'invention, l'unité de craquage catalytique en lit fluidisé est alimentée par au moins une partie du raffinat produit à l'unité d'extraction des aromatiques, seul ou en mélange avec d'autres charges. Les performances catalytiques de l'unité de craquage catalytique (consommation de catalyseurs, conversion, production de coke) ainsi que la quantité et la qualité des produits valorisables sont améliorées par rapport à une unité alimentée par la coupe hydrocarbonée désasphaltée sortie de l'unité de désasphaltage. En conséquence, les unités d'hydrotraitement des produits finis en aval opèrent avec des coûts réduits sur les quantités de catalyseur et/ou les durées de cycles.

En envoyant tout ou partie de la fraction résiduelle lourde (slurry FCC) sortie de l'unité de craquage catalytique à l'unité d'extraction des aromatiques, une partie de cette fraction résiduelle, appauvrie en aromatiques, peut par ailleurs être recyclée à l'entrée de l'unité de craquage catalytique en lit fluidisé FCC.

- Lorsque l'unité de craquage catalytique fonctionne en écoulement ascendant, les conditions opératoires sont les suivantes :

- Température sortie riser comprise entre 520°C et 600°C,
- Rapport C/O compris entre 6 et 14, et préférentiellement compris entre 7 et 12,
- Temps de résidence compris entre 1 et 10 s, et préférentiellement compris entre 2 et 6 s.

- Lorsque l'unité de craquage catalytique fonctionne en écoulement descendant, les conditions opératoires sont les suivantes :

- Température de sortie du réacteur comprise entre 580°C et 630°C,
- Rapport C/O compris entre 15 et 40, et préférentiellement compris entre 20 et 30,
- Temps de résidence compris entre 0,1 et 1 s, et préférentiellement compris entre 0,2 et 0,7 s.

[0113] Le rapport C/O est le rapport du débit massique de catalyseur en circulation dans l'unité sur le débit massique de charge à l'entrée de l'unité.

[0114] Le temps de résidence est défini comme le volume du riser (m³) sur le débit volumique de charge (m³/s).

EXEMPLE :

[0115] La charge utilisée dans cet exemple présente la composition détaillée au tableau 1. Il s'agit d'un résidu sous vide de type « Oural » (Urals dans la terminaison anglo-saxonne), donc d'un résidu sous vide obtenu à partir d'un pétrole brut provenant de Russie.

Tableau 1: composition de la charge utilisée (Résidu sous vide de type « Oural »)

Propriété	Unité	Valeur
Densité	-	1,003
Viscosité à 100 °C	cSt	540
Carbone Conradson	%poids	15,0
Asphaltènes en C7	%poids	4,0
Nickel	ppm pds	70
Vanadium	ppm pds	200
Azote	ppm pds	5 800
Soufre	%poids	2,7
Coupe 540 °C ^{**} *	%poids	10,0
*coupe contenant des produits de point d'ébullition inférieur à 540°C.		

[0116] Dans cet exemple, la charge est mise en oeuvre dans le procédé selon l'invention (figure 2), sans hydrocraquage 60 ni craquage catalytique 70 et donc également sans addition de distillat sous vide obtenu par distillation directe de

EP 3 260 520 B1

pétrole brut (SR-VGO) 91 à l'entrée des étapes d'hydrocraquage et/ou de craquage catalytique.

[0117] Toutefois, selon une autre variante, certains produits obtenus peuvent être ultérieurement envoyés à une étape d'hydrocraquage, notamment le raffinat issu de l'étape d'extraction, seul ou en mélange avec d'autres coupes issues du procédé selon l'invention.

[0118] La charge est traitée dans un réacteur H-Oil® à lit bouillonnant contenant un catalyseur commercial d'hydro-conversion de résidu en lit bouillonnant (par exemple TEX2740 ou TEX2910, commercialisé par la société Criterion). Les produits liquides issus du réacteur sont fractionnés par distillation atmosphérique en une fraction naphta (C5+ 150°C), une fraction gazole (150-370°C) et une fraction résiduelle 370°C+.

[0119] La fraction résiduelle est fractionnée par distillation sous-vide en une fraction gaz qui est envoyée au Fuel, une fraction distillats sous vide VGO (370°C-540°C) et une fraction résiduelle sous vide 540°C+.

[0120] La fraction résiduelle sous vide est soumise à un désasphaltage au solvant C4 avec une colonne d'extraction. On obtient une huile désasphaltée DAO et un brai (asphalte résiduel).

[0121] Dans la section d'extraction des aromatiques, l'huile désasphaltée DAO est soumise à une extraction liquide/liquide au furfural pour donner un raffinat et un extrait. L'extrait est avantageusement utilisé en partie comme diluant à l'unité d'hydroconversion profonde et en partie valorisé avec le brai.

