

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication : **2 642 330**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **89 01383**

(51) Int Cl⁵ : B 01 J 23/96; C 10 G 35/085; C 07 C 15/02.

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 1^{er} février 1989.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPi « Brevets » n° 31 du 3 août 1990.

(60) Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

(71) Demandeur(s) : INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE. —
FR.

(72) Inventeur(s) : Jean de Bonneville.

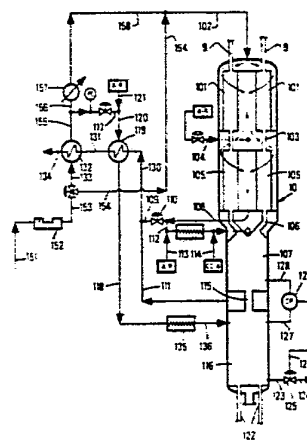
(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) :

(54) Procédé de régénération d'un catalyseur de réformage ou de production d'hydrocarbures aromatiques.

(57) L'invention concerne un procédé de régénération d'un catalyseur de réformage, le réformage étant effectué dans au moins deux réacteurs en série à travers lesquels le catalyseur et la charge circulent successivement, la pression dans le premier réacteur traversé par le catalyseur et par la charge étant sous une pression comprise entre 3 et 8 bars.

Le procédé de régénération est caractérisé en ce que le catalyseur usé rencontre successivement une première zone 101 à lit mobile et radiale de combustion, une deuxième zone à lit mobile 105 et radiale de combustion, une zone à lit mobile axiale de chloration ou d'oxychloration 107 et une zone à lit mobile axiale de calcination, et en ce que dans les zones de combustion 116, le catalyseur est traité sous une pression sensiblement égale à celle qui règne dans ledit premier réacteur, par un gaz de combustion, les gaz de brûlage sont évacués de la deuxième zone de brûlage et sont scindés en deux parties, une première partie est mélangée avec les gaz évacués de la zone d'oxychloration, le mélange ainsi obtenu étant envoyé dans une boucle de lavage, une deuxième partie est mélangée d'une part avec un gaz inerte contenant de l'oxygène et d'autre part avec au moins un composé chloré, en vue d'alimenter la zone d'oxychloration.



FR 2 642 330 - A1

D

La présente invention concerne un procédé de régénération d'un catalyseur renfermant un support et au moins un métal de la classification périodique des éléments ainsi qu'un certain pourcentage d'un halogène, par exemple de 0,1 à 10 % en poids. La présente invention concerne donc
5 la régénération d'un catalyseur utilisé pour la conversion d'hydrocarbures et notamment d'un catalyseur pour l'hydroreforming (hydroréformage) d'hydrocarbures ou d'un catalyseur pour la production d'hydrocarbures aromatiques, par exemple la production de benzène, de toluène et de xylènes (ortho, méta ou para), soit à partir d'essences
10 insaturées ou non, (par exemple des essences de pyrolyse de cracking, en particulier de steam cracking, ou de reforming catalytique), soit encore à partir d'hydrocarbures naphténiques capables par déshydrogénation de se transformer en hydrocarbures aromatiques.

15 Le catalyseur lorsque une régénération devient nécessaire provient soit d'un réservoir dans lequel il a été accumulé avant que l'on procède à une régénération, soit directement du réacteur où s'est faite la réaction ; ce catalyseur pulvérulent, par exemple en grains ou en extrudés est alors envoyé dans une enceinte de régénération. Une régénération
20 satisfaisante pour la demanderesse et décrite dans USA-4218338 consiste à traiter le catalyseur dans une enceinte où le catalyseur y est traité sous la forme d'un lit fixe ou mobile. Dans cette enceinte, le catalyseur est successivement :

25 (a) soumis à une combustion à l'aide d'un gaz renfermant de l'oxygène moléculaire ;

(b) soumis à une chloration ou à une oxychloration simultanément au moyen d'un gaz renfermant de l'oxygène moléculaire et au moyen d'un
30 halogène (par exemple le chlore) ou d'un composé halogéné, par exemple un hydracide halogéné ou un halogénure d'alkyle, ou d'un mélange d'halogène et d'un composé halogéné.

