

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 18787

(54) Procédé de production en deux étapes d'hydrocarbures liquides à partir du charbon à faible teneur en insolubles dans l'heptane.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). C 10 G 1/06, 47/00.

(22) Date de dépôt 29 août 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *EUA, 7 septembre 1979, n° 073 156.*

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 12 du 20-3-1981.

(71) Déposant : Société dite : CHEVRON RESEARCH CO., résidant aux EUA.

(72) Invention de : Joel W. Rosenthal, Arthur J. Dahlberg et Christopher W. Kuehler.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Rinuy, Santarelli,
14, av. de la Grande-Armée, 75017 Paris.

La présente invention concerne un procédé perfectionné de liquéfaction du charbon brut. L'invention concerne, de manière plus particulière, un procédé conformément auquel du charbon subdivisé est dissous dans
5 un solvant provenant d'un traitement, possédant une faible teneur en insolubles dans l'heptane et est subséquemment soumis à un hydrocraquage dans des conditions opératoires spécifiées.

Le charbon constitue notre ressource en combustible fossile indigène la plus abondante et, par suite de
10 la raréfaction des réserves en pétrole, on a concentré les efforts de recherche sur la récupération à l'échelle industrielle d'hydrocarbures liquides à partir du charbon.

Une approche prometteuse dans ce domaine réside
15 dans la liquéfaction directe du charbon accompagnée d'une production minimale de gaz.

Cette approche s'est principalement dégagée des travaux précoces de F. Bergius qui découvrit que des combustibles ou carburants de transport pouvaient être
20 produits sous l'effet d'une hydrogénation à pression élevée d'une pâte constituée de charbon, d'un solvant et d'un catalyseur.

Les dernières découvertes ont révélé l'avantage de l'emploi de solvants d'hydrogénation spécifiques
25 à des pressions et températures peu élevées. Grâce à l'emploi de ces solvants, comme des substances aromatiques polycycliques partiellement saturées, le transfert d'hydrogène au charbon est facilité et la dissolution améliorée. Cependant, les produits issus d'appareils de
30 dissolution en une étape ont une teneur typiquement élevée en asphaltènes, possèdent des poids moléculaires moyens élevés comme aussi de fortes viscosités. Ces caractéristiques élèvent des obstacles considérables à l'enlèvement de fines particules résiduelles de
35 charbon en suspension dans le produit et qui possèdent habituellement un diamètre qui varie de 1 à 25 microns.

- 2 -

La nature complète des résidus de charbon ou des solides non dissous n'est pas totalement éclaircie, mais les résidus semblent être constitués d'un produit composite d'espèces de substances organiques et inorganiques. La matière organique résiduelle est similaire au coke et la matière résiduelle inorganique est semblable aux constituants bien connus de la cendre du charbon. L'enlèvement de ces particules est bien évidemment nécessaire en vue d'engendrer un combustible brûlant proprement et à faible teneur en cendre.

Il s'en suit que de nombreux chercheurs ont focalisé leurs efforts sur la mise au point de procédés permettant de faciliter l'enlèvement des résidus par des techniques différant des procédés classiques. L'une des tentatives de ce genre a consisté dans l'addition d'un agent de précipitation ou d'un anti-solvant au produit chargé de résidus. Des solvants de précipitation convenables comprennent les hydrocarbures aliphatiques ou naphthéniques. Ces agents sont miscibles au solvant de liquéfaction mais ne dissolvent pas les résidus de charbon et sont ainsi précipités. Les brevets des Etats-Unis d'Amérique n° 3.852.182 et 4.075.080 dont les descriptions sont incorporées au présent mémoire à titre de référence, donnent des exemples illustratifs des enseignements de la technique antérieure dans ce domaine.

