



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
31.01.2018 Bulletin 2018/05

(51) Int Cl.:
C10G 45/02 (2006.01) C10G 65/04 (2006.01)
C10G 65/16 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **17181791.9**

(22) Date de dépôt: **18.07.2017**

(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 MD

(71) Demandeur: **IFP Energies nouvelles**
92500 Rueil-Malmaison (FR)

(72) Inventeurs:
• **BAZER-BACHI, Frederic**
30340 SAINT PRIVAT DES VIEUX (FR)
• **PLAIS, Cecile**
69420 LES HAIES (FR)
• **WEISS, Wilfried**
38540 VALENCIN (FR)

(30) Priorité: **27.07.2016 FR 1657215**

(54) **PROCEDE D'HYDROTRAITEMENT UTILISANT DES REACTEURS DE GARDE PERMUTABLES AVEC INVERSION DU SENS D'ECOULEMENT ET MISE EN PARALLELE DES REACTEURS**

(57) L'invention concerne un procédé d'hydrotraitement catalytique d'une charge lourde hydrocarbonée, en présence d'hydrogène, comprenant une étape d'hydrodémétallation préalable au moyen d'au moins deux réacteurs permutable en lit fixe comprenant chacun au moins un lit catalytique, qui sont utilisés de façon cyclique selon les étapes suivantes:

a) une étape dans laquelle au moins deux réacteurs sont utilisés en série en écoulement descendant jusqu'à l'atteinte d'un seuil de perte de charge Dpi de valeur comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible DPmax,

b) une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle desdits au moins deux réacteurs jusqu'à l'atteinte de la perte de charge maximale admissible DPmax

c) une étape durant laquelle le premier réacteur est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le ou les réacteur(s) non encore colmaté(s) fonctionnent en écoulement descendant,

d) une étape durant laquelle lesdits au moins deux réacteurs sont utilisés en série, le réacteur dont le catalyseur a été régénéré au cours de l'étape précédente étant reconnecté et ladite étape étant poursuivie jusqu'à l'atteinte d'un seuil de perte de charge Dpi de valeur comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible DPmax,

e) une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle des deux réacteurs, jusqu'à l'atteinte de la perte de charge maximale admissible DPmax

f) une étape durant laquelle le deuxième réacteur est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré

et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le ou les réacteur(s) non encore colmaté(s) fonctionnent en écoulement descendant; lesdites étapes a), b), c), d), e), f) pouvant être répétées de manière cyclique dans cet ordre.

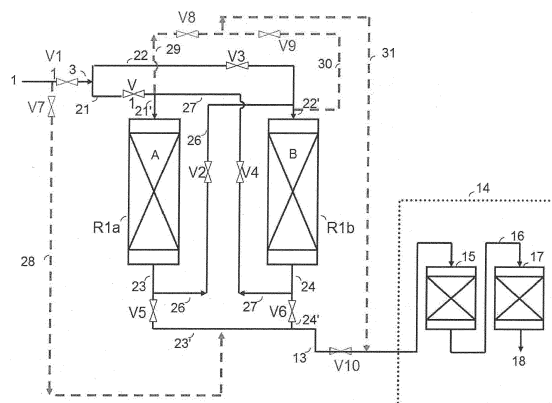


FIG.2

Description**Domaine technique**

5 **[0001]** L'invention concerne les procédés en lit fixe, et plus généralement les procédés d'hydrotraitement de charges lourdes hydrocarbonées, notamment de résidus ou toute hydrogénation de coupes pétrolières pouvant provoquer un colmatage du lit fixe.

Art antérieur

10 **[0002]** Un des problèmes posés par l'hydrotraitement catalytique en lit fixe de charges lourdes est le colmatage, surtout dans la partie supérieure du lit. Les lits catalytiques, plus particulièrement les parties supérieures du premier lit catalytique en contact avec la charge, sont susceptibles de se colmater assez rapidement à cause des asphaltènes et sédiments contenus dans la charge, ce qui s'exprime dans un premier temps par une augmentation de la perte de charge (DP) et

15 nécessite tôt ou tard un arrêt de l'unité pour le remplacement du catalyseur.

[0003] On est donc conduit à arrêter l'unité pour remplacer les premiers lits catalytiques désactivés et/ou colmatés. Les procédés d'hydrotraitement de ce type de charges doivent donc être conçus de façon à permettre un cycle d'opération le plus long possible sans arrêter l'unité.

[0004] L'homme du métier a cherché à pallier ces inconvénients des agencements en lits fixes de différentes manières, notamment en utilisant des lits de garde agencés en amont des réacteurs principaux. La principale tâche des lits de garde est de protéger les catalyseurs des réacteurs principaux d'hydrotraitement en aval en effectuant une partie de la

20 déméthallation et en filtrant les particules contenues dans la charge qui peuvent conduire au colmatage. Les lits de garde contiennent au moins du catalyseur d'hydrodéméthallation, éventuellement complétés par des éléments inertes et/ou de pré-lits (grading en anglais) et sont généralement intégrés dans la section d'hydrodéméthallation HDM dans un procédé

25 d'hydrotraitement de charges lourdes incluant généralement une première section d'hydrodéméthallation, puis une deuxième section d'hydrotraitement HDT. Bien que les lits de garde soient généralement utilisés pour effectuer une première hydrodéméthallation et une filtration, d'autres réactions d'hydrotraitement (hydrodésulfuration HDS, hydrodéazotation HDN...) auront inévitablement lieu dans ces réacteurs grâce à la présence d'hydrogène et d'un catalyseur.

[0005] La technologie dite PRS (Permutable Reactors System) est décrite dans les brevets FR2681871 et US5417846 de la Demanderesse. Le brevet FR2681871 décrit un procédé d'hydrotraitement en au moins deux étapes d'une

30 fraction lourde d'hydrocarbures contenant des asphaltènes, des impuretés soufrées et des impuretés métalliques dans lequel au cours de la première étape dite d'hydrodéméthallation on fait passer, dans des conditions d'hydrodéméthallation, la charge d'hydrocarbures et d'hydrogène sur un catalyseur d'hydrodéméthallation, puis au cours de la deuxième étape subséquente on fait passer, dans des conditions d'hydrodésulfuration, l'effluent de la première étape sur un catalyseur

35 d'hydrodésulfuration caractérisé en ce que l'étape d'hydrodéméthallation comprend une ou plusieurs zones d'hydrodéméthallation en lits fixes précédées d'au moins deux zones de garde d'hydrodéméthallation également en lits fixes, disposées en série pour être utilisées de façon cyclique consistant en la répétition successive des étapes b) et c) définies ci-après et en ce qu'il comprend les étapes suivantes : a) une étape, dans laquelle les zones de garde sont utilisées toutes

40 ensemble pendant une durée au plus égale au temps de désactivation et/ou de colmatage de l'une d'entre elles, b) une étape, durant laquelle la zone de garde désactivée et/ou colmatée est court-circuitée et le catalyseur qu'elle contient est régénère et/ou remplace par du catalyseur frais, et c) une étape, durant laquelle les zones de garde sont utilisées toutes ensemble la zone de garde dont le catalyseur a été régénère au cours de l'étape précédente étant reconnectée et ladite étape étant poursuivie pendant une durée au plus égale au temps de désactivation

[0006] Cette technologie permet un allongement de la durée de vie des catalyseurs présents dans les réacteurs en

45 aval par une permutation et un changement de catalyseur sans arrêter le procédé complètement. Ce principe a été amélioré par les brevets :

US2014001089, qui décrit un procédé d'hydrotraitement de charges lourdes d'hydrocarbures avec des réacteurs

50 permutable incluant au moins une étape de permutation progressive.

[0007] Et US2014027351 qui décrit un procédé d'hydrotraitement de charges lourdes d'hydrocarbures avec des réacteurs

55 permutable incluant au moins une étape de court-circuitage d'un lit catalytique.

[0008] Le brevet FR2992971 décrit un procédé d'hydrotraitement de charges lourdes en lit fixe catalytique avec inversion du sens d'écoulement des fluides faisant appel à au moins un réacteur à lit fixe co courant descendant d'une

phase gaz et d'une phase liquide dans lequel au cours du cycle de fonctionnement dudit procédé, le sens d'écoulement des fluides est inversé pour devenir ascendant, le seuil de perte de charge déclenchant l'inversion de flux est défini à

partir d'une valeur DP1 comprise entre DP1 et DP1+(0,5xDP2), DP1 étant définie comme étant la perte de charge en début de cycle et DP2 comme la perte de charge en fin de cycle égale à la perte de charge maximale admissible par

les équipements du procédé.

[0009] Ces systèmes restent pilotés par une augmentation de la perte de charge globale du lit. Quand la perte de charge augmente trop, il est nécessaire de décharger et recharger le réacteur. Il y a une vraie perte d'activité catalytique, car le catalyseur déchargé n'est pas complètement désactivé.

Objet de l'invention

[0010] L'invention constitue une amélioration des technologies existantes visant à l'allongement de la durée de cycle des réacteurs permutables de type PRS, via une utilisation optimale des flux disponibles et une meilleure utilisation du catalyseur présent dans les réacteurs.