(c) soumis à un traitement final à l'aide d'un gaz renfermant une
35 concentration forte d'oxygène moléculaire (calcination).

On peut procéder, à la régénération, de deux façons :

- 5 - ou bien en opérant comme dans le brevet de la demanderesse USA-4218338 dans une zone de régénération dans laquelle le catalyseur à régénérer est disposé en lit fixe. Le catalyseur est alors régénéré en lit fixe en trois étapes successives (a), (b) et (c) ;
- 10 - ou bien comme dans USA-3,647,680 en opérant dans une zone de régénération dans laquelle le catalyseur à régénérer circule sous la forme d'un lit mobile. Au cours de la descente du catalyseur à l'intérieur de la zone de régénération, le catalyseur passe successivement à travers trois zones distinctes correspondant à chacune des trois étapes (a), (b), (c) du procédé de régénération.

15

C'est une variante de cette deuxième technique que l'on a cherché à perfectionner ici dans la présente invention, cette variante n'étant possible que si l'on n'utilise pas deux des enseignements de US-A-3647680 à savoir : d'une part le gaz utilisé dans la chloration ou dans l'oxychloration doit contenir une quantité très faible et critique de vapeur d'eau, et d'autre
20 part il ne faut pas utiliser de l'air dans l'étape de calcination mais un gaz inerte renfermant un pourcentage relativement faible d'oxygène, c'est-à-dire un gaz renfermant une teneur en oxygène inférieure à celle que l'on trouve dans l'air (20 %).

25

Les conditions détaillées du procédé de chaque étape régénération sont décrites dans le brevet de la demanderesse USA-4,218,338 incorporé ici par voie de référence.

- 30 (a) une première étape correspond à la combustion des dépôts de coke. Cette opération est réalisée par l'injection d'oxygène dans un mélange inerte, ce mélange inerte servant de diluant thermique.
- (b) une deuxième étape correspond à la chloration ou à l'oxychloration
35 du catalyseur ; pour réaliser une oxychloration, on augmente la teneur en

oxygène du gaz de régénération admis dans le régénérateur en introduisant simultanément un composé à base de chlore, c'est-à-dire soit du chlore lui-même, soit de l'acide chlorhydrique, soit encore des acides organiques halogénés, un chlorure d'alkyle (ou cycloalkyle), de manière à
5 être capable de former 0,5 à 1,2 % en poids d'un dérivé chloré d'alumine (lorsque l'alumine est le support catalytique) par rapport au catalyseur soumis à la régénération.

(c) une troisième étape finale de régénération correspond à la
10 calcination du catalyseur (calcination) : pour la réaliser, on utilise un gaz sec et contenant une quantité d'oxygène comprise entre 3 et 10 % en volume par rapport aux gaz de régénération admis dans le régénérateur.

Après la troisième étape, le catalyseur est généralement purgé à
15 l'azote, puis mis par exemple sous hydrogène en équilibre de pression avec la zone de réaction dans lequel le catalyseur va être injecté. Mais avant d'être introduit dans un réacteur, ou en tête de réacteur, le catalyseur, en général, est d'abord traité, par un courant d'hydrogène. La sulfuration du catalyseur dans les cas où il peut être nécessaire d'en faire une, pourra
20 être effectuée dans cet espace ou en tête du réacteur lui-même ou dans les diverses conduites de transfert du catalyseur en tête de ce réacteur.

Les divers composés gazeux soutirés de la zone de régénération au cours des étapes de la régénération sont récupérés et traités pour pouvoir
25 être recyclés à nouveau dans la zone de régénération. En effet, on ne peut pas se permettre de ne pas réutiliser ces gaz. On a vu qu'on diluait l'oxygène essentiellement par de l'azote. Or l'azote est un gaz très onéreux. Dans une unité de reformage ou d'aromizing mettant en oeuvre 40 tonnes de catalyseur, la régénération de ces 40 tonnes de catalyseur nécessiterait,
30 si l'on ne réutilisait pas les gaz de régénération, de 6 000 à 10 000 mètres cube normaux par heure d'azote ("normaux" signifiant que le volume d'azote est mesuré à pression et température normales) ; en recyclant les gaz de régénération, la consommation d'azote frais tombe à environ 80 m³ normaux par heure.