L'emploi de tels anti-solvants ou de tels agents de précipitation est cependant coûteux, tant du point de vue du capital à investir que du point de vue opératoire et le procédé souffre en outre d'un inconvénient supplémentaire. Les liquides produits à partir d'appareils de dissolution à une seule étape ont une teneur habituellement élevée en asphaltènes. On a traditionnellement défini les asphaltènes comme étant des matières hydrocarbonées à poids moléculaire élevé à déficience en hydrogène, qui sont insolubles dans

les hydrocarbures aliphatiques à chaîne droite, tels que le n-heptane. Il est à présent admis que les définitions les plus larges des asphaltènes se rapportent à un large spectre de matières hydrocarbonées que l'on peut caractériser davantage. On peut poursuivre l'extraction d'un asphaltène insoluble dans l'heptane par l'emploi de solvants du type benzène, chloroforme et diméthylformamide (DMF) dans l'ordre indiqué. Les asphaltènes solubles dans le benzène se caractérisent par une proportion élevée de molécules qui possèdent un poids moléculaire fluctuant d'environ 450 à environ 650 et par une déficience modérée en hydrogène seulement. Les asphaltènes solubles dans le chloroforme se caractérisent par une proportion élevée de molécules qui possèdent un poids moléculaire de l'ordre d'environ 1000 à environ 1200. Les asphaltènes solubles dans le diméthylformamide se caractérisent par une proportion élevée de molécules qui possèdent un poids moléculaire qui fluctue d'environ 1 800 à environ 2 000 et qui présentent une grave déficience en hydrogène. Dans un extrait de liquéfaction du charbon typique, les fractions d'asphaltènes solubles dans le benzène, le chloroforme et le diméthylformamide peuvent représenter jusqu'à environ 50, 35 et 15% en volume respectivement, de la fraction d'asphaltènes insolubles dans l'heptane.

Comme on l'utilise dans le présent mémoire descriptif et les revendications qui le terminent, on se réfèrera génériquement à ce spectre de composés hydrocarbonnés à poids moléculaires élevés sous l'appellation d'insolubles dans l'heptane, afin d'éviter toute confusion avec la définition traditionnelle des asphaltènes, qui excluerait les matières insolubles dans le benzène. Bien que les asphaltènes soient solubles dans les solvants du charbon mis en oeuvre, ils tendent à précipiter de la solution après l'addition d'anti-solvants à courte chaîne. Leur précipitation

facilite l'agglomération de la cendre insoluble mais entraîne une perte substantielle de produit à partir des fractions à haut point d'ébullition du charbon dissous. La reconnaissance de ce problème et une tentative de solution de ce dernier sont parfaitement illustrées dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.029.567 dont la description est également incorporée au présent mémoire à titre de référence.

J. Gatsis et G. Tan, manifestement conscients du problème susmentionné, ont tenté de l'attaquer sous un angle différent dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.081.360 dont la description est incorporée au présent mémoire à titre de référence, en supprimant la formation d'asphaltène au cours de l'étape de liquéfaction du charbone. Le brevet cité en dernier lieu enseigne la liquéfaction du charbon avec un solvant du charbon hydrogéné à faible teneur en asphaltène et l'addition subséquente d'un solvant constitué par un hydrocarbure aromatique léger de façon à faciliter la séparation de la cendre. D'autres techniques visant au même effet sont décrites dans les brevets des Etats-Unis d'Amérique n° 3.997.425, 4.081.358, 4.081.359, 4.082.643 et 4.082.644.