[0122] Les conditions opératoires des unités de conversion H-Oil® qui traitent des résidus, de l'unité de désasphaltage au solvant (SDA) et de l'Extraction Aromatique liquide-liquide sont résumées dans le tableau 2.

Tableau 2: Conditions opératoires des unités

Paramètres opératoires		H-Oil®	SDA	Extraction Aromatique
VVH Liquide	h-1	0,25	-	-
Pression	MPa	18	4,5	4,5
Température moyenne du lit catalytique*	°C	416	-	-
Température extracteur			120 en tête 90 en fond	100 en tête 70 en fond
H2/Charge	m3/m3	400	-	-
Solvant/charge Entrée extracteur Fond extracteur	m3/m3 m3/m3	-	2/1 4/1	1,8/1 4/1
Catalyseurs		TEX 2731	-	-
Composition Catalyseurs		NiMo/Al ₂ O ₃	-	-
Solvant		-	Butanes	Furfural

[0123] Le solvant utilisé dans l'unité SDA est un mélange de butanes comprenant 60% de nC4 et 40% d'iC4.

[0124] Le rendement en DAO de l'unité de désasphaltage est poussé à 75% afin de maximiser la valorisation de l'huile désasphaltée.

[0125] L'utilisation de diluant aromatique dans l'unité d'hydroconversion profonde permet d'améliorer la durée d'opération continue de celle-ci de façon très significative ainsi que le montre le tableau 3.

Tableau 3: impact du diluant aromatique provenant de l'unité d'extraction sur les performances de l'unité d'hydroconversion H-Oil®.

Conditions opératoires	Cas sans diluant aromatique	Cas avec diluant aromatique
Débit Charge t/h	100	100
Débit Diluant Aromatique t/h	0	10
Conversion H-OIL® _{RC} %wt	60	60
Durée de cycle H-OIL® _{RC}	2 ans	4 ans

[0126] Le tableau 3 montre que le fait d'utiliser l'extrait obtenu à l'unité d'extraction comme diluant à l'unité d'hydroconversion permet de doubler la durée du run de l'hydroconversion profonde. Le gain de production en produits finis associé est d'un peu plus de 3% (1,5 mois sur 4 ans de run).

[0127] L'utilisation du diluant aromatique permet également d'obtenir une production accrue de produits finis valori-

EP 3 260 520 B1

sables comme le montre le tableau 4 ci-dessous.

Tableau 4: Charge et produits de l'unité d'hydroconversion avec et sans diluant aromatique, pour une conversion de 60%wt

	Sans diluant aromatique	Avec diluant aromatique
Charges de l'hydroconversion :		
Charge, t/h	100	100
Extrait utilisé comme diluant, t/h	0	10
Hydrogen, t/h	1.42	1.56
Produits de l'hydroconversion		
C1-C4, t/h	2.94	3.08
Naphta, t/h	7.45	7.83
Gazole (GO), t/h	23.23	24.39
Gazole sous vide (VGO), t/h	28.40	29.82
Résidu non converti, t/h	36.78	43.78

[0128] A conversion fixée, avec l'utilisation de l'extrait comme diluant aromatique, l'unité d'hydroconversion produit 5% de produits valorisables supplémentaires, soit 5% de Naphta, 5% de Gazole et 5% de Gazole sous vide VGO.

[0129] Les propriétés du raffinat et de l'extrait à la sortie de l'unité d'extraction sont comparées à l'huile désasphaltée DAO dans le tableau 5.

Tableau 5: propriétés de l'huile désasphaltée (DAO) à l'entrée, du raffinat et de l'extrait à la sortie de l'unité d'extraction

Propriété	Unité	DAO	Raffinat	Extrait
Densité	-	0,97	0,880	0,967
Carbone Conradson	%poids	12.6	3,0	19
Asphaltènes en C7	%poids	0,1	< 0,05	0.2
Nickel + Vanadium	ppm pds	20	< 2	40
Azote	ppm pds	4 000	900	6 400
Soufre	%poids	1,16	0,57	1,60
Teneur en aromatiques	%poids	47	55	41
Teneur en Résines	%poids	27	0	48
Hydrogène	%poids	11.1	14.0	9.0

[0130] La densité du raffinat et la teneur en azote et en soufre du raffinat sont inférieures à celles de l'huile désasphaltée DAO. Le raffinat est donc une charge moins réfractaire à traiter dans une unité d'hydrotraitement en lit fixe par exemple ou dans une unité d'hydrocraquage.