Les divers composés gazeux soutirés de la zone de régénération, sont chauds au moment de leur soutirage et en outre ils renferment du chlore du fait de l'envoi continu de chlore ou d'un composé chloré dans le régénérateur. Il est donc indispensable d'utiliser une boucle de recyclage, avec traitement approprié des produits gazeux soutirés du régénérateur.

De nos jours, dans les procédés de réformage catalytique, on cherche à opérer à des pressions de plus en plus basses, inférieures par exemple à 10 bars et notamment comprises entre 3 et 8 bars ou même encore moins.

Cette baisse de pression s'accompagne en effet d'une augmentation des rendements. L'inconvénient de cette technologie est un dépôt plus rapide de coke sur le catalyseur. Et alors que jusqu'à présent l'on pouvait se contenter de ne régénérer le catalyseur que par exemple tous les 15 jours (cycle de 15 jours pour une circulation complète du catalyseur à travers tous les réacteurs et à travers la zone de régénération), il devient nécessaire, lorsque l'on opère à basse pression d'avoir des cycles de seulement 7 jours et même des cycles de l'ordre de 2 à 3 jours. Ces cycles courts conduisent à divers inconvénients : beaucoup de catalyseur se trouve immobilisé à l'extérieur des réacteurs en attente de régénération : en effet, les capacités de régénération sont aujourd'hui souvent dépassées sur les sites où l'on ne parvient plus à régénérer le catalyseur au fur et à mesure qu'il est soutiré des réacteurs.

On a donc été amené à proposer et à mettre en oeuvre une nouvelle boucle de régénération qui permet de régénérer sans discontinu du catalyseur à une cadence d'environ 1 tonne par heure ou de l'ordre de 25 tonnes par jour. Dans de telles conditions, il y a, à titre d'exemple, environ 5 à 6 tonnes seulement à la fois de catalyseur à la régénération alors que dans l'art antérieur il y en avait environ 22 tonnes à la fois. Il s'ensuit que, dans la présente invention, les capacités de régénération sont beaucoup plus élevées et que l'on peut assurer sans attente la rotation du catalyseur usé vers la régénération, tout en réussissant à régénérer en

continu des quantités de catalyseur voisines par exemple de l'ordre de 1 tonne/ heure d'un catalyseur renfermant environ 5 % de coke.

5 L'une des caractéristiques de l'invention est d'effectuer la régénération à la même pression que celle qui règne dans le premier réacteur traversé par la charge d'hydrocarbures et par le catalyseur frais ou régénéré.

10 A titre d'exemple, cette pression sera ainsi de l'ordre de 3 à 8 bars de préférence, la pression dans le dernier réacteur traversé par la charge et d'où est soutiré le catalyseur usé étant de l'ordre de 1 à 6 bars, par exemple 3 bars. Il suffit donc d'un sas pour remonter la pression du dernier réacteur à la pression du régénérateur qui, selon l'invention, travaille donc ici sensiblement à la pression du premier réacteur, soit 3 à 8 bars, au
15 lieu de 15 bars environ dans l'art antérieur, voire 40 bars il y a une vingtaine d'années. La régénération proprement dite comporte comme dans l'art antérieur (par exemple le brevet de la demanderesse US-A-4172027) au moins une zone de brûlage du catalyseur, puis une zone d'oxychloration et enfin une zone de calcination.

20

La boucle de régénération que l'on va décrire ci-après permet d'une part d'utiliser avantageusement la chaleur fournie par la réacteur du brûlage du coke déposé sur le catalyseur, tout en utilisant une partie du gaz pour effectuer une calcination avec un gaz sec (renfermant moins de
25 50 ppm d'eau) et une oxychloration (humide de préférence du catalyseur).

Dans la présente invention, le catalyseur à la sortie du dernier réacteur est transporté généralement par un dispositif élévateur (lift) à l'aide par exemple d'azote vers la zone de régénération.

30

Le régénérateur étant à une pression voisine de celle du premier réacteur, il faut envisager la présence d'un sas.

Le régénérateur est de type réacteur de reforming dans lequel le
35 catalyseur circule par gravité. Le catalyseur est régénéré en continu.