Le traitement de liquéfaction du charbon en deux étapes directes se développa par l'addition d'une étape catalytique afin d'hydrogéner davantage et de décomposer les produits à poids moléculaires élevés engendrés dans l'appareil de dissolution. Avec l'examen rétrospectif et avec l'intelligence que la perception des techniques passées procurent fréquemment, une telle étape ne semble pas être sans précédent. Cependant, le passage direct d'un courant chargé de solides à travers un réacteur catalytique était considéré jusque là, au mieux, comme peu pratique. Les unités à deux étapes ou deux étages ont solutionné la plupart des problèmes d'enlèvement de résidus du charbon, étant donné que le produit hydrocraqué était

relativement léger et de viscosité relativement faible, permettant ainsi l'emploi de techniques d'élimination de solides classiques. La teneur en asphaltènes du produit sortant du réacteur catalytique était considérablement réduite par l'hydrogénation catalytiquement provoquée. Des brevets représentatifs couvrant des procédés de liquéfaction du charbon par étapes comprennent le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.018.663 accordé à C. Karr, Jr. et col., le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.083.769 accordé à R. Hildebrand et col. et le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.111.788 accordé à M. Chervenak et col.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.018.663 décrit un procédé à deux étapes conformément auquel on fait passer une suspension de charbon et d'huile à travers un premier réacteur contenant une charge d'une matière de contact non catalytique, poreuse, en présence d'hydrogène à une pression de 70,3 à $140,6 \times 10^5$ Pa au-dessus de la pression atmosphérique et à une température de 400 à 450°C. Le produit qui sort de ce réacteur est ensuite de préférence filtré de façon à séparer le résidu de charbon et est amené à passer dans un réacteur catalytique en vue de la désulfuration, de la dénitrification et de l'hydrogénation du charbon dissous.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.083.769 décrit un procédé conformément auquel on fait passer une suspension de charbon-solvant préchauffée en même temps que de l'hydrogène à travers une première zone de dissolution fonctionnant à une pression supérieure à 218×10^5 Pa et à une température supérieure à celle régnant dans le préchauffeur. L'effluent sortant de l'appareil de dissolution est ensuite hydrogéné dans une zone catalytique également maintenue à une pression supérieure à 218×10^5 Pa et à une température qui fluctue de 371 à 441°C, de façon à engendrer des hydrocarbures liquides et un solvant de recyclage.

- 6 -

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.111.788 décrit un procédé conformément auquel une suspension de charbon et d'huile est amenée à traverser un appareil de dissolution ne contenant pas de catalyseur, le produit issu de l'appareil de dissolution étant subséquemment traité dans un lit catalytique bouillonnant ou effervescent à une température d'au moins 14°C inférieure à la température qui règne dans l'appareil de dissolution. Une partie du liquide produit est, de préférence, recyclée afin de l'utiliser à titre de solvant.

La présente invention a donc plus particulièrement pour objet un procédé de liquéfaction du charbon qui comprend :

15 la formation d'une suspension de charbon et de solvant en mélangeant du charbon subdivisé à un solvant, le passage de ladite suspension avec de l'hydrogène ajouté à travers une zone de dissolution exempte de catalyseur fourni de l'extérieur et de particules de contact afin de sensiblement dissoudre le charbon en question et

la mise en contact de l'effluent provenant de ladite zone de dissolution dans une zone de réaction avec un catalyseur d'hydrocraquage, dans des conditions d'hydrocraquage, de façon à engendrer un second effluent, caractérisé en ce que :

on maintient la température dans la zone de dissolution dans la gamme de 425 à 480°C,

les conditions d'hydrocraquage comprennent une température qui fluctue de 340 à 400°C et une pression qui fluctue de 70 à 205 $\times 10^5$ Pa, si bien que le second effluent comporte une fraction normalement liquide contenant des insolubles dans l'heptane,

on refroidit au moins une partie de ladite fraction d'effluent normalement liquide de façon à précipiter sensiblement la totalité des insolubles dans l'heptane précités et

- 7 -

on recycle au moins une partie de la fraction liquide, sensiblement exempte d'insolubles dans l'heptane, refroidie, en vue de son emploi comme solvant du charbon.

De préférence, ladite partie de ladite fraction
5 d'effluent normalement liquide est refroidie jusqu'à une température qui fluctue de 16 à 95°C.

Il est avantageux que ladite partie de ladite fraction d'effluent normalement liquide soit une fraction bouillant à et au-delà de 200°C.