Revendications

1. Procédé de conversion profonde d'une charge hydrocarbonée lourde comprenant les étapes suivantes :

- a) hydroconversion en lit bouillonnant de la charge, en présence d'hydrogène, dans une section d'hydroconversion comprenant au moins un réacteur triphasique, contenant au moins un catalyseur d'hydroconversion supporté,
- b) fractionnement atmosphérique d'au moins une partie de l'effluent liquide hydroconverti issu de l'étape a)

EP 3 260 520 B1

dans une section de fractionnement atmosphérique pour produire une fraction comprenant une coupe essence et une coupe gazole, et un résidu atmosphérique ;

c) fractionnement sous vide d'au moins une partie du résidu atmosphérique issu de l'étape b) dans une section de fractionnement sous vide pour obtenir une fraction gazole sous vide comprenant des distillats sous vide léger (LVGO) et lourd (HVGO), et une fraction résidu sous vide non convertie,

d) désasphaltage d'au moins une partie de la fraction résidu sous vide non convertie issue de l'étape c) dans une section de désasphaltage uniquement au moyen d'un solvant paraffinique dans des conditions permettant d'obtenir une coupe hydrocarbonée appauvrie en asphaltènes dite huile désasphaltée et de l'asphalte résiduel.

e) extraction liquide-liquide sur la coupe hydrocarbonée appauvrie en asphaltènes dans une section d'extraction des aromatiques au moyen d'un solvant polaire dans des conditions permettant l'extraction des aromatiques pour produire un extrait enrichi en aromatiques et résines et un raffinat appauvri en aromatiques et résines, l'extrait étant envoyé au moins en partie comme diluant aromatique vers l'entrée de la section d'hydroconversion.

2. Procédé selon la revendication 1 comprenant

- une étape f1) d'hydrocraquage d'au moins une partie du raffinat issu de l'étape d'extraction e) dans un réacteur comprenant au moins un catalyseur d'hydrocraquage en lit fixe pour produire une fraction essence, une fraction gazole (GO), gazole sous vide (VGO) et une fraction d'huile non convertie (UCO)

- et/ou une étape f2) de craquage catalytique en lit fluidisé d'au moins une partie du raffinat issu de l'extraction e) dans un réacteur en lit fluidisé pour produire une fraction gazeuse, une fraction essence, une fraction gazole et une fraction résiduelle lourde dite slurry.

3. Procédé selon la revendication 2 dans lequel la fraction d'huile non convertie issue de l'hydrocraquage et/ou la fraction résiduelle lourde issue du craquage catalytique sont envoyées vers la section d'extraction des aromatiques.

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'extrait est en partie utilisé comme huile de fluxage en mélange avec l'asphalte résiduel produit par l'étape de désasphaltage d) pour donner un combustible liquide ou pour entrer dans la composition de bitumes ou pour alimenter une unité de cokéfaction.

5. Procédé selon l'une des revendications 2 à 4 dans lequel le raffinat produit par l'unité d'extraction des aromatiques est envoyé vers l'unité d'hydrocraquage et/ou vers l'unité de craquage catalytique de manière concomitante à une ou plusieurs autres charges choisies parmi du gazole sous vide de distillation directe du pétrole brut (Straight Run VGO) et les distillats sous vide léger (LVGO) et lourd (HVGO) obtenus en sortie du fractionnement sous vide c).

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel au moins une partie du distillat sous vide léger (LVGO) ou du distillat sous vide lourd (HVGO) est envoyée dans la section d'extraction des aromatiques.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel une partie du résidu atmosphérique est envoyée directement dans la section de désasphaltage.

8. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'étape a) d'hydroconversion est opérée sous une pression absolue comprise entre 5 et 35 MPa, à une température moyenne pondérée du lit catalytique de 300 à 600 °C, à une vitesse volumique horaire allant de 0,1 h⁻¹ à 10 h⁻¹ et à un ratio H₂/HC hydrogène sur charge allant de 200 à 1000 m³/m³.

9. Procédé selon l'une des revendications 2 à 8 dans lequel l'étape f1) d'hydrocraquage est opérée sous une température moyenne du lit catalytique comprise entre 300 et 550 °C, une pression comprise entre 5 et 35 MPa, une vitesse spatiale liquide comprise entre 0,1 et 10 h⁻¹.

10. Procédé selon l'une des revendications 2 à 9 dans lequel l'étape f2) de craquage catalytique en lit fluidisé est opérée en écoulement ascendant avec une température en sortie de réacteur comprise entre 520 °C et 600 °C, un rapport C/O compris entre 6 et 14, et un temps de résidence compris entre 1 et 10 s ou en écoulement descendant avec une température de sortie du réacteur comprise entre 580 °C et 630 °C, un rapport C/O compris entre 15 et 40, et un temps de résidence compris entre 0,1 et 1 s.