Il traverse successivement 4 zones :

- 5 - une première zone de brûlage entre 350 et 450 °C, de préférence entre 380 et 420 °C (et par exemple autour de 400 °C, en présence d'un gaz inerte renfermant 0,01 à 1 %, de préférence de 0,5 à 0,8 % en volume d'oxygène (par exemple 0,6 %) ;
- 10 - une deuxième zone de brûlage entre 370 et 480 °C, de préférence entre 450 et 490 °C, (par exemple autour de 470 °C), en présence d'un gaz inerte renfermant 0,01 à 1 %, de préférence 0,2 à 0,4 % d'oxygène en volume (par exemple 0,2 %) ;

15 Ces deux zones sont en lit mobile radial, lit à faible perte de charge dimensionné suivant les normes des réacteurs existant (une tôle perforée notamment peut assurer une perte de charge DP minimum).

- 20 - une zone d'oxychloration fonctionnant entre 350 et 550 °C, de préférence entre 460 et 530 °C (par exemple 500 °C) en présence d'un gaz renfermant 1 à 4 % et de préférence 1,5 à 3,5 % en volume d'oxygène (par exemple 1,9 à 3,1 %), avec un temps de séjour de 30 à 60 minutes, par exemple de l'ordre de 45 minutes ;
- 25 - et une zone de calcination fonctionnant entre 350 et 550 °C, de préférence entre 500 et 540 °C par exemple autour de 520 °C, avec un temps de séjour de 45 minutes à 80 minutes (par exemple de l'ordre de 60 minutes).

30 Les deux zones d'oxychloration et de calcination sont de type à lit axial (fixe ou mobile) à faible perte de charge.

35 Après calcination, le catalyseur est généralement collecté par 4 ou 8 jambes vers une trémie inférieure balayé à l'azote, les jambes permettent un refroidissement du catalyseur et le gaz (azote) permet de purger le catalyseur.

Un système élévateur permet ensuite de remonter le catalyseur en continu vers une trémie avant de passer dans une zone de réduction à l'hydrogène puis dans le premier réacteur.

5

L'invention concerne une méthode permettant de régénérer en continu, un catalyseur usé, soutiré également en continu, d'une unité de conversion d'hydrocarbures. Le catalyseur circule par gravité de haut en bas à travers une zone de régénération comportant plusieurs enceintes ;
10 dans chaque enceinte, les conditions opératoires sont différentes parce qu'elles ont chacune une fonction précise permettant ainsi de réaliser une régénération complète du catalyseur dans des conditions voisines de celles que le catalyseur aurait rencontrées dans un régénérateur comportant plusieurs enceintes, comme décrit de l'art antérieur, par
15 exemple dans USP 4133 733 de la demanderesse.

Dans la présente invention, après stockage dans la tête du régénérateur, stockage qui permet le préchauffage de celui-ci par les gaz de régénération, le catalyseur circule dans une première zone annulaire,
20 c'est à dire radiale (à lit mobile) de brûlage, où une élimination partielle du coke a lieu ; le catalyseur descend ensuite dans une deuxième zone annulaire, c'est à dire radiale (à lit mobile) de brûlage pour élimination complète du coke, puis il est collecté et transféré dans un lit mobile axial d'oxychloration par un gaz légèrement humide et chloré avant d'entrer
25 dans la zone de calcination à lit mobile axial où le catalyseur est en contact avec un gaz chaud et sec.

La régénération est effectuée grâce à deux courants distincts d'un même gaz qui sont réunis ensuite après leur utilisation, lavés et recirculés
30 par un même compresseur. Par ailleurs, un compresseur d'air d'appoint permet d'avoir de l'air à une pression suffisante pour introduire cet air, sous contrôle de débit, dans le gaz de calcination.

Ainsi l'invention concerne un procédé de régénération d'un
35 catalyseur de réformage ou de production d'hydrocarbures aromatiques en

présence d'un catalyseur renfermant un support, au moins un métal noble de la famille du platine et du chlore, dans au moins deux réacteurs en série à travers lesquels le catalyseur et la charge circulent successivement, la pression dans le premier réacteur traversé par le catalyseur et par la charge étant sous une pression comprise entre 3 à 8 bars, la pression dans le dernier réacteur étant sous une pression comprise entre 1 et 6 bars.