[0011] A cet effet, une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle des réacteurs est insérée à chaque fois que l'un des deux réacteurs permutables commence à se colmater, donc lorsque la perte de charge atteint une valeur-seuil D_{pi} définie par l'homme du métier en fonction de la perte de charge maximale admissible DP_{max} dans les équipements.

Description de l'invention

Résumé de l'invention

[0012] L'invention concerne un procédé d'hydrotraitement catalytique d'une charge hydrocarbonée lourde, en présence d'hydrogène, comprenant une étape d'hydrodémétallation préalable au moyen d'au moins deux réacteurs permutables en lit fixe comprenant chacun au moins un lit catalytique, qui sont utilisés de façon cyclique selon les étapes suivantes:

a) une étape dans laquelle au moins deux réacteurs sont utilisés en série en écoulement descendant jusqu'à l'atteinte d'un seuil de perte de charge D_{pi} de valeur comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible DP_{max} ,

b) une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle desdits au moins deux réacteurs jusqu'à l'atteinte de la perte de charge maximale admissible DP_{max}

c) une étape durant laquelle le premier réacteur mis en contact avec la charge à l'étape a) est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le ou les réacteur(s) non encore colmaté(s) fonctionnent en écoulement descendant,

d) une étape durant laquelle lesdits au moins deux réacteurs sont utilisés en série, le réacteur dont le catalyseur a été régénéré au cours de l'étape précédente étant reconnecté et ladite étape étant poursuivie jusqu'à l'atteinte d'un seuil de perte de charge D_{pi} de valeur comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible DP_{max} ,

e) une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle des deux réacteurs, jusqu'à l'atteinte de la perte de charge maximale admissible DP_{max}

f) une étape durant laquelle le deuxième réacteur mis en contact avec la charge à l'étape a) est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le ou les réacteur(s) non encore colmaté(s) fonctionnent en écoulement descendant; lesdites étapes a), b), c), d), e), f) pouvant être répétées de manière cyclique dans cet ordre.

[0013] Dans un mode de réalisation, au moins un des réacteurs comprend n lits catalytiques et on fait sortir l'effluent dudit réacteur aux étapes b) et/ou e) par un soutirage latéral entre un lit catalytique i et un lit catalytique $i+1$, n étant un entier supérieur ou égal à 2, i étant un entier allant de 1 à n .

[0014] De préférence, ledit lit catalytique $i+1$ désigne le premier lit catalytique colmaté dans le sens de l'écoulement.

[0015] Lesdits au moins deux réacteurs permutables peuvent comporter tous au moins deux lits catalytiques.

[0016] De préférence, le seuil de perte de charge D_{pi} a une valeur comprise entre 30 et 60% de la perte de charge maximale admissible DP_{max} .

[0017] De manière très préférée, le seuil de perte de charge D_{pi} a une valeur comprise entre 35 et 50% de la perte de charge maximale admissible DP_{max} .

[0018] La charge hydrocarbonée lourde présente avantageusement une température initiale d'ébullition d'au moins 340°C et une température finale d'ébullition d'au moins 440°C.

[0019] La charge 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.

[0020] De préférence, la charge est choisie parmi les résidus atmosphériques ou les résidus sous vide, ou des mélanges de ces résidus.

[0021] Le procédé d'hydrotraitement selon l'invention est avantageusement mis en oeuvre à une température comprise entre 320°C et 430°C, sous une pression partielle en hydrogène comprise entre 3 MPa et 30 MPa, à une vitesse spatiale (VVH) comprise entre 0,05 et 5 volume de charge par volume de catalyseur et par heure, et avec un rapport hydrogène gazeux sur charge liquide d'hydrocarbures compris entre 200 et 5000 normaux mètres cubes par mètres cubes.

[0022] L'étape d'hydrodémétallation préalable peut être mise en oeuvre en présence d'un catalyseur d'hydrodémétallation comprenant au moins un métal du groupe VIII, et/ou au moins un métal du groupe VIB, sur un support utilisé 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, de préférence à une vitesse spatiale VVH de chaque réacteur permutable en fonctionnement comprise entre 0,5 et 4 volume de charge par volume de catalyseur et par heure, de manière très préférée à une vitesse spatiale VVH de chaque réacteur permutable en fonctionnement comprise entre 1 et 2 volume de charge par volume de catalyseur et par heure.

[0023] De manière générale, la perte de charge maximale admissible DPmax est comprise entre 0,3 et 1 MPa, de préférence comprise entre 0,5 et 0,8 MPa.

Liste des figures

[0024]

Figure 1 : Dispositif de réacteurs permutables PRS selon l'art antérieur (FR2681871)

Figure 2 : Dispositif de réacteurs selon l'invention

Figure 3 : Dispositif de réacteurs selon un mode de réalisation avec court-circuitage d'un lit catalytique selon l'invention.

Figure 4 : Evolution de la perte de charge dans chaque réacteur permutable PRS selon la séquence de FR2681871

Figure 5 : Evolution de la perte de charge dans chaque réacteur permutable PRS selon la séquence selon l'invention

Description détaillée de l'invention

[0025] La présente invention propose une amélioration des technologies existantes visant à l'allongement de la durée de cycle des réacteurs PRS.

[0026] L'amélioration proposée s'adresse aux unités neuves comme aux unités existantes moyennant quelques modifications (lignes, vannes, internes de réacteurs, distributeur down flow et up flow, etc.). La présente invention consiste à inverser le sens d'écoulement au cours du cycle de fonctionnement du système des réacteurs permutables PRS. Lorsqu'un réacteur commence à se colmater, donc lorsque la perte de charge commence à augmenter et atteint une valeur seuil Dpi définie par l'homme du métier en fonction de la perte de charge maximale admissible dans les réacteurs (DPmax), la charge est injectée simultanément dans les deux réacteurs permutables mis en parallèle, de manière à colmater d'abord la couche supérieure, puis la couche inférieure du lit catalytique, ce qui se traduit par un colmatage plus homogène, et donne une augmentation de la perte de charge plus lente, conduisant ainsi à une augmentation de la durée de cycle.

[0027] Plus particulièrement, la présente invention concerne un procédé d'hydrotraitement d'une fraction lourde d'hydrocarbures contenant généralement des asphaltènes, des sédiments, des impuretés soufrées, azotées et métalliques, dans lequel on fait passer au préalable, dans des conditions d'hydrotraitement, la charge d'hydrocarbures et d'hydrogène sur un catalyseur d'hydrotraitement, dans au moins deux réacteurs permutables en lit fixe contenant chacun au moins un lit catalytique,

[0028] On a maintenant découvert de façon surprenante qu'il est possible d'augmenter la durée d'utilisation des réacteurs permutables avant que le remplacement du catalyseur contenu dans les réacteurs permutables ne devienne nécessaire. La présente invention améliore ainsi les performances des réacteurs permutables telles que décrit par la demanderesse dans le brevet FR2681871, en intégrant, après les étapes au cours desquelles la charge traverse successivement tous les réacteurs, des étapes supplémentaires, dans lesquelles le sens d'écoulement est inversé et les deux réacteurs mis en parallèle. Ainsi, pendant ces étapes supplémentaires, la charge est simultanément introduite sur deux réacteurs. Cette inversion du sens du flux permet de retarder la montée de la perte de charge du premier réacteur mis en contact avec la charge et allonge ainsi sa durée de vie.

L'introduction d'une partie de la charge sur le deuxième réacteur alors qu'une autre partie de la charge continue à

traverser le premier réacteur mis en contact avec la charge permet également de "soulager" le premier réacteur et aussi d'utiliser de manière optimale tout le catalyseur présent dans le réacteur.

[0029] Le principal avantage de ce séquençage est non seulement une meilleure utilisation du catalyseur présent dans chaque réacteur, mais également une meilleure répartition des flux liquides, les deux réacteurs ne s'étant pas forcément colmatés dans les mêmes proportions (du fait du fonctionnement préalable en série, la quantité de colmatant chargé dans chacun des réacteurs est significativement différente). Par ailleurs, les problèmes de fluidisation éventuels liés au changement de sens sont limités, car le flux de fluides est divisé par deux (ce qui justifie d'autant plus de passer en écoulement parallèle), ce qui limite la nécessité d'un recours à des équipements supplémentaires de type grilles pour contenir l'expansion du lit liée à la fluidisation.

[0030] Le chargement / déchargement de chacun de ces réacteurs se fait sur augmentation de la perte de charge DP uniquement, lorsqu'un des réacteurs est totalement colmaté, la phase active du catalyseur en aval étant utilisée au mieux. Les réacteurs en aval des réacteurs permutables PRS auront une durée de vie augmentée et une meilleure utilisation de la charge catalytique.

Caractéristiques de l'invention

[0031] Les réacteurs permutables utilisés comme zones de garde), notamment la première zone de garde mise en contact avec la charge, se chargent progressivement en métaux, coke, sédiments et autres impuretés diverses. Lorsque le catalyseur ou les catalyseurs qu'ils contiennent ou le ou les espace(s) inter-grains de catalyseur est/sont pratiquement saturé(s) en métaux et impuretés diverses, les réacteurs doivent être déconnectés pour effectuer le remplacement ou la régénération de catalyseur(s). De préférence, les catalyseurs sont remplacés. Ce moment est appelé temps de désactivation et/ou de colmatage. Bien que le temps de désactivation et/ou de colmatage varie en fonction de la charge, des conditions opératoires et du ou des catalyseurs utilisés, il s'exprime d'une manière générale par une chute de la performance catalytique (une augmentation de la concentration de métaux et/ou d'autres impuretés dans l'effluent), une augmentation de la température nécessaire pour le maintien d'un hydrotraitement constant ou, dans le cas spécifique d'un colmatage, par une augmentation significative de la perte de charge. La perte de charge DP, exprimant un degré de colmatage, est mesurée en permanence durant tout le cycle sur chacun des réacteurs et peut se définir par une augmentation de pression résultant du passage partiellement bloqué à travers le réacteur.