11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10 dans lequel l'étape de désasphaltage est réalisée dans une colonne d'extraction, le solvant comprenant au moins 50 percent en poids de composés hydrocarbonés ayant entre 3 et 7 atomes de carbone, la température en tête d'extracteur étant comprise entre 50 et 250 °C, la température en fond

d'extracteur étant comprise entre 30 et 220°C, la pression étant comprise entre 2 et 10 MPa.

12. Procédé selon la revendication 11 dans lequel le solvant est le butane.

13. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'extraction liquide-liquide est réalisée à l'aide d'un solvant choisi parmi le furfural, la N-méthyl-2-pyrrolidone (NMP), le sulfolane, le diméthylformamide (DMF), le diméthylsulfoxyde (DMSO), le phénol, ou un mélange de ces solvants dans des proportions égales ou différentes, avec un ratio solvant / charge de 0,5/1 à 3/1, à une température comprise entre la température ambiante et 150°C, à une pression comprise entre la pression atmosphérique et 2 MPa.

14. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la charge est choisie parmi les charges hydrocarbonées lourdes de type résidus atmosphériques ou sous vide obtenus par exemple par distillation directe de coupe pétrolière ou par distillation sous-vide de pétrole brut, les charges de type distillats telles que les gazole sous vide ou les huiles désasphaltées, des asphaltes issues de désasphaltage au solvant de résidus pétroliers, le charbon en suspension dans une fraction hydrocarbonée telle que par exemple du gazole obtenu par distillation sous vide de pétrole brut ou alors du distillat issu de la liquéfaction du charbon, seules ou en mélange.

Patentansprüche

1. Verfahren zur gründlichen Konversion einer schweren Kohlenwasserstoffcharge, umfassend die folgenden Schritte:

a) Hydrokonversion der Charge im Siedebett, in Anwesenheit von Wasserstoff, in einen Hydrokonversionsabschnitt, umfassend mindestens einen dreiphasigen Reaktor, der mindestens einen geträgerten Hydrokonversionskatalysator enthält,

b) atmosphärische Fraktionierung mindestens eines Teils des hydrokonvertierten flüssigen Abstroms aus dem Schritt a) in einen atmosphärischen Fraktionierungsabschnitt, um eine Fraktion zu erzeugen, die einen Benzinschnitt und einen Gasölschnitt, und einen atmosphärischen Rückstand umfasst,

c) Vakuumfraktionierung mindestens eines Teils des atmosphärischen Rückstands aus dem Schritt b) in einen Vakuumfraktionierungsabschnitt, um eine Vakuumgasölfraction zu erhalten, die Vakuumleichtdestillate (LVGO) und Vakuumschwerdestillate (HVGO), und eine nicht konvertierte Vakuumrückstandsfraktion umfasst,

d) Entasphaltierung mindestens eines Teils der nicht konvertierten Vakuumrückstandsfraktion aus dem Schritt c) in einen Entasphaltierungsabschnitt einzig mittels eines Paraffin-Lösungsmittels unter Bedingungen, die es gestatten, einen Kohlenwasserstoffschnitt verarmt an Asphaltene, der als entasphaltiertes Öl bezeichnet wird, und Rückstandsasphalt zu erhalten,

e) Flüssig-Flüssig-Extraktion an dem Kohlenwasserstoffschnitt verarmt an Asphaltene in einem Extraktionsabschnitt aromatischer Verbindungen mittels eines polaren Lösungsmittels unter Bedingungen, welche die Extraktion aromatischer Verbindungen gestatten, um einen Extrakt angereichert mit aromatischen Verbindungen und Harzen und ein Raffinat verarmt an aromatischen Verbindungen und Harzen zu erzeugen, wobei der Extrakt mindestens teilweise als aromatisches Verdünnungsmittel zum Eingang des Hydrokonversionsabschnitts geschickt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, umfassend:

- einen Schritt f1) des Hydrocrackens mindestens eines Teils des Raffinats aus dem Extraktionsschritt e) in einem Reaktor, umfassend mindestens einen Hydrocracking-Katalysator im Festbett, um eine Benzinfraktion, eine Gasölfraction (GO), Vakuumgasöl (VGO) und eine nicht konvertierte Ölfraction (UCO) zu erzeugen,

- und/oder einen Schritt f2) des katalytischen Crackens im Fließbett mindestens eines Teils des Raffinats aus dem Extraktionsschritt e) in einem Reaktor im Fließbett, um eine gasförmige Fraktion, eine Benzinfraktion, eine Gasölfraction und eine schwere Rückstandsfraktion, die als Aufschlammung bezeichnet wird, zu erzeugen.