Le procédé est caractérisé en ce que le catalyseur utilisé chemine progressivement de haut en bas dans une enceinte de régénération où il rencontre successivement une première zone à lit mobile et radiale de combustion, une deuxième zone à lit mobile et radiale de combustion, une zone à lit mobile axiale de chloration ou d'oxychloration et une zone à lit mobile axiale de calcination, et en ce que :

(a) dans la première zone de combustion, le catalyseur est traité sous une pression de 3 à 8 bars sensiblement égale à celle qui règne dans ledit premier réacteur, à une température comprise entre 350 et 450 °C par un gaz de combustion à base d'un gaz inerte renfermant 0,01 à 1 % d'oxygène en volume, ce gaz de combustion provenant d'une zone de lavage définie ci-dessous,

(b) dans la deuxième zone de combustion, le catalyseur est traité sous une pression de 3 à 8 bars sensiblement égale à celle qui règne dans ledit premier réacteur à une température supérieure d'au moins 20 °C à la température qui règne dans la première zone de combustion, en présence des gaz en provenance de la première zone de combustion et en présence d'un gaz inerte d'appoint renfermant jusqu'à 20 % en volume d'oxygène de façon à ce que le catalyseur soit au contact d'un gaz renfermant 0,01 à 1 % d'oxygène en volume,

(c) les gaz de brûlage sont évacués de la deuxième zone de brûlage et sont scindés en deux parties, une première partie renfermant en volume 80 à 90 % de la totalité des gaz de brûlage sont mélangés avec les gaz évacués de la zone d'oxychloration définie ci-dessous, le mélange ainsi obtenu étant envoyé dans une boucle de lavage et une zone de séchage,

une deuxième partie renfermant en volume 10 à 20 % sont mélangés d'une part avec un gaz inerte contenant de l'oxygène et d'autre part avec au moins un composé choisi dans le groupe constitué par le chlore et les composés chlorés pour former un gaz d'oxychloration renfermant 1 à 4 %
5 en volume d'oxygène,

(d) dans la zone d'oxychloration, le catalyseur est traité par le dit gaz d'oxychloration sous une pression de 3 à 8 bars et à une température comprise entre 350 et 550 °C et les gaz sont évacués de la zone
10 d'oxychloration pour être mélangés comme indiqué précédemment avec les gaz soutirés de la deuxième zone de brûlage,

(e) dans la zone de calcination, le catalyseur est traité entre 350 et 550 °C sous une pression comprise entre 3 et 8 bars, par au moins une
15 partie des gaz en provenance de la boucle de lavage et de la zone de séchage, avec un appoint d'air frais et de façon à ce que les gaz introduits dans la zone de calcination renferment de 1 à 10 % d'oxygène en volume et ne renferment pas plus de 100 p.p.m de vapeur d'eau

20 (f) l'autre partie des gaz en provenance de la boucle de lavage étant utilisée dans l'étape (a) comme gaz de combustion.

De préférence :

25 - au cours de l'étape (a) on opère entre 4 et 5 bars sous une température comprise entre 380 et 420 °C ;

- au cours de l'étape (b), on opère à une pression comprise entre 4 et 5 bars et à une température supérieure de 60 à 80 °C à la température qui
30 règne dans l'étape (a), c'est à dire dans la première zone de combustion ;

- au cours de chacune des étapes (d) et (e), on opère à une pression comprise entre 3 et 5 bars.

De préférence encore, au cours de l'étape (e), la teneur en oxygène en volume est comprise entre 2 et 7 % avec une teneur en eau inférieure à 50 p.p.m, et au cours de l'étape (c), le gaz d'oxychloration renferme 1 000 à 7 000 p.p.m d'eau et plus particulièrement 2 000 à 4 000 p.p.m.