[0032] Afin de définir un temps de désactivation et/ou de colmatage, l'homme du métier définit au préalable une valeur maximale tolérable de la perte de charge DP max (désignée dans la suite du texte comme étant la perte de charge maximale admissible) en fonction de la charge à traiter, des conditions opératoires et catalyseurs choisis, et à partir de laquelle il faut procéder à la déconnection du réacteur permutable

[0033] Le temps de désactivation et/ou de colmatage se définit ainsi comme le temps où la valeur limite de la perte de charge DPmax est atteinte. La perte de charge maximale admissible DPmax est en règle générale confirmée lors de la première mise en service des réacteurs. Dans le cas d'un procédé d'hydrotraitement de fractions lourdes, la valeur limite de la perte de charge ou perte de charge maximale admissible DPmax se situe généralement entre 0,3 et 1 MPa (3 et 10 bars), de préférence entre 0,5 et 0,8 MPa (5 et 8 bars).

[0034] Le procédé selon l'invention est un procédé d'hydrotraitement catalytique d'une fraction lourde d'hydrocarbures contenant généralement des asphaltènes, des sédiments, des impuretés soufrées, azotées et métalliques, en présence d'hydrogène, comprenant une étape d'hydrodémétallation préalable au moyen d'une zone de garde comprenant au moins deux réacteurs permutables en lit fixe comprenant chacun au moins un lit fixe catalytique, qui sont utilisés de façon cyclique selon les étapes suivantes :

a) une étape dans laquelle au moins deux réacteurs sont utilisés en série en écoulement descendant jusqu'à l'atteinte d'un seuil de perte de charge DPi dont la valeur est comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible,

b) une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle desdits au moins deux réacteurs pendant une durée au plus égale au temps de colmatage du premier réacteur mis en contact avec la charge, jusqu'à l'atteinte de la perte de charge maximale admissible DPmax.

c) une étape durant laquelle ledit premier réacteur colmaté est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le ou les réacteur(s) non encore colmaté(s) fonctionnent en écoulement descendant,

d) une étape durant laquelle lesdits au moins deux réacteurs sont utilisés en série, le réacteur dont le catalyseur a été régénéré au cours de l'étape précédente étant reconnecté et ladite étape étant poursuivie pendant une durée au plus égale à une fraction du temps de colmatage du deuxième réacteur mis en contact avec la charge, correspondant à l'atteinte d'un seuil de perte de charge DPi dont la valeur est comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible DPmax,

e) une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle des deux réacteurs, pendant une durée

au plus égale au temps de colmatage du deuxième réacteur mis en contact avec la charge jusqu'à l'atteinte de la perte de charge maximale admissible DP_{max}

f) une étape durant laquelle ledit deuxième réacteur colmaté est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le ou les réacteur(s) non encore colmaté(s) fonctionnent en écoulement descendant ; lesdites étapes a), b), c), d), e), f) pouvant être répétées de manière cyclique dans cet ordre.

[0035] Lors du passage en courant ascendant, lors des étapes b) et e) (Up flow), les deux réacteurs sont en parallèle, le flux est divisé. Dans tous les autres cas (réacteurs en série : étapes a) et d) ou réacteur unique dans le cas d'une intervention sur le deuxième réacteur : étapes c) et f)), le sens d'écoulement est en courant descendant (down flow).

[0036] Selon la configuration initiale (débit de charge, nature de la charge...), le passage en courant ascendant (Up flow) peut impliquer d'une part l'ajout d'internes de distribution diphasique en bas de chaque réacteur et l'ajout d'internes de type grilles en haut de réacteur pour prévenir une éventuelle expansion du lit.

Charges

[0037] La charge traitée dans le procédé d'hydrotraitement 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 500°C, et encore plus préférentiellement encore d'au moins 600°C.

[0038] 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.

[0039] 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, de préférence d'au moins 0,5% en poids, préférentiellement d'au moins 1% en poids, plus préférentiellement d'au moins 2% en poids.

[0040] La charge hydrocarbonée traitée dans le procédé peut contenir entre autres des impuretés métalliques, notamment du nickel et du vanadium. La somme des teneurs en nickel et vanadium est généralement d'au moins 10 ppm, de préférence d'au moins 50 ppm, préférentiellement d'au moins 100 ppm.

[0041] 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 coupe légère (LCO ou « light cycle oil » selon la terminologie anglo-saxonne), une 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 tel la cokéfaction ou la viscoréduction.

[0042] La co-charge peut aussi avantageusement être une 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.

Conditions opératoires

[0043] Le procédé d'hydrotraitement selon l'invention, et plus particulièrement l'étape d'hydrodémétallation préalable du procédé selon l'invention, peut avantageusement être mise en oeuvre à une température comprise entre 320°C et 430°C, de préférence 350°C à 410°C, sous une pression partielle en hydrogène avantageusement comprise entre 3 MPa et 30 MPa, de préférence entre 10 et 20 MPa, à une vitesse spatiale (VVH) avantageusement comprise entre 0,05 et 5 volume de charge par volume de catalyseur et par heure, et avec un rapport hydrogène gazeux sur charge liquide d'hydrocarbures avantageusement compris entre 200 et 5000 normaux mètres cubes par mètres cubes, de préférence 500 à 1500 normaux mètres cubes par mètres cubes.

[0044] Dans l'étape d'hydrodémétallation préalable, la valeur de la VVH de chaque réacteur permutable en fonction-

nement est de préférence comprise entre 0,5 et 4 volume de catalyseur par volume de charge et par heure, et le plus souvent comprise entre 1 et 2 volume de catalyseur par volume de charge et par heure. La valeur de VVH globale des réacteurs permutables et celle de chaque réacteur est choisie par l'homme du métier de manière à réaliser le maximum d'hydrodémétallation (HDM) tout en contrôlant la température de réaction (limitation de l'exothermicité).

[0045] Les catalyseurs utilisés dans le procédé d'hydrotraitement selon l'invention, et notamment dans les réacteurs permutables de garde, sont de préférence des catalyseurs d'hydrotraitement connus et sont généralement des catalyseurs granulaires comprenant, sur un support, au moins un métal ou composé de métal ayant une fonction hydrodés-hydrogénante. Ces catalyseurs sont avantageusement des catalyseurs comprenant au moins un métal du groupe VIII, choisi généralement dans le groupe formé par le nickel et/ou le cobalt, et/ou au moins un métal du groupe VIB, de préférence du molybdène et/ou du tungstène. Le support utilisé est généralement 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.

[0046] 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 permettant de transformer, au moins en partie, les espèces métalliques en sulfure avant leur mise en contact avec la charge à traiter. Ce traitement d'activation par sulfuration est bien connu de l'Homme du métier et peut être effectué par toute méthode déjà décrite dans la littérature soit in-situ, c'est-à-dire dans le réacteur, soit ex-situ.

[0047] Le système de zones de garde permutables avec inversion du sens de l'écoulement et mise en parallèle des réacteurs permutables permettant d'effectuer une hydrodémétallation préalable de la charge précède avantageusement une section d'hydrotraitement de charges hydrocarbonées lourdes en lit fixe ou lit bouillonnant.

De préférence, il précède une section d'hydrotraitement comprenant au moins une unité d'hydrodémétallation et au moins une unité d'hydrodésulfuration. Les réacteurs permutables sont de préférence intégrés en amont de l'unité d'hydrodémétallation, les réacteurs permutables étant utilisés comme lits de gardes.

[0048] Le procédé d'hydrotraitement selon l'invention permet avantageusement d'effectuer 50 % et plus d'hydrodémétallation de la charge à la sortie des réacteurs permutables, et de manière plus préférée de 50 à 95 % d'hydrodémétallation), grâce à la vitesse volumique horaire VVH choisie et l'efficacité du catalyseur d'hydrodémétallation HDM.

[0049] Dans le cas représenté sur la figure 1, la charge 1 arrive dans le ou les réacteurs permutables de garde par la conduite 1 et ressort de ce ou ces réacteurs par la conduite 13. La charge sortant du ou des réacteur(s) de garde arrive par la conduite 13 dans la section d'hydrotraitement 14 et plus précisément dans l'unité d'hydrodémétallation HDM 15 comprenant un ou plusieurs réacteurs. L'effluent de l'unité d'hydrodémétallation HDM 15 est soutiré par la conduite 16, puis envoyé dans l'unité d'hydrotraitement HDT 17 comprenant un ou plusieurs réacteurs. L'effluent final est soutiré par la conduite 18.

Modes de réalisation

[0050] Il est possible de mettre plusieurs réacteurs permutables en amont, leur nombre étant strictement supérieur à 2, avec changement de sens sur deux ou plus d'entre eux.