10 Il est avantageux que la fraction d'effluent normalement liquide contenant des insolubles dans l'heptane possède une teneur en insolubles dans l'heptane qui varie de 2 à 5% en poids.

Le catalyseur d'hydrocraquage utilisé dans la
15 zone de réaction est, de préférence, maintenu dans un lit fixe, bien que l'on puisse également se servir d'un lit mobile ou en effervescence. Les catalyseurs d'hydrocraquage préférés comprennent des composants d'hydrogénation, comme le nickel-molybdène, le cobalt-molybdène ou le
20 nickel-tungstène ou une base de craquage faiblement acide, telle que l'alumine.

La matière passant à travers la zone de dissolution y séjourne, de préférence, pendant une durée qui fluctue de 0,25 à 1 heure. La zone de dissolution est
25 exempte de tout catalyseur externe ou d'autres matières ou de particules de contact, mais peut comporter des chicanes de façon à assurer l'existence de conditions d'écoulement du type à tampon ou bouchon. On maintient une vitesse spatiale horaire de suspension dans la zone de
30 réaction catalytique qui varie de 0,1 à 2 et, de préférence, de 0,2 à 0,5.

La figure unique annexée au présent mémoire illustre des trajets d'écoulement convenable sous forme de schéma bloc permettant la mise en oeuvre d'une forme
35 de réalisation du procédé suivant l'invention. Le charbon (C) et un solvant possédant une faible teneur en insolubles dans l'heptane sont mis en suspension

dans une zone de mélange 10 et on fait passer la suspension par la conduite 15 de manière à la faire parvenir dans la zone de dissolution 20. On introduit de l'hydrogène dans l'appareil de dissolution 20 et le produit
5 qui en sort (effluent) passe par la conduite 30 dans une zone de réaction catalytique 35. Les produits qui sortent de la zone 35 passent dans une zone de séparation 55 où ils subissent une élimination de gaz légers et le courant de liquides et de solides qui sort de la zone
10 55 passe dans une première zone de séparation de solides 60. De la zone 60, le courant pauvre en solides 65 passe dans une zone de précipitation 70 pour produire du solvant de recyclage 110. Le courant riche en solides de la zone 60 passe dans une seconde zone de séparation
15 de solides 80.

En se référant à présent au dessin de manière plus détaillée, on voit que le charbon subdivisé est mélangé à un solvant donneur d'hydrogène dans une zone de mélange 10. Le produit de base pour la mise en oeuvre
20 du procédé suivant l'invention est un charbon solide subdivisé, tel que l'anthracite, le charbon bitumineux, le charbon sub-bitumineux, la lignite ou leurs mélanges. Les charbons bitumineux et sub-bitumineux sont particulièrement préférés et il est également préférable que
25 lesdits charbons soient broyés ou moulus jusqu'à un calibre des particules inférieur à 149 microns, bien que l'on puisse également traiter des charbons à calibres de particules plus importants.

Le solvant est constitué d'hydrocarbures aromati-
30 ques polycycliques partiellement hydrogénés, comportant généralement un ou plusieurs noyaux au moins partiellement saturés. Le solvant dérive du procédé tel que décrit dans la suite du présent mémoire et est constitué, de préférence, d'une fraction bouillant à 200°C et au-delà,
35 sensiblement exempte d'insolubles dans l'heptane et de solides insolubles. Bien que l'on puisse se servir de fractions à plus bas point d'ébullition, de telles

fractions tendraient à inutilement abaisser la pression partielle d'hydrogène de l'unité et, par conséquent, à être de valeur douteuse. Au surplus, les fractions à points d'ébullition moins élevés ne présentent pas les viscosités élevées nécessaires à l'obtention de bonnes propriétés de transport du charbon sous forme de suspension.