5

La figure représente la zone de régénération (10) conforme à l'invention munie de ses aménagements connexes. Le catalyseur usé en provenance de la dernière zone réactionnelle de reforming est introduit par les conduites (9) dans une première enceinte de type annulaire et radiale (réacteur mobile et radial) (101). Dans cette enceinte (pression par exemple de 5,7 bars), le catalyseur subit un premier brûlage à l'aide d'un gaz inerte en général (introduit par la ligne (102)) qui en outre renferme de l'oxygène (0,6 % à titre d'exemple). La température est de 400 à 420 °C, la pression de l'ordre de 4 à 5 bars. En fin de cette première étape, à la sortie de la zone (101) de brûlage, le catalyseur se trouve à une température nettement plus élevée, de l'ordre de 470 °C par exemple. Les gaz circulent à co-courant du catalyseur. Le catalyseur descend ensuite par les lignes (103) dans une seconde enceinte de type annulaire et radiale (réacteur mobile et radial) (105), qui fonctionne à plus haute température que la zone (101), l'apport de chaleur provenant d'ailleurs du catalyseur soutiré de la zone (101). Dans cette enceinte, le catalyseur subit un deuxième brûlage à l'aide des gaz de la première zone et à l'aide d'un gaz d'appoint, introduit par la conduite (104), qui est plus riche en oxygène que le gaz introduit par la conduite (102) dans la zone (101). Ce gaz peut être par exemple de l'air. Ce gaz circule à co-courant du catalyseur. Le catalyseur descend ensuite par les conduites (106) dans une troisième enceinte (107) (appelée enceinte d'oxychloration) où il circulera sous la forme d'un lit mobile et par exemple axial (température par exemple de l'ordre de 500 °C, la chaleur provenant de la deuxième enceinte de brûlage). Les gaz de combustion au-bas de la deuxième enceinte de brûlage sont évacués par la conduite (108) et sont scindés en deux parties : (a) 80 à 90 % (à titre d'exemple) en volume dans la conduite (109) via la vanne (110), sont mélangés avec les gaz évacués par la conduite (111) de l'enceinte d'oxychloration de la zone (107) et le mélange de ces gaz est envoyé dans une boucle de lavage décrite ci-après, (b) 10 à 20 % (à titre d'exemple)

envolume sont mélangés avec un gaz inerte (conduite (113)) contenant de l'oxygène, par exemple de l'air, et avec au-moins un composé (conduite (114)) choisi dans le groupe constitué par le chlore et les composés chlorés (tétrachlorure de carbone par exemple), le mélange ainsi obtenu

5 convenant parfaitement en teneurs en chlore et en oxygène pour être utilisé comme gaz d'oxychloration du catalyseur dans l'enceinte (107) (gaz renfermant par exemple environ en volumes 3 % d'oxygène). De plus au cours des brûlages effectués dans les zones ou enceintes (101) et (105), il se produit de la vapeur d'eau. Comme il est appréciable d'opérer

10 l'oxychloration en présence d'une faible quantité critique de vapeur d'eau (pression par exemple de l'ordre de 5,4 bars dans la 3ème enceinte (107)), l'utilisation d'une partie des gaz de brûlage récupérés par la conduite (112) convient parfaitement pour obtenir dans la conduite (114) un gaz d'oxychloration renfermant une teneur correcte et critique, en vapeur

15 d'eau. Les gaz d'oxychloration circulent à co-courant du catalyseur. Lorsque la réaction d'oxychloration est terminée, le catalyseur est envoyé alors par la jambe (115) dans une quatrième enceinte (116) où il sera maintenu en lit mobile par exemple axial comme dans la troisième

20 enceinte (107) (température par exemple de l'ordre de 520 °C, avec pression par exemple de l'ordre de 5,3 bars). Dans cette quatrième enceinte, le catalyseur sera soumis à une calcination. Les gaz soutirés de la zone (107) d'oxychloration sont humides et renferment par exemple 3 000 à 5 000 p.p.m. de vapeur d'eau. Ils ne conviendraient donc pas pour une calcination qui doit être effectuée en présence de gaz secs ne renfermant

25 de préférence pas plus de 50 p.p.m d'eau. Les gaz d'oxychloration (renfermant à ce stade par exemple 3 % en volume d'oxygène) ne sont donc pas utilisés et sont envoyés par la ligne (111) (avec un débit par exemple de 5 000 kg/h) vers une boucle de lavage. C'est à la sortie de cette boucle de lavage qu'on récupère des gaz secs mais trop pauvres en

30 oxygène (par exemple de l'ordre de 0,6 % en volume) pour assumer une calcination du catalyseur dans la zone (116). Ces gaz secs sont chauffés dans l'échangeur (119) au contact indirect du mélange de la ligne (109) renfermant les gaz soutirés, par la conduite (111), des gaz d'oxychloration et de la ligne (109) renfermant une partie des gaz de combustion.