[0051] Selon un mode de réalisation, illustré par la figure 3, au moins un des réacteurs permutables comprend au moins deux lits catalytiques. Dans cette configuration, il peut être avantageux de court-circuiter la couche supérieure, ayant subi la plus grande part du colmatage, pendant les étapes en courant ascendant. Le court-circuitage d'un lit colmaté peut être effectué de manière externe par un soutirage latéral et une ligne de court-circuit, comprenant une vanne. Il est ainsi possible pour les étapes b) et/ou e) de « court-circuiter » les lits catalytiques déjà colmatés, et de faire sortir l'effluent de ce réacteur par une conduite située entre les lits catalytiques dans le cas de deux lits catalytiques ou entre un lit i et un lit $i+1$ dans le cas où le réacteur comprend n lits catalytiques, i étant un entier allant de 1 à n . De manière avantageuse, $i+1$ désigne le premier lit colmaté dans le sens de l'écoulement, l'effluent réactionnel sort donc du réacteur juste avant que le flux n'ait rencontré la zone colmatée. Ce mode de réalisation permet une utilisation optimale du volume catalytique global, puisque le flux ne traverse pas la partie déjà colmatée du réacteur.

[0052] Dans une variante préférée de ce mode de réalisation, tous les réacteurs permutables comprennent au moins deux lits catalytiques. Dans cette configuration, il est possible à la fois pour les étapes b) et e) de faire sortir l'effluent du réacteur en voie de colmatage par une conduite située entre les lits catalytiques dans le cas de deux lits catalytiques ou entre un lit i et un lit $i+1$ dans le cas où le réacteur comprend n lits catalytiques, i étant un entier allant de 1 à n .

[0053] Dans une variante encore plus préférée, la zone de garde comprend deux réacteurs permutables comprenant chacun deux lits catalytiques. Dans cette configuration, il est possible à la fois pour les étapes b) et e) de faire sortir l'effluent du réacteur en voie de colmatage par un soutirage latéral entre les deux lits catalytiques, juste avant la zone catalytique déjà colmatée.

Description des figures

[0054] **Figure 1** : Système de réacteurs permutables selon l'art antérieur

EP 3 275 975 A1

Le fonctionnement des réacteurs permutables selon FR2681871 est décrit dans la figure 1 comportant deux zones de garde (ou réacteurs permutables) R1a et R1 b. Ce procédé comprend une série de cycles comportant chacun quatre étapes successives :

- une première étape (dénommée par la suite "étape a") au cours de laquelle la charge traverse successivement le réacteur R1 a, puis le réacteur R1b,
- une deuxième étape (dénommée par la suite "étape b") au cours de laquelle la charge traverse uniquement le réacteur R1b, le réacteur R1a étant court-circuité pour régénération et/ou remplacement du catalyseur,
- une troisième étape (dénommée par la suite "étape c") au cours de laquelle la charge traverse successivement le réacteur R1b, puis le réacteur R1a,
- une quatrième étape (dénommée par la suite "étape d") au cours de laquelle la charge traverse uniquement le réacteur R1a, le réacteur R1b étant court-circuité pour régénération et/ou remplacement du catalyseur.

Au cours de l'étape a) du procédé, la charge est introduite par la ligne 3 et la ligne 21 comportant une vanne V1 ouverte vers la ligne 21' et le réacteur de garde R1a renfermant un lit fixe A de catalyseur. Durant cette période les vannes V3, V4 et V5 sont fermées. L'effluent du réacteur R1a est envoyé par la conduite 23, la conduite 26 comportant une vanne V2 ouverte et la conduite 22' dans le réacteur de garde R1 b renfermant un lit fixe B de catalyseur. L'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 24 et 24' comportant une vanne V6 ouverte et la conduite 13 a la section d'hydrotraitement principale 14. Au cours de l'étape b) du procédé les vannes V1, V2, V4 et V5 sont fermées et la charge est introduite par la ligne 3 et la ligne 22 comportant une vanne V3 ouverte vers la ligne 22' et le réacteur R1 b. Durant cette période l'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 24 et 24' comportant une vanne V6 ouverte et la conduite 13 a la section d'hydrotraitement principale 14. Au cours de l'étape c) les vannes V1, V2 et V6 sont fermées et les vannes V3, V4 et V5 sont ouvertes. La charge est introduite par la ligne 3 et les lignes 22 et 22' vers le réacteur R1 b. L'effluent du réacteur R1 b est envoyé par la conduite 24, la conduite 27 comportant une vanne V4 ouverte et la conduite 21' dans le réacteur de garde R1 a. L'effluent du réacteur R1a est envoyé par les conduites 23 et 23' comportant une vanne V5 ouverte et la conduite 13 a la section d'hydrotraitement principale 14. Au cours d'étape d) les vannes V2, V3, V4 et V6 sont fermées et les vannes V1 et V5 sont ouvertes. La charge est introduite par la ligne 3 et les lignes 21 et 21' vers le réacteur R1 a. Durant cette période l'effluent du réacteur R1 a est envoyé par les conduites 23 et 23' comportant une vanne V5 ouverte et la conduite 13 a la section d'hydrotraitement principale 14. Le cycle recommence ensuite de nouveau. Les opérations sur les vannes de l'unité 30 permettant le fonctionnement des réacteurs permutables selon FR2681871 sont reportées au tableau 1.

Tableau 1 : Opérations sur les vannes autour des réacteurs permutables selon FR2681871

Étape	Cycle	Intervention	V1	V2	V3	V4	V5	V6
a	R1A + R1B	-	O*	O	F**	F	F	O
b	R1B	R1A	F	F	O	F	F	O
c	R1B + R1A	-	F	F	O	O	O	F
d	R1A	R1B	O	F	F	F	O	F
a	R1A + R1B	-	O	O	F	F	F	O
*O = ouvert, **F = fermé								

Figure 2 : Système selon l'invention

Le fonctionnement du système de réacteurs permutables selon l'invention est décrit à titre non limitatif dans la figure 2 comportant deux zones de garde (ou réacteurs permutables) R1a et R1 b. Ce procédé comprend une série de cycles comportant chacun six étapes successives :

- une première étape (dénommée par la suite "étape a") au cours de laquelle la charge traverse successivement le réacteur R1 a, puis le réacteur R1 b, placés en série, l'écoulement est descendant ; jusqu'à atteindre une perte de charge comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible par les équipements DPmax, de préférence entre 30 et 60% de DPmax, de manière encore plus préférée entre 35 et 50% de DPmax ;

EP 3 275 975 A1

- une deuxième étape (dénommée par la suite "étape b") d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle des réacteurs R1a et R1b pendant une durée au plus égale au temps de colmatage de R1a, déterminée par l'atteinte de la perte de charge maximale admissible par les réacteurs, la charge traverse alors de manière simultanée le réacteur R1 b et le réacteur R1 a, l'écoulement est ascendant,
- une troisième étape (dénommée par la suite "étape c ») durant laquelle ledit (premier) réacteur colmaté R1a est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le réacteur non encore colmaté R1b fonctionne, la charge traverse uniquement le réacteur R1B de manière descendante.
- une quatrième étape (dénommée par la suite "étape d") au cours de laquelle le premier réacteur R1A est remis en fonctionnement, R1B et R1A fonctionnent en série en écoulement descendant
- une cinquième étape (dénommée par la suite "étape e ») au cours de laquelle on inverse le sens d'écoulement, R1A et R1B fonctionnent en parallèle en courant ascendant
- une sixième étape (dénommée par la suite "étape f ») durant laquelle ledit (deuxième) réacteur colmaté R1B est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le réacteur non encore colmaté R1A fonctionne, la charge traverse uniquement le réacteur R1A de manière descendante, le réacteur R1B étant court-circuité pour régénération et/ou remplacement du catalyseur

Un nouveau cycle peut commencer, de nouveau par l'étape a) : On remet R1B en fonctionnement, R1A et R1B fonctionnent en série en écoulement descendant.

Dans le procédé selon l'invention, illustré par la figure 2, au cours de l'étape a) du procédé, la charge 1 est introduite par la ligne 3 et la ligne 21 comportant une vanne V1 ouverte vers la ligne 21' et le réacteur de garde R1a renfermant un lit fixe A de catalyseur. Durant cette période les vannes V3, V4 et V5, V8 et V9 sont fermées. L'effluent du réacteur R1a est envoyé par la conduite 23, la conduite 26 comportant une vanne V2 ouverte et la conduite 22' dans le réacteur de garde R1 b renfermant un lit fixe B de catalyseur. L'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 24 et 24' comportant une vanne V6 ouverte et par la conduite 13 comprenant une vanne V10 ouverte vers la section d'hydrotraitement principale 14. L'écoulement se fait en flux descendant.

Au cours de l'étape b) du procédé, le sens d'écoulement est inversé pour passer en flux ascendant, les vannes V1, V2, V3 et V4 ainsi que V10 et V11 sont fermées et la charge est introduite simultanément en courant ascendant :

- par la ligne 3 et la ligne 28 comportant une vanne V7 ouverte et la ligne 23' comportant une vanne ouverte V5 vers la ligne 23 et le réacteur R1 A
- par la ligne 3 et la ligne 28 comportant une vanne V7 ouverte et la ligne 24' comportant une vanne ouverte V6 vers la ligne 24 et le réacteur R1 B.