3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei die nicht konvertierte Ölfraction aus dem Hydrocracken und/oder die schwere Rückstandsfraktion aus dem katalytischen Cracken zur Extraktion aromatischer Verbindungen geschickt werden.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Extrakt teilweise als Fließöl in Mischung mit dem Rückstandsasphalt verwendet wird, der durch den Entasphaltierungsschritt d) erzeugt wird, um einen flüssigen Brennstoff zu ergeben, oder um in eine Bitumen-Zusammensetzung eingebracht zu werden, oder um eine Verkokungseinheit zu speisen.

EP 3 260 520 B1

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, wobei das Raffinat, das von der Extraktionseinheit aromatischer Verbindungen erzeugt wird, zur Hydrocracking-Einheit und/oder zur katalytischen Cracking-Einheit gleichzeitig mit einer oder mehreren anderen Chargen geschickt wird, welche aus Vakuumgasöl aus direkter Destillation von Rohöl (Straight Run VGO) und Vakuumleichtdestillaten (LVGO) und Vakuumschwerdestillaten (HVGO) ausgewählt werden, die am Ausgang der Vakuumfraktionierung c) erhalten werden.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei mindestens ein Teil des Vakuumleichtdestillats (LVGO) oder des Vakuumschwerdestillats (HVGO) in den Extraktionsabschnitt aromatischer Verbindungen geschickt wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei ein Teil des atmosphärischen Rückstands direkt in den Entasphaltierungsabschnitt geschickt wird.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Hydrokonversionsschritt a) unter einem absoluten Druck zwischen 5 und 35 MPa, bei einer gewichteten mittleren Temperatur des Katalysatorbetts von 300 bis 600 °C, bei einer Volumengeschwindigkeit pro Stunde von 0,1 h⁻¹ bis 10 h⁻¹ und bei einem Verhältnis H₂/HC Wasserstoff zur Charge von 200 bis 1000 m³/m³ betrieben wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 8, wobei der Schritt f1) des Hydrocrackens bei einer mittleren Temperatur des Katalysatorbetts zwischen 300 und 550 °C, einem Druck zwischen 5 und 35 MPa, einer flüssigen Raumgeschwindigkeit zwischen 0,1 und 10 h⁻¹ betrieben wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 9, wobei der Schritt f2) des katalytischen Crackens im Fließbett im aufsteigenden Strom mit einer Temperatur am Ausgang des Reaktors zwischen 520 °C und 600 °C, einem Verhältnis C/O zwischen 6 und 14, und einer Verweilzeit zwischen 1 und 10 s, oder im absteigenden Strom mit einer Temperatur am Ausgang des Reaktors zwischen 580 °C und 630 °C, einem Verhältnis C/O zwischen 15 und 40, und einer Verweilzeit zwischen 0,1 und 1 s betrieben wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei der Entasphaltierungsschritt in einer Extraktionssäule durchgeführt wird, wobei das Lösungsmittel mindestens 50 Gew.-% Kohlenwasserstoffverbindungen mit zwischen 3 und 7 Kohlenstoffatomen umfasst, wobei die Temperatur am Kopf des Extraktors zwischen 50 und 250 °C beträgt, wobei die Temperatur am Boden des Extraktors zwischen 30 und 220 °C beträgt, wobei der Druck zwischen 2 und 10 MPa beträgt.
12. Verfahren nach Anspruch 11, wobei das Lösungsmittel Butan ist.
13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Flüssig-Flüssig-Extraktion durchgeführt wird mit Hilfe eines Lösungsmittels, das aus Furfural, N-Methyl-2-pyrrolidon (NMP), Sulfolan, Dimethylformamid (DMF), Dimethylsulfoxid (DMSO), Phenol oder einer Mischung dieser Lösungsmittel in gleichen oder unterschiedlichen Anteilen ausgewählt wird, mit einem Verhältnis Lösungsmittel / Charge von 0,5 / 1 bis 3 / 1, einer Temperatur zwischen der Umgebungstemperatur und 150 °C, einem Druck zwischen dem Atmosphärendruck und 2 MPa.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Charge ausgewählt wird aus schweren Kohlenwasserstoffchargen des Typs von atmosphärischen Rückständen oder von Vakuumrückständen, die erhalten werden zum Beispiel durch Direktdestillation eines Erdölschnitts oder durch Vakuumdestillation von Rohöl, Chargen des Typs von Destillaten, wie Vakuumgasöl oder entasphaltierten Ölen, Asphalten aus einer Entasphaltierung von Erdölrückständen mit einem Lösungsmittel, Kohle in Suspension in einer Kohlenwasserstofffraktion, wie zum Beispiel Gasöl, das durch Vakuumdestillation von Rohöl erhalten wird, oder auch einem Destillat aus der Verflüssigung von Kohle, allein oder in Mischung.