Le charbon subdivisé est mélangé au solvant dans un rapport pondéral solvant à charbon qui varie d'environ 0,5:1 à 5:1 et, de préférence, d'environ 1:1 à 2:1. De la zone de mélange 10, la suspension est amenée à passer sous pression ou est pompée à travers la conduite 15 de manière à parvenir dans la zone de dissolution 20. L'appareil de dissolution ou dissolvant fonctionne à une température qui fluctue de 325 à 480°C, de préférence 425 à 455°C et plus avantageusement encore de 440°C à 450°C, pendant une période qui suffit à sensiblement dissoudre le charbon. Sur une base d'absence de cendres et d'humidité, au moins 70% en poids et, de préférence, plus de 90% en poids, du charbon sont dissous dans la zone 20, de façon à former un mélange de solvant, de charbon dissous et de solides insolubles ou de résidus de charbon. On maintient les températures de la suspension de charbon en dessous de 480°C dans le dissolvant afin d'éviter un craquage thermique excessif qui réduit sensiblement le rendement global en produits normalement liquides.

De l'hydrogène est également introduit dans la zone de dissolution par la conduite 25 et cet hydrogène est normalement constitué d'hydrogène frais et de gaz de recyclage. Les autres conditions réactionnelles qui règnent dans la zone de dissolution comprennent une durée de séjour de 0,1 à 2 heures, de préférence 0,25 à 1 heure, une pression qui fluctue de 35 à 680 $\times 10^5$ Pa, de préférence de 100 à 340 $\times 10^5$ Pa et, plus avantageusement encore, de 100 à 170 $\times 10^5$ Pa et un débit d'hydrogène gazeux de 355 à 3550 litres par litre de

suspension et, de préférence, de 380 à 1480 litres par litre de suspension. La structure physique du dissolvant en soi est, de préférence, conçue de telle manière que la suspension puisse s'y écouler vers le haut ou
5 vers le bas. De préférence, la zone est munie de chicanes ou est suffisamment allongée pour atteindre des conditions d'écoulement tampon ou bouchon, ce qui permet la mise en oeuvre du procédé conforme à la présente invention sur une base continue. Le dissolvant ne contient ni
10 catalyseur, ni particules de contact de quelque source externe quelle soit, bien que la matière minérale contenue dans le charbon puisse exercer un certain effet catalytique.

Le mélange de charbon dissous, de solvant et de
15 solides insolubles provenant du dissolvant 20 est introduit par la conduite 30 dans une zone de réaction 35 contenant un catalyseur d'hydrocraquage. Dans la zone d'hydrocraquage, une hydrogénation et un craquage se produisent simultanément et les composés à poids moléculaires
20 élevés sont davantage hydrogénés et convertis en composés à poids moléculaires moins élevés, le soufre est enlevé et transformé en acide sulfhydrique, l'azote est enlevé et transformé en ammoniac et l'oxygène est enlevé et transformé en eau. De préférence, la zone de réaction
25 catalytique est du type à lit fixe, bien que l'on puisse également se servir d'un lit effervescent ou mobile. Le mélange de gaz, de liquides et de solides insolubles monte, de préférence, à travers le réacteur catalytique, mais il peut également descendre à travers ce dernier.

30 Les catalyseurs utilisés dans la zone d'hydrocraquage peuvent être n'importe lesquels des catalyseurs d'hydrocraquage bien connus et disponibles dans le commerce. Un catalyseur approprié à utiliser dans la zone d'hydrocraquage comprend un composant d'hydrogénation et un
35 composant de craquage modéré. De préférence, le composant d'hydrogénation est supporté par une base de craquage réfractaire, faiblement acide. Comme bases appropriées

de ce genre, on peut citer, à titre d'exemples, la silice, l'alumine ou des produits composites de deux ou plus de deux oxydes réfractaires, comme les produits composites du type silice-alumine, silice-magnésie, 5 silice-oxyde de zirconium, alumine-oxyde de bore, silice-oxyde de titane, silice-oxyde de zirconium-oxyde de titane, argiles traitées à l'acide et analogues.