Durant cette période l'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 22' et 30 comportant une vanne V9 ouverte et la conduite 31 vers la section d'hydrotraitement principale 14. L'effluent du réacteur R1 a est envoyé par les conduites 22' et 30 comportant une vanne V8 ouverte et la conduite 31 vers la section d'hydrotraitement principale 14.

Au cours de l'étape c) les vannes V1, V2, V4, V5, V7, V8, V9 sont fermées et les vannes V3, V6, V10, et V11 sont ouvertes. La charge est introduite par la ligne 3 et les lignes 22 et 22' vers le réacteur R1 b. L'effluent du réacteur R1b est envoyé par les conduites 24 et 24' comportant une vanne V6 ouverte et la conduite 13 comprenant une vanne V10 ouverte vers la section d'hydrotraitement principale 14.

Le réacteur R1a colmaté est ainsi court-circuité afin de permettre l'intervention sur le réacteur R1a pour le remplacement/rechargement du catalyseur.

Au cours de l'étape d) les vannes V1, V2, V6, V7, V8, V9 sont fermées et les vannes V3, V4, V5, V10 et V11 sont ouvertes. La charge est introduite par la ligne 3 et les lignes 22 et 22' vers le réacteur R1 b, les vannes V3 et V11 étant ouvertes. Durant cette période l'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 24 et 27' comportant une vanne V4 ouverte et la conduite 21' au réacteur R1a. L'effluent du réacteur R1a est envoyé via une ligne 23 comportant une vanne V5 ouverte et une vanne V10 ouverte vers la section d'hydrotraitement principale 14. L'écoulement se fait de manière descendante dans les réacteurs R1b et R1a placés en série.

Au cours de l'étape e), le sens d'écoulement est inversé pour passer en flux ascendant, les vannes V1, V2, V3 et V4 ainsi que V10 et V11 sont fermées et la charge est introduite simultanément en courant ascendant :

- par la ligne 3 et la ligne 28 comportant une vanne V7 ouverte et la ligne 23' comportant une vanne ouverte V5 vers

EP 3 275 975 A1

la ligne 23 et le réacteur R1 a.

- par la ligne 3 et la ligne 28 comportant une vanne V7 ouverte et la ligne 24' comportant une vanne ouverte V6 vers la ligne 24 et le réacteur R1 b.

Durant cette période l'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 22' et 30 comportant une vanne V9 ouverte et la conduite 31 vers la section d'hydrotraitement principale 14. L'effluent du réacteur R1 a est envoyé par les conduites 22' et 30 comportant une vanne V8 ouverte et la conduite 31 vers la section d'hydrotraitement principale 14.

Au cours de l'étape f), les vannes V2, V3, V4, V6, V7, V8, V9 sont fermées et les vannes V1, V5, V10, et V11 sont ouvertes. La charge est introduite par la ligne 3 et les lignes 21 et 21' vers le réacteur R1 a. L'effluent du réacteur R1a est envoyé par les conduites 23 et 23' comportant une vanne V5 ouverte et la conduite 13 comprenant une vanne V10 ouverte vers la section d'hydrotraitement principale 14. Le réacteur R1b colmaté est ainsi court-circuité afin de permettre l'intervention sur le réacteur R1b pour le remplacement/rechargement du catalyseur.

Le cycle recommence ensuite de nouveau. Les opérations sur les vannes de l'unité permettant le fonctionnement des réacteurs permutables selon l'invention sont reportées au tableau 2.

Tableau 2 : Opérations sur les vannes autour des réacteurs permutables selon invention

Étape Cycle	Sens de circulation	Intervention	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11
a R1A + R1B	Descendant	-	O*	O	F**	F	F	O	F	F	F	O	O
b R1A + R1B	Ascendant	-	F	F	F	F	O	O	O	O	O	F	F
c R1B	Descendant	R1A	F	F	O	F	F	O	F	F	F	O	O
d R1B + R1A	Descendant	-	F	F	O	O	O	F	F	F	F	O	O
e R1A + R1B	Ascendant	-	F	F	F	F	O	O	O	O	O	F	F
f R1A	Descendant	R1B	O	F	F	F	Q	F	F	F	F	O	O
a R1A + R1B	Descendant	-	O	O	F	F	F	O	F	F	F	O	O

* O = ouvert, **F = fermé

Figure 3 : Mode de réalisation avec court-circuitage

[0055] Dans ce mode de réalisation, la figure 3 illustre un court-circuitage du lit catalytique déjà colmaté au cours des étapes b) et e).

[0056] Au cours de l'étape a) du procédé, la charge 1 est introduite par la ligne 3 et la ligne 21 comportant une vanne V1 ouverte vers la ligne 21' et le réacteur de garde R1a renfermant un lit fixe A de catalyseur. Durant cette période les vannes V3, V4 et V5, V8, V9, V12, V13 sont fermées. L'effluent du réacteur R1a est envoyé par la conduite 23, la conduite 26 comportant une vanne V2 ouverte et la conduite 22' dans le réacteur de garde R1 b renfermant un lit fixe B de catalyseur. L'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 24 et 24' comportant une vanne V6 ouverte et par la conduite 13 comprenant une vanne V10 ouverte vers la section d'hydrotraitement principale 14. L'écoulement se fait en flux descendant.

[0057] Au cours de l'étape b) du procédé, le sens d'écoulement est inversé pour passer en flux ascendant, les vannes V1, V2, V3 et V4 ainsi que V10, V11, et V13 sont fermées et la charge est introduite simultanément en courant ascendant :

- par la ligne 3 et la ligne 28 comportant une vanne V7 ouverte et la ligne 23' comportant une vanne ouverte V5 vers la ligne 23 et le réacteur R1 A
- par la ligne 3 et la ligne 28 comportant une vanne V7 ouverte et la ligne 24' comportant une vanne ouverte V6 vers la ligne 24 et le réacteur R1 B.

[0058] Durant cette période, l'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 22' et 30 comportant une vanne V9 ouverte et la conduite 31 vers la section d'hydrotraitement principale 14.

[0059] L'effluent du réacteur R1 a est envoyé par les conduites 32 et 30 comportant une vanne V12 ouverte et la conduite 31 vers la section d'hydrotraitement principale 14. La vanne V8 est fermée. Le lit catalytique déjà colmaté est ainsi court-circuité.

[0060] Au cours de l'étape c) les vannes V1, V2, V4, V5, V7, V8, V9, V12, V13 sont fermées et les vannes V3, V6, V10, et V11 sont ouvertes. La charge est introduite par la ligne 3 et les lignes 22 et 22' vers le réacteur R1 b. L'effluent

EP 3 275 975 A1

du réacteur R1b est envoyé par les conduites 24 et 24' comportant une vanne V6 ouverte et la conduite 13 comprenant une vanne V10 ouverte vers la section d'hydrotraitement principale 14. Le réacteur R1a colmaté est ainsi court-circuité afin de permettre l'intervention sur le réacteur R1a pour le remplacement/rechargement du catalyseur.

[0061] Au cours de l'étape d) les vannes V1, V2, V6, V7, V8, V9, V12, V13 sont fermées et les vannes V3, V4, V5, V10 et V11 sont ouvertes. La charge est introduite par la ligne 3 et les lignes 22 et 22' vers le réacteur R1 b, les vannes V3 et V11 étant ouvertes. Durant cette période l'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 24 et 27' comportant une vanne V4 ouverte et la conduite 21' au réacteur R1a. L'effluent du réacteur R1a est envoyé via une ligne 23 comportant une vanne V5 ouverte et une vanne V10 ouverte vers la section d'hydrotraitement principale 14. L'écoulement se fait de manière descendante dans les réacteurs R1b et R1a placés en série.

[0062] Au cours de l'étape e), le sens d'écoulement est inversé pour passer en flux ascendant, les vannes V1, V2, V3 et V4 ainsi que V10, V11 et V12 sont fermées et la charge est introduite simultanément en courant ascendant :

- par la ligne 3 et la ligne 28 comportant une vanne V7 ouverte et la ligne 23' comportant une vanne ouverte V5 vers la ligne 23 et le réacteur R1 a.

- par la ligne 3 et la ligne 28 comportant une vanne V7 ouverte et la ligne 24' comportant une vanne ouverte V6 vers la ligne 24 et le réacteur R1 b.

[0063] Durant cette période l'effluent du réacteur R1 b est envoyé par les conduites 33 et 30 comportant une vanne V13 ouverte et la conduite 31 vers la section d'hydrotraitement principale 14. L'effluent du réacteur R1 a est envoyé par les conduites 22' et 30 comportant une vanne V8 ouverte et la conduite 31 vers la section d'hydrotraitement principale 14.

[0064] Au cours de l'étape f), les vannes V2, V3, V4, V6, V7, V8, V9, V12, V13 sont fermées et les vannes V1, V5, V10, et V11 sont ouvertes. La charge est introduite par la ligne 3 et les lignes 21 et 21' vers le réacteur R1 a. L'effluent du réacteur R1a est envoyé par les conduites 23 et 23' comportant une vanne V5 ouverte et la conduite 13 comprenant une vanne V10 ouverte vers la section d'hydrotraitement principale 14. Le réacteur R1b colmaté est ainsi court-circuité afin de permettre l'intervention sur le réacteur R1 pour le remplacement/rechargement du catalyseur.