35 Préalablement à l'introduction de ces gaz secs (par la conduite (120)) dans

l'échangeur (119), on a ajusté leur teneur en oxygène (par exemple à une valeur correcte de 6 % en volume) au moyen d'air introduit par la conduite (121). On peut donc alors introduire (avec un débit par exemple de l'ordre de 1 000 kg/h), dans la quatrième enceinte (116) de calcination, par la
5 conduite (118), le four (135) et la conduite (136), des gaz secs à teneur correcte en oxygène (par exemple température 520 °C). A l'issue de la calcination du catalyseur dans l'enceinte à lit fixe (116) (où les gaz ont circulé à co-courant du catalyseur), le catalyseur est envoyé par les jambes (122) vers un moyen élévateur non représenté sur la figure du
10 catalyseur régénéré vers la première zone réactionnelle de réformage. Les gaz soutirés de la zone de calcination sont évacués par les conduites (123) et (124) vers l'extérieur. La vanne (125) et les organes (126), (127), (128) et (129) permettent des contrôles de pression dans les enceintes (107) et (116).

15

Les produits gazeux de la conduite (130) (mélange des gaz soutirés de la zone d'oxychloration (107) par la conduite (111) et des gaz soutirés de la zone (105) de brûlage par la conduite (108)), dont la température est par exemple de l'ordre de 500 °C, subissent un refroidissement dans
20 l'échangeur (119) en vue de les traiter ultérieurement à froid. On a vu que par l'intermédiaire de cet échangeur (119), on chauffe les gaz secs envoyés dans la zone de calcination (116), ces gaz secs provenant de la boucle de lavage. A la sortie de l'échangeur (119), les produits gazeux (température par exemple de l'ordre de 485 °C) venant des zones de
25 brûlage et de calcination, sont introduits par la ligne (131) (où ils sont à une température d'environ 485 °C) dans un autre échangeur (132) en vue de recevoir un nouveau refroidissement plus important qu'en (119), accompagné d'un chauffage par contact indirect des effluents gazeux de la boucle de lavage circulant dans la conduite (133) (qui dans cette conduite
30 (133) sont par exemple à 100 °C environ).

A la sortie de la zone de lavage et de séchage, les gaz, par la conduite (151), atteignent le compresseur unique (152) de la boucle de lavage et recyclage, portant la pression des dits gaz de 4 bars à 6,4 bars. Les gaz secs
35 sortent du compresseur par la conduite (153) et sont partagés en deux

courants : par la ligne (154) une partie de ces gaz rejoignant directement la conduite (102) d'admission des gaz dans la première zone (101) de brûlage du dispositif de régénération ; par la ligne (133), la majeure partie des gaz secs, (dont la température est de 130 °C par exemple) sont chauffés

5 par contact indirect, dans l'échangeur 132, avec les gaz par exemple à 485 °C en provenance de la deuxième zone de brûlage (105) et de la zone d'oxychloration (107). Les gaz secs, à la sortie par la conduite (155) de l'échangeur (132) sont scindés en deux courants : un premier courant de gaz secs, par la conduite (156), traverse le four (157) et par la conduite

10 (158) est envoyé dans la première enceinte ou zone de brûlage (101) après avoir été recombinaé avec la partie des gaz secs de la ligne (154) qui n'a pas traversé l'échangeur (132) ; un deuxième courant de gaz secs est envoyé dans l'échangeur (119) en mélange avec de l'air d'appoint comme expliqué plus haut, en vue d'alimenter par la conduite (118), la zone de calcination

15 (116).