Claims

1. A process for deep conversion of a heavy hydrocarbon feed, comprising the following steps:
- ebullated bed hydroconversion of the feed, in the presence of hydrogen, in a hydroconversion section comprising at least one three-phase reactor containing at least one supported hydroconversion catalyst,
 - atmospheric fractionation of at least a portion of the hydroconverted liquid effluent obtained from step a) in

an atmospheric fractionation section in order to produce a fraction comprising a gasoline cut and a gas oil cut, and an atmospheric residue;

c) vacuum fractionation of at least a portion of the atmospheric residue obtained from step b) in a vacuum fractionation section in order to obtain a vacuum gas oil fraction comprising light vacuum distillates (LVGO) and heavy vacuum distillates (HVGO) and an unconverted vacuum residue fraction,

d) deasphalting at least a portion of the unconverted vacuum residue fraction obtained from step c) in a deasphalting section only by means of a paraffinic solvent under conditions for obtaining a hydrocarbon cut depleted in asphaltenes, termed deasphalted oil, and residual asphalt,

e) liquid/liquid extraction carried out on the hydrocarbon cut depleted in asphaltenes in a section for the extraction of aromatics by means of a polar solvent under conditions for extracting aromatics in order to produce an extract enriched in aromatics and resins and a raffinate depleted in aromatics and resins, at least a portion of the extract being sent to the inlet to the hydroconversion section as an aromatic diluent.

2. The process as claimed in claim 1, comprising:

- a step f1) for hydrocracking at least a portion of the raffinate obtained from the extraction step e) in a reactor comprising at least one fixed bed of hydrocracking catalyst in order to produce a gasoline fraction, a gas oil fraction (GO), vacuum gas oil (VGO) and an unconverted oil fraction (UCO),

- and/or a step f2) for fluidized bed catalytic cracking of at least a portion of the raffinate obtained from the extraction e) in a fluidized bed reactor in order to produce a gaseous fraction, a gasoline fraction, a gas oil fraction and a heavy residual fraction termed slurry.

3. The process as claimed in claim 2, in which the unconverted oil fraction obtained from hydrocracking and/or the heavy residual fraction obtained from catalytic cracking are sent to the aromatics extraction section.

4. The process as claimed in one of the preceding claims, in which a portion of the extract is used as a flux oil as a mixture with residual asphalt produced by the deasphalting step d) in order to provide a liquid fuel or to form part of the bitumen composition or to be supplied to a coking unit.

5. The process as claimed in one of claims 2 to 4, in which the raffinate produced by the aromatics extraction unit is sent to the hydrocracking unit and/or to the catalytic cracking unit together with one or more other feeds selected from straight run vacuum gas oil (straight run VGO) and light (LVGO) and heavy vacuum distillates (HVGO) obtained from the outlet from the vacuum fractionation c).

6. The process as claimed in one of the preceding claims, in which at least a portion of the light vacuum distillate (LVGO) or of the heavy vacuum distillate (HVGO) is sent to the aromatics extraction section.

7. The process as claimed in one of the preceding claims, in which a portion of the atmospheric residue is sent directly to the deasphalting section.

8. The process as claimed in one of the preceding claims, in which the hydroconversion step a) is operated at an absolute pressure in the range 5 to 35 MPa, at a weighted average catalytic bed temperature of 300°C to 600°C, at an hourly space velocity of 0.1 h⁻¹ to 10 h⁻¹ and at a ratio of hydrogen to feed H₂/HC of 200 to 1000 m³/m³.

9. The process as claimed in one of claims 2 to 8, in which the hydrocracking step f1) is operated at an average catalytic bed temperature in the range 300°C to 550°C, a pressure in the range 5 to 35 MPa, and a liquid space velocity in the range 0.1 to 10 h⁻¹.

10. The process as claimed in one of claims 2 to 9, in which the fluidized bed catalytic cracking step f2) is operated in upflow mode with a reactor outlet temperature in the range 520°C to 600°C, a C/O ratio in the range 6 to 14, and a dwell time in the range 1 to 10 s, or in downflow mode with a reactor outlet temperature in the range 580°C to 630°C, a C/O ratio in the range 15 to 40, and with a dwell time in the range 0.1 to 1 s.

11. The process as claimed in one of claims 1 to 10, in which the deasphalting step is carried out in an extraction column, the solvent comprising at least 50% by weight of hydrocarbon compounds containing 3 to 7 carbon atoms, the extractor head temperature being in the range 50°C to 250°C, the extractor bottom temperature being in the range 30°C to 220°C, and the pressure being in the range 2 to 10 MPa.