[0065] Le cycle recommence ensuite de nouveau. Les opérations sur les vannes de l'unité permettant le fonctionnement des réacteurs permutables selon l'invention sont reportées au tableau 3.

Etape Cycle	Sens de circulation	Int.	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11	V12	V13
a R1A+R1B	Descendant	-	O*	O	F**	F	F	O	F	F	F	O	O	F	F
b R1A+R1B	Ascendant	-	F	F	F	F	O	O	O	F	O	F	F	O	F
c R1B	Descendant	R1A	F	F	O	F	F	O	F	F	F	O	O	F	F
d R1B+R1A	Descendant	-	F	F	O	O	O	F	F	F	F	O	O	F	F
e R1A+R1B	Ascendant	-	F	F	F	F	O	O	O	O	F	F	F	F	O
f R1A	Descendant	R1B	O	F	F	F	O	F	F	F	F	O	O	F	F
a R1A+R1B	Descendant	-	O	O	F	F	F	O	F	F	F	O	O	F	F

Exemples

[0066] Les exemples ci-dessous illustrent l'invention à titre non limitatif.

Exemple 1 (comparatif, non conforme à l'invention, selon FR2681871)

[0067] La charge est constituée d'un mélange (70/30% pds) de résidu atmosphérique (RA) d'origine Moyen Orient (Arabian Medium) et d'un résidu sous vide (VR) d'origine Moyen Orient (Arabian Light). Ce mélange se caractérise par une viscosité élevée (0.91 cP) à température ambiante, une densité de 994 kg/m³, de fortes teneurs en carbone Conradson (14% en poids) et asphaltènes (6% en poids) et une quantité élevée de nickel (22 ppm en poids), vanadium (99 ppm en poids) et soufre (4,3 % en poids).

[0068] Le procédé d'hydrotraitement est mené selon le procédé décrit dans FR2681871 et comporte l'utilisation de deux réacteurs permutables (R1A et R1B de la figure 1). Les deux réacteurs sont chargés avec un catalyseur d'hydrodémétallation HDM CoMoNi/alumine. Un cycle se définit comme intégrant les étapes de a) à d) (cf. tableau 1). Le temps de désactivation et/ou de colmatage est atteint quand la perte de charge atteint 0,7 MPa (7bars) et/ou la température moyenne d'un lit atteint 405°C et/ou lorsque l'écart de température sur un lit catalytique devient radialement supérieur

à 5°C.

[0069] Le procédé s'effectue sous une pression de 19 MPa, une température en début de cycle de 360°C et en fin de cycle de 400°C, et une VVH = 2h⁻¹ par réacteur permettant de maintenir un taux de démétallation voisin de 60 %.

[0070] La figure 4 montre l'évolution des cycles en termes de temps de fonctionnement (en jours) pour le procédé selon FR2681871. Un cycle étant ici défini comme le fonctionnement alternatif de R1a puis R1b. Ainsi, selon la figure 4, la courbe du réacteur R1a selon l'état de l'art (cas base R1a) montre au début du cycle une augmentation de la perte de charge dans le premier réacteur R1a jusqu'à sa valeur maximale admissible (DP_{max} = 0,7 MPa ou 7 bars) à partir de laquelle il faut procéder au remplacement du catalyseur. Dans le cas de l'état de l'art (FR2681871), le temps de fonctionnement du réacteur R1a est donc de 210 jours. Lors du remplacement du catalyseur du réacteur R1a, la perte de charge dans le réacteur R1b a atteint environ 3 bars. Au cours de la phase suivante où la charge traverse le réacteur R1b, puis le réacteur R1a contenant un catalyseur neuf, la perte de charge du réacteur R1b augmente jusqu'à la valeur maximale admissible, qui est atteinte après 320 jours de fonctionnement. Un deuxième cycle peut être envisagé sur ces réacteurs permutables, en remplaçant le catalyseur du réacteur R1b.

[0071] Le temps de désactivation et/ou de colmatage (ou la durée de fonctionnement) de la première zone est donc de 210 jours. Au total, on observe une durée de cycle de 320 jours pour le premier cycle et de 627 jours pour deux cycles.

[0072] Il est rappelé qu'à la fin du cycle de fonctionnement, le procédé est arrêté pour remplacer le catalyseur.

Exemple 2 (conforme à l'invention)

[0073] Le procédé d'hydrotraitement est répété avec la même charge, le même catalyseur et sous les mêmes conditions opératoires selon l'exemple 1. Le taux d'hydrodémétallation HDM est maintenu à 60 %.

[0074] Le schéma retenu pour l'exemple est celui présenté sur la figure 2. La figure 4 montre que selon l'art antérieur, la durée de cycle est de 320 jours pour le premier cycle. En effet, la perte de pression augmente dans le lit catalytique jusqu'à atteindre la perte de pression maximale admissible DP_{max} pour les équipements installés dans cet exemple de 0,7 MPa (7 bar) au bout de 210 jours pour le premier réacteur et 320 jours pour le second.

[0075] En revanche, en intégrant l'étape d'inversion et de mise en parallèle du sens de l'écoulement selon l'invention lorsque la perte de charge atteint un seuil D_{pi} égal à 0,3 MPa (3 bar), soit environ 43 % de la perte de charge maximale admissible dans les équipements DP_{max} (Figure 5), la durée de vie pour le premier réacteur est allongée à 380 jours, pour une durée de cycle de 580 jours. Il apparaît donc dans cet exemple que le procédé d'hydrotraitement intégrant une étape de changement de sens de l'écoulement et de mise en parallèle des réacteurs permet d'augmenter la durée de cycle de la zone catalytique d'hydrodémétallation de manière significative, notamment avec un gain de 260 jours (soit de 80%).

Revendications

1. Procédé d'hydrotraitement catalytique d'une charge hydrocarbonée lourde, en présence d'hydrogène, comprenant une étape d'hydrodémétallation préalable au moyen d'au moins deux réacteurs permutables en lit fixe comprenant chacun au moins un lit catalytique, qui sont utilisés de façon cyclique selon les étapes suivantes :

a) une étape dans laquelle au moins deux réacteurs sont utilisés en série en écoulement descendant jusqu'à l'atteinte d'un seuil de perte de charge D_{pi} de valeur comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible DP_{max},

b) une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle desdits au moins deux réacteurs jusqu'à l'atteinte de la perte de charge maximale admissible DP_{max}

c) une étape durant laquelle le premier réacteur mis en contact avec la charge à l'étape a) est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le ou les réacteur(s) non encore colmaté(s) fonctionnent en écoulement descendant,

d) une étape durant laquelle lesdits au moins deux réacteurs sont utilisés en série, le réacteur dont le catalyseur a été régénéré au cours de l'étape précédente étant reconnecté et ladite étape étant poursuivie jusqu'à l'atteinte d'un seuil de perte de charge D_{pi} de valeur comprise entre 20 et 70 % de la perte de charge maximale admissible DP_{max},

e) une étape d'inversion du sens de l'écoulement et de mise en parallèle des deux réacteurs, jusqu'à l'atteinte de la perte de charge maximale admissible DP_{max}

f) une étape durant laquelle le deuxième réacteur mis en contact avec la charge à l'étape a) est court-circuité et le catalyseur qu'il contient est régénéré et/ou remplacé par du catalyseur frais, le sens de l'écoulement est modifié et seul le ou les réacteur(s) non encore colmaté(s) fonctionnent en écoulement descendant; lesdites étapes a), b), c), d), e), f) pouvant être répétées de manière cyclique dans cet ordre.

EP 3 275 975 A1

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel au moins un des réacteurs comprend n lits catalytiques et on fait sortir l'effluent dudit réacteur aux étapes b) et/ou e) par un soutirage latéral entre un lit catalytique i et un lit catalytique i+1, n étant un entier supérieur ou égal à 2, i étant un entier allant de 1 à n.
- 5 3. Procédé selon la revendication 2 dans lequel ledit lit catalytique i+1 désigne le premier lit catalytique colmaté dans le sens de l'écoulement.
- 10 4. Procédé selon la revendication 2 ou 3 dans lequel lesdits au moins deux réacteurs permutables comportent tous au moins deux lits catalytiques.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 dans lequel le seuil de perte de charge D_{pi} a une valeur comprise entre 30 et 60% de la perte de charge maximale admissible DP_{max} .
- 15 6. Procédé selon la revendication 5 dans lequel le seuil de perte de charge D_{pi} a une valeur comprise entre 35 et 50% de la perte de charge maximale admissible DP_{max} .
7. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la charge hydrocarbonée lourde présente une température initiale d'ébullition d'au moins 340°C et une température finale d'ébullition d'au moins 440°C.
- 20 8. Procédé selon la revendication 7 dans lequel la charge est 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.
- 25 9. Procédé selon la revendication 8 dans lequel la charge est choisie parmi les résidus atmosphériques ou les résidus sous vide, ou des mélanges de ces résidus.
- 30 10. Procédé selon l'une des revendications précédentes mis en oeuvre à une température comprise entre 320°C et 430°C, sous une pression partielle en hydrogène comprise entre 3 MPa et 30 MPa, à une vitesse spatiale (VVH) comprise entre 0,05 et 5 volume de charge par volume de catalyseur et par heure, et avec un rapport hydrogène gazeux sur charge liquide d'hydrocarbures compris entre 200 et 5000 normaux mètres cubes par mètres cubes.
- 35 11. Procédé selon la revendication 10 dans lequel l'étape d'hydrodémétallation préalable est mise en oeuvre en présence d'un catalyseur d'hydrodémétallation comprenant au moins un métal du groupe VIII, et/ou au moins un métal du groupe VIB, sur un support utilisé 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.
- 40 12. Procédé selon la revendication 11 dans lequel l'étape d'hydrodémétallation préalable est mise en oeuvre à une vitesse spatiale VVH de chaque réacteur permutable en fonctionnement comprise entre 0,5 et 4 volume de charge par volume de catalyseur et par heure.
- 45 13. Procédé selon la revendication 12 dans lequel l'étape d'hydrodémétallation préalable est mise en oeuvre à une vitesse spatiale VVH de chaque réacteur permutable en fonctionnement comprise entre 1 et 2 volume de charge par volume de catalyseur et par heure.
- 50 14. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la perte de charge maximale admissible DP_{max} est comprise entre 0,3 et 1 MPa.
- 55 15. Procédé selon la revendication 14 dans lequel la perte de charge maximale admissible DP_{max} est comprise entre 0,5 et 0,8 MPa.