REVENDICATIONS

- 5 1) Procédé de régénération d'un catalyseur de réformage ou de
production d'hydrocarbures aromatiques en présence d'un catalyseur
renfermant un support, au-moins un métal noble de la famille du platine
et du chlore, dans au-moins deux réacteurs en série à travers lesquels le
catalyseur et la charge circulent successivement, la pression dans le
10 premier réacteur traversé par le catalyseur et par la charge étant sous
une pression comprise entre 3 et 8 bars, la pression dans le dernier
réacteur étant sous une pression comprise entre 1 et 6 bars, le procédé
étant caractérisé en ce que le catalyseur usé chemine progressivement de
haut en bas dans une enceinte de régénération où il rencontre
15 successivement une première zone à lit mobile et radiale de combustion,
une deuxième zone à lit mobile et radiale de combustion, une zone à lit
mobile axiale de chloration ou d'oxychloration et une zone à lit mobile
axiale de calcination, et en ce que :
- 20 (a) dans la première zone de combustion, le catalyseur est traité sous
une pression de 3 à 8 bars sensiblement égale à celle qui règne dans
le dit premier réacteur, à une température comprise entre 350 et 450
°C par un gaz de combustion à base d'un gaz inerte renfermant 0,01
à 1 % d'oxygène en volume, ce gaz de combustion provenant d'une
25 zone de lavage définie ci-dessous,
- (b) dans la deuxième zone de combustion, le catalyseur est traité sous
une pression de 3 à 8 bars sensiblement égale à celle qui règne dans
le dit premier réacteur à une température supérieure d'au-moins 20
30 °C à la température qui règne dans la première zone de combustion,
en présence des gaz en provenance de la première zone de
combustion et en présence d'un gaz inerte d'appoint renfermant
jusqu'à 20 % en volume d'oxygène de façon à ce que le catalyseur
soit au contact d'un gaz renfermant 0,01 à 1 % d'oxygène en volume,

- (c) les gaz de brûlage sont évacués de la deuxième zone de brûlage et sont scindés en deux parties, une première partie renfermant en volume 80 à 90 % de la totalité des gaz de brûlage sont mélangés avec les gaz évacués de la zone d'oxychloration définie ci-dessous, le mélange ainsi obtenu étant envoyé dans une boucle de lavage et dans une zone de séchage, une deuxième partie renfermant en volume 10 à 20 % sont mélangés d'une part avec un gaz inerte contenant de l'oxygène et d'autre part avec au-moins un composé choisi dans le groupe constitué par le chlore et les composés chlorés pour former un gaz d'oxychloration renfermant 1 à 4 % en volume d'oxygène,
- (d) dans la zone d'oxychloration, le catalyseur est traité par le dit gaz d'oxychloration sous une pression de 3 à 8 bars et à une température comprise entre 350 et 550 °C et les gaz sont évacués de la zone d'oxychloration pour être mélangés comme indiqué précédemment avec les gaz soutirés de la deuxième zone de brûlage,
- (e) dans la zone de calcination, le catalyseur est traité entre 350 et 550 °C sous une pression comprise entre 3 et 8 bars, par au moins une partie des gaz en provenance de la boucle de lavage et d'une zone de séchage, avec un appoint d'air frais et de façon à ce que les gaz introduits dans la zone de calcination renferment de 1 à 10 % d'oxygène en volume et ne renferment pas plus de 100 p.p.m de vapeur d'eau,
- (f) l'autre partie des gaz en provenance de la boucle de lavage étant utilisée dans l'étape (a) comme gaz de combustion
- 2) Procédé selon la revendication 1 dans lequel, au cours de l'étape (a) on opère entre 4 et 5 bars sous une température comprise entre 380 et 420 °C, au cours de l'étape (b) on opère à une pression comprise entre 4 et 5 bars et à une température supérieure de 60 à 80 °C à la température qui règne dans l'étape (a), c'est-à-dire dans la première zone de combustion,

au cours de chacune des étapes (d) et (e), on opère à une pression comprise entre 3 et 5 bars.

3) Procédé selon l'une des revendications 1 et 2 dans lequel, au cours
5 de l'étape (e), la teneur en oxygène en volume est comprise entre 2 et 7 % avec une teneur en eau inférieure à 50 p.p.m.

4) Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 dans lequel au cours de
l'étape (c) le gaz d'oxychloration renferme 1 000 à 7 000 p.p.m d'eau.
10

5) Procédé selon la revendication 4 dans lequel la teneur en vapeur d'eau est comprise entre 2 000 et 4 000 p.p.m.

6) Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel dans
15 chacune des deux zones de combustion, dans la zone d'oxychloration et dans la zone de calcination, les différents gaz utilisés circulent à co-courant du catalyseur.