On peut également se servir de phosphates de métaux acides, comme le phosphate d'alumine. Les bases 10 de craquage préférées sont l'alumine et les produits composites de silice et d'alumine. Comme composants d'hydrogénation convenables, on peut citer les métaux du groupe VIB, les métaux du groupe VIII et leurs oxydes, sulfures ou leurs mélanges. Sont tout particulièrement 15 préférés le cobalt-molybdène, le nickel-molybdène ou le nickel-tungstène sur des supports d'alumine.

La température qui règne dans la zone d'hydrocraquage doit être maintenue dans la gamme de 340°C à 400°C afin d'éviter un encrassement. La température qui 20 règne dans la zone d'hydrocraquage doit par conséquent être maintenue entre 25°C et 140°C en-dessous de la température qui règne dans la zone de dissolution et ceci peut se réaliser en refroidissant le produit qui sort du dissolvant par des procédés classiques, comme par mise 25 en oeuvre d'un échange de chaleur indirect ou par mise en oeuvre d'autres opérations ou encore par un refroidissement à l'aide d'hydrogène. Les autres conditions de l'hydrocraquage comprennent une pression de 75 à 205 $\times 10^5$ Pa et, plus avantageusement, de 100 à 170 30 $\times 10^5$ Pa, un débit d'hydrogène de 355 à 3 550 litres par litre de suspension, de préférence 380 à 1780 litres d'hydrogène par litre de suspension et une vitesse spatiale horaire de la suspension qui varie de 0,1 à 2, de préférence de 0,2 à 0,5.

35 De préférence, les pressions qui règnent dans l'étage de dissolution non catalytique et dans l'étage d'hydrocraquage catalytique sont sensiblement les mêmes

afin d'éliminer un pompage entre étages successifs.

De préférence, l'effluent total qui quitte la zone de dissolution passe dans la zone d'hydrocraquage. Cependant, étant donné que de faibles quantités d'eau et des gaz légers (C_1-C_4) sont engendrés dans le premier étage par l'hydrogénation des liquides du charbon, le catalyseur dans le second étage est soumis à une plus faible pression partielle d'hydrogène que si ces matières étaient absentes. Etant donné que des pressions partielles d'hydrogène supérieures tendent à accroître la durée de vie du catalyseur, il peut être souhaitable, lors de la mise en oeuvre d'une opération à l'échelle industrielle, d'enlever une partie de l'eau et des gaz légers avant que le courant ne pénètre dans l'étage d'hydrocraquage. Au surplus, l'évacuation entre étages de l'oxyde de carbone et d'autres gaz contenant de l'oxygène, peut réduire la consommation d'hydrogène dans l'étage d'hydrocraquage, en raison de la réduction des oxydes du carbone. Le produit effluent 40 qui quitte la zone de réaction est, de préférence, séparé en une fraction gazeuse 45 et une fraction pauvre en solides 50 dans la zone 55. La fraction gazeuse est constituée d'huiles légères bouillant en-dessous d'environ 200°C et de composants normalement gazeux, tels que H_2 , CO , CO_2 , H_2O et des hydrocarbures en C_1-C_4 . De préférence, on sépare l'hydrogène des autres composants gazeux et on le recycle vers les étages d'hydrocraquage ou de dissolution. La fraction liquide-solide 50 est introduite dans une zone de séparation 60 où le courant est séparé en un courant pauvre en solides 65 et un courant riche en solides 75. Les solides insolubles sont séparés dans la zone 60 par mise en oeuvre de procédés classiques, par exemple par hydroclonage, filtration, centrifugation et sédimentation par pesanté, ou par n'importe quelle combinaison des procédés en question. De préférence, les solides insolubles sont séparés par sédimentation par pesanté, ce qui constitue un avantage supplémentaire tout