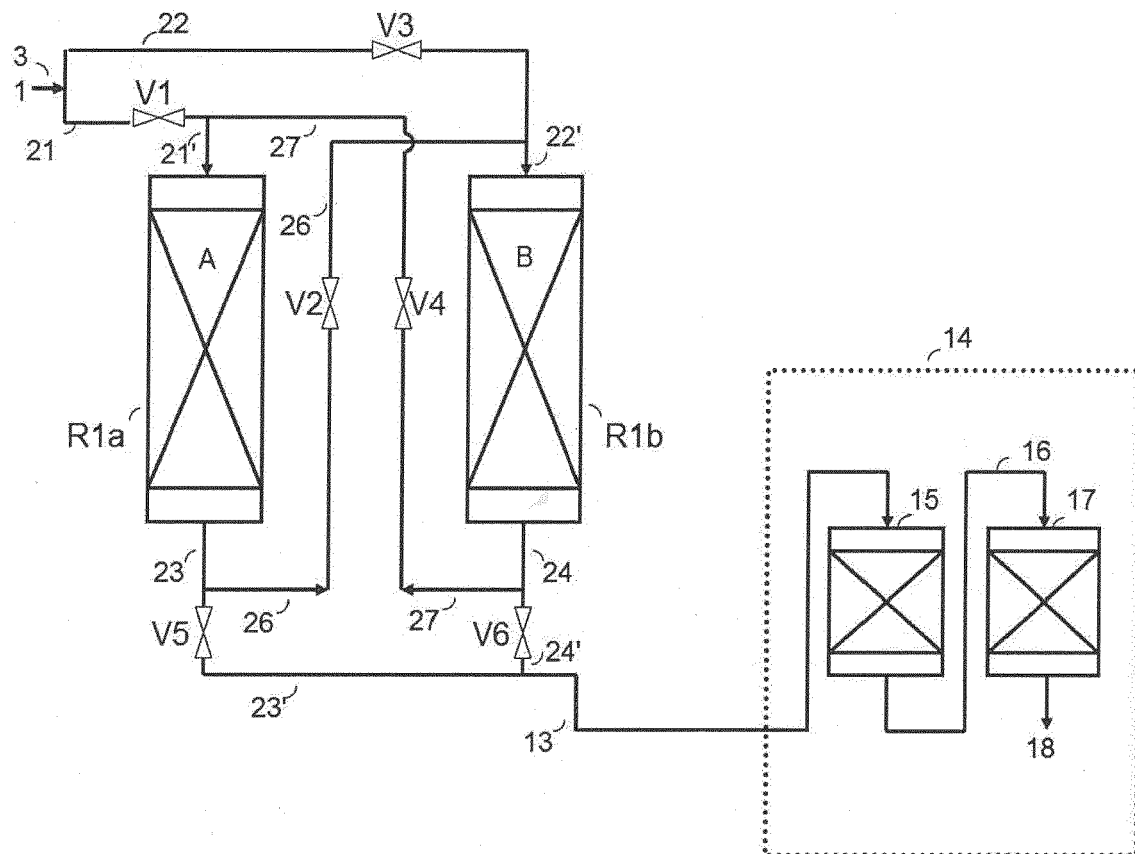


FIG.1

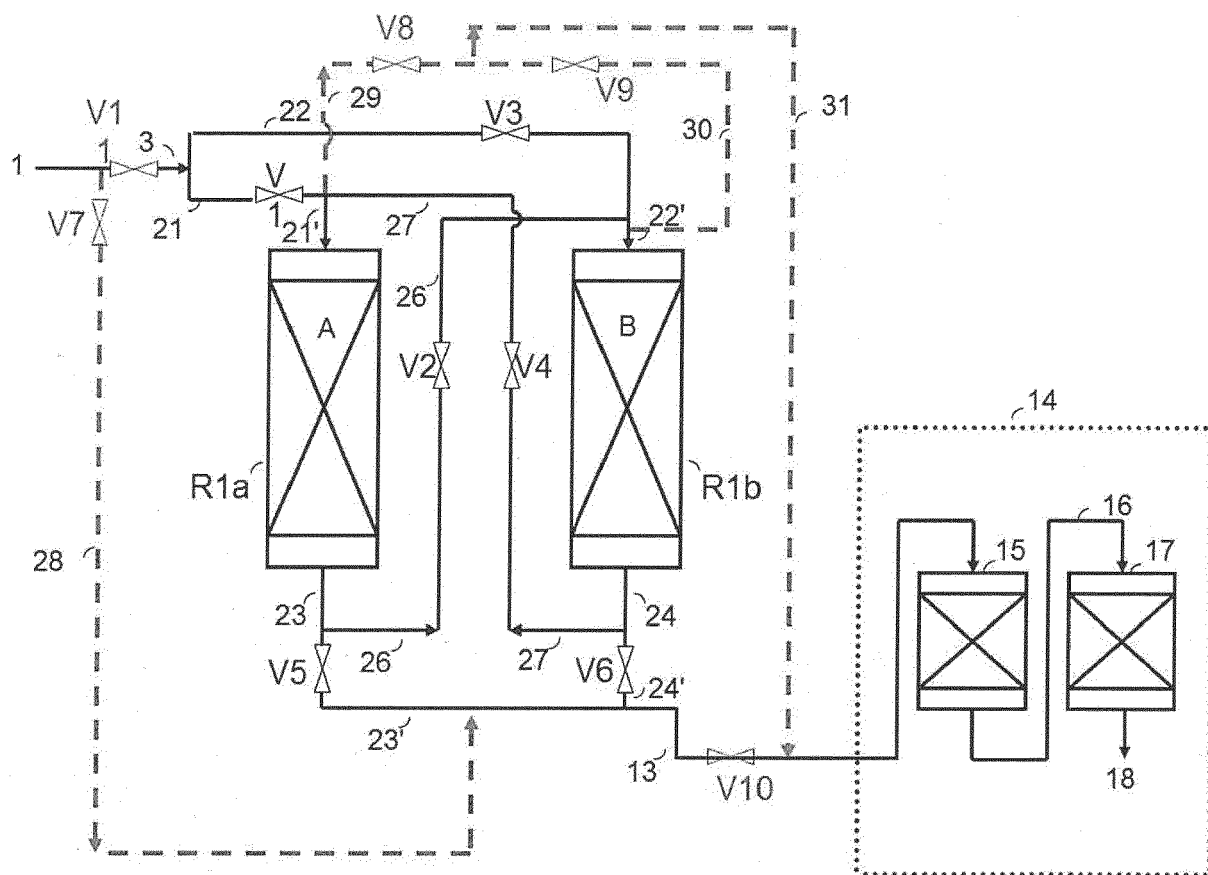


FIG.2

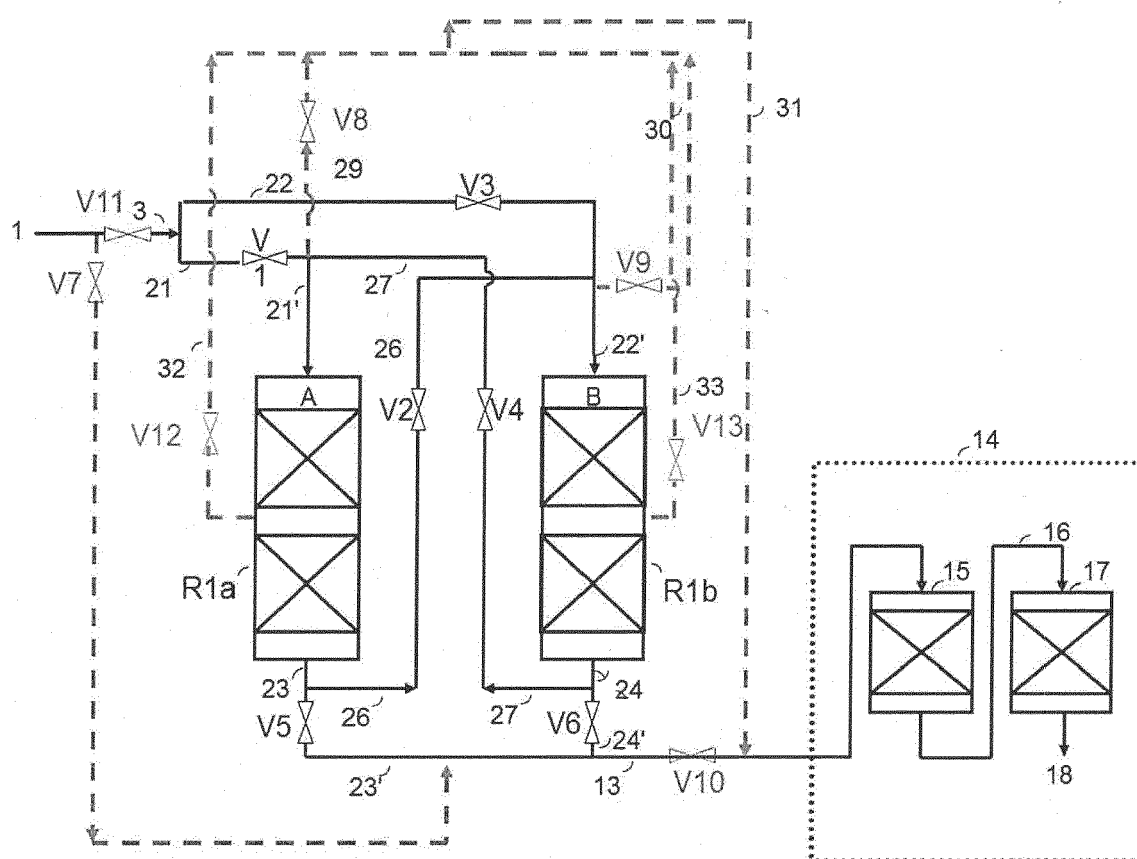


FIG.3

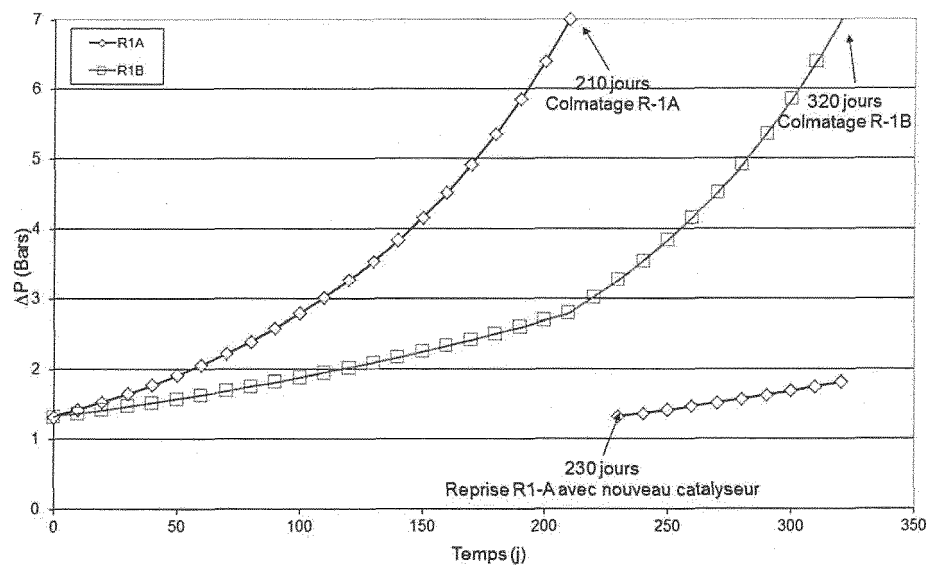


FIG. 4

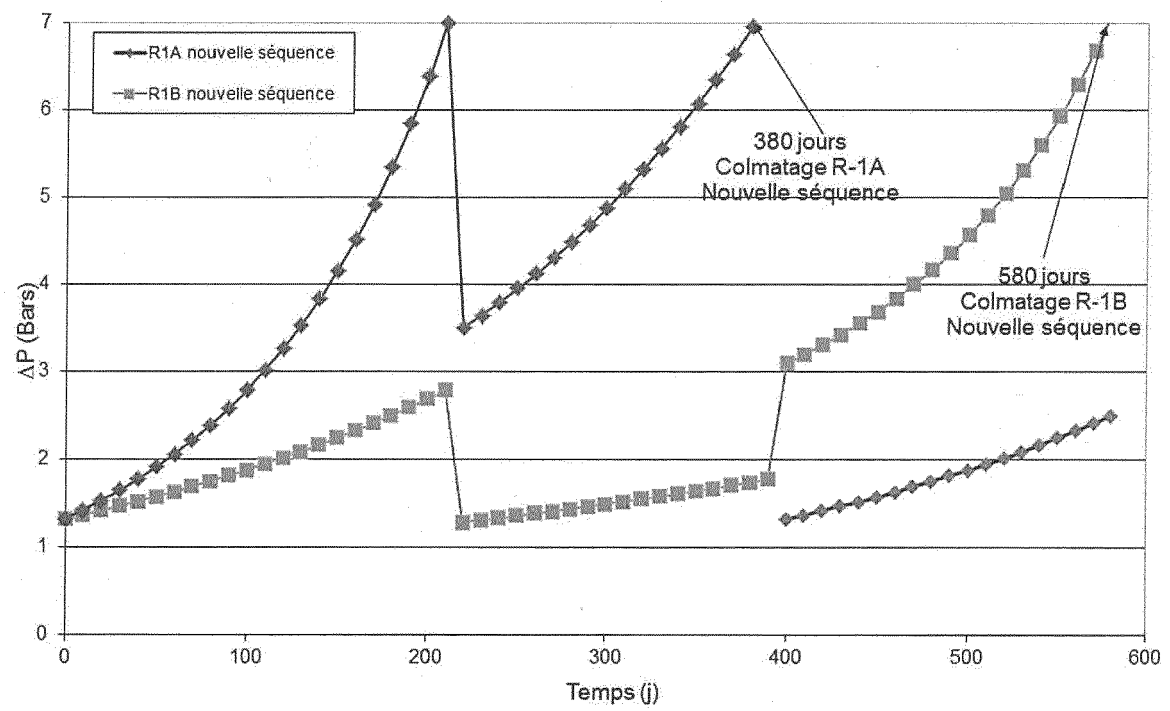


FIG. 5



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 17 18 1791

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	FR 2 970 261 A1 (IFP ENERGIES NOUVELLES [FR]) 13 juillet 2012 (2012-07-13) * page 4, ligne 27 - page 5, ligne 12 * * page 5, ligne 20 - ligne 26 * * page 5, ligne 30 - page 6, ligne 2 * * page 8, ligne 12 - page 9, ligne 14 * -----	1-15	INV. C10G45/02 C10G65/04 C10G65/16
A,D	FR 2 992 971 A1 (IFP ENERGIES NOUVELLES [FR]) 10 janvier 2014 (2014-01-10) * page 1, ligne 1 - ligne 27 * * page 3, ligne 24 - ligne 29 * * page 6, ligne 8 - ligne 18 * * figure 4 * -----	1-15	
A	FR 2 970 260 A1 (IFP ENERGIES NOUVELLES [FR]) 13 juillet 2012 (2012-07-13) * abrégé * -----	1-15	
A,D	FR 2 681 871 A1 (INST FRANCAIS DU PETROLE [FR]) 2 avril 1993 (1993-04-02) * abrégé * -----	1-15	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			C10G
2 Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye		12 octobre 2017	Chau, Thoi Dai
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C02)

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