12. The process as claimed in claim 11, in which the solvent is butane.

5 13. The process as claimed in one of the preceding claims, in which the liquid/liquid extraction is carried out with the aid of a solvent selected from furfural, N-methyl-2-pyrrolidone (NMP), sulfolane, dimethylformamide (DMF), dimethylsulphoxide (DMSO), phenol, or a mixture of these solvents in equal or different proportions, with a solvent/feed ratio of 0.5/1 to 3/1, at a temperature in the range between ambient temperature and 150°C, and at a pressure in the range between atmospheric pressure and 2 MPa.

10 14. The process as claimed in one of the preceding claims, in which the feed is selected from heavy hydrocarbon feeds of the atmospheric residue or vacuum residue type obtained, for example, by straight run distillation of an oil cut or by vacuum distillation of crude oil, distillate type feeds such as vacuum gas oil or deasphalted oils, asphaltenes obtained by solvent deasphalting oil residues, coal in suspension in a hydrocarbon fraction such as gas oil obtained from vacuum distillation of crude oil, for example, or in fact the distillate obtained from coal liquefaction, alone or as a mixture.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Figure 1

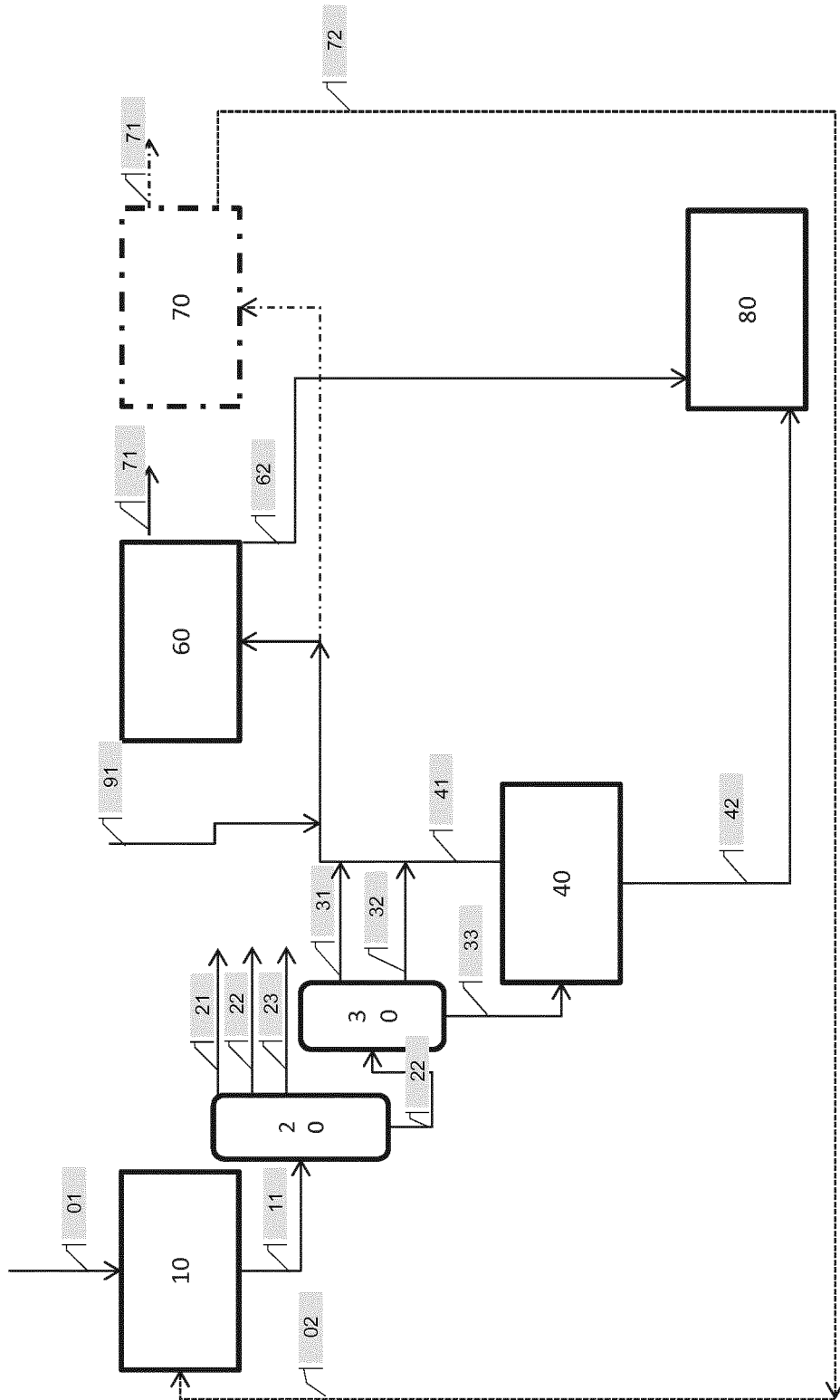
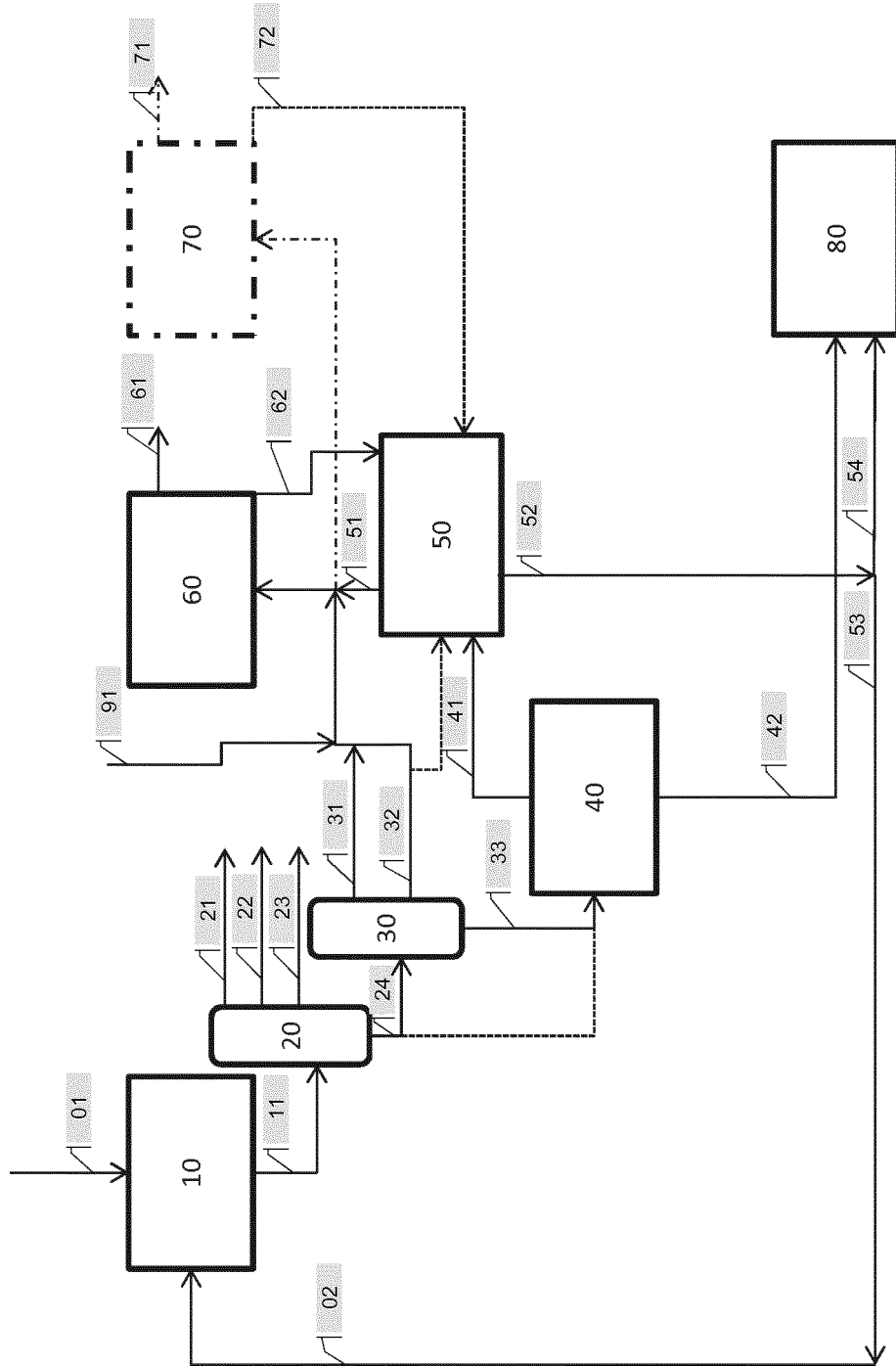


Figure 2



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

- US 5980730 A [0014]
- US 6017441 A [0014]
- FR 2969650 B1 [0015]
- FR 2984917 B1 [0016]
- US 20130026065 A1 [0017]
- FR 1462715 [0017]
- FR 3014897 [0017]

Littérature non-brevet citée dans la description

- **AVIDAN A. ; SHINNAR R.** Development of catalytic cracking technology: A lesson in chemical reactor design. *Ind.Eng.Chem.Res*, 1990, vol. 29, 931-942 [0109]