EP 17 18 1791

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.
12-10-2017

10

Document brevet cité
au rapport de recherche

Date de
publication

Membre(s) de la
famille de brevet(s)

Date de
publication

15

FR 2970261 A1 13-07-2012

CA 2821019 A1 19-07-2012

CN 103298915 A 11-09-2013

EP 2663615 A2 20-11-2013

FR 2970261 A1 13-07-2012

JP 5919299 B2 18-05-2016

JP 2014503020 A 06-02-2014

KR 20140045320 A 16-04-2014

MX 339148 B 13-05-2016

RU 2013137499 A 20-02-2015

US 2014027351 A1 30-01-2014

WO 2012095565 A2 19-07-2012

FR 2992971 A1 10-01-2014 AUCUN

25

FR 2970260 A1 13-07-2012

CA 2821021 A1 19-07-2012

CN 103282466 A 04-09-2013

EP 2663616 A2 20-11-2013

ES 2589680 T3 15-11-2016

FR 2970260 A1 13-07-2012

JP 5993872 B2 14-09-2016

JP 2014507519 A 27-03-2014

KR 20140045319 A 16-04-2014

RU 2013137501 A 20-02-2015

US 2014001089 A1 02-01-2014

WO 2012095566 A2 19-07-2012

FR 2681871 A1 02-04-1993

CA 2079196 A1 27-03-1993

DE 4231718 A1 01-04-1993

FR 2681871 A1 02-04-1993

IT 1255518 B 09-11-1995

JP 3316596 B2 19-08-2002

JP H05202370 A 10-08-1993

45

50

55

EPO FORM P0460

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 2681871 [0005] [0024] [0028] [0054] [0068] [0070]
- US 5417846 A [0005]
- US 2014001089 A [0006]
- US 2014027351 A [0007]
- FR 2992971 [0008]