particulier de la présente invention, étant donné que l'effluent de la zone de réaction d'hydrocraquage possède une faible viscosité et une densité relativement faible inférieure à 1. La faible densité de l'effluent permet
5 une séparation rapide des solides par sédimentation par pesanteur, si bien que généralement 90% en poids des solides peuvent être rapidement séparés. La réalisation d'un essai réel indique que l'on peut obtenir des teneurs en solides aussi faibles que 0,1% en poids dans des
10 appareils de sédimentation ou dépôt par pesanteur. De préférence, les solides insolubles sont séparés par sédimentation par pesanteur à une température élevée qui fluctue de 150°C à 205°C et à une pression qui fluctue de $1 \times 10^5 \text{ Pa}$ à $340 \times 10^5 \text{ Pa}$, de préférence 1
15 $\times 10^5 \text{ Pa}$ à $70 \times 10^5 \text{ Pa}$. La séparation des solides à une température et à une pression élevées, est tout particulièrement souhaitable afin de minimiser le poids spécifique et la viscosité du liquide et d'éviter un bouillonnement. Le courant de produit pauvre en solides
20 est évacué par la conduite 65 et amené à passer dans la zone de précipitation 70 et le courant riche en solides est amené à passer dans une zone de séparation de solides secondaire 80 par la conduite 75. La zone 80 peut comprendre une distillation, une cokéfaction de fluide,
25 une cokéfaction retardée, une centrifugation, un hydroclonage, une filtration, une sédimentation ou n'importe quelle combinaison des procédés susmentionnés. Les solides du séparateur sortent de la zone 80 par la conduite 95 afin d'être évacués et le liquide produit est évacué
30 par la conduite 100. Le produit liquide est sensiblement exempt de solides et contient moins de 1% en poids de solides.

Le courant pauvre en solides qui passe par la conduite 65 dans la zone 70 contient approximativement
35 2 à 5% en poids d'insolubles dans l'heptane et approximativement 0,1 à 0,5% en poids de résidus de charbon.

Bien que la teneur en insolubles dans l'heptane soit faible et, en fait, bien plus faible que celle qui pouvait être obtenue au cours de la mise en oeuvre des procédés de la technique antérieure, on a cependant
5 découvert qu'une telle teneur encrassait graduellement le catalyseur d'hydrocraquage dans la zone 35. Cet encrassement graduel serait insignifiant dans le cas d'un fonctionnement du catalyseur à des températures élevées, mais, dans le cas des catalyseurs qui opèrent aux tem-
10 pératures de mise en oeuvre du procédé suivant l'invention, la vitesse d'encrassement diminue désavantageusement la durée de vie des catalyseurs en question.

Dans la zone de précipitation 70, le courant pauvre en solides est davantage refroidi jusqu'à une
15 température de 16 à 95°C, afin de précipiter sensiblement tous les asphaltènes résiduels ou de produire au moins une proportion d'insolubles dans l'heptane inférieure à 0,5-1,0% en poids. Les insolubles dans l'heptane solidifiés peuvent ensuite être évacués par des
20 moyens classiques, comme une filtration ou une centrifugation. Après la séparation, le courant liquide passe par la conduite 110 dans la zone de mélange afin de l'utiliser à titre de solvant et les insolubles précipités sortent du système par la conduite 115.

25 On peut donc observer que la mise en oeuvre du procédé suivant la présente invention permet d'éliminer l'utilisation coûteuse d'anti-solvants en vue de l'élimination des insolubles dans l'heptane au cours de la production d'un solvant de recyclage supérieur.

30 Il faut comprendre que, bien qu'il soit préférable de séparer les solides avant de procéder à la mise en oeuvre de l'étape d'enlèvement des insolubles dans l'heptane et de ne soumettre seulement qu'une fraction de l'effluent et, plus particulièrement la fraction de l'
35 effluent bouillant à 200°C et au-delà, à l'étape de précipitation en vue de séparer les insolubles dans l'

heptane, il entre cependant dans le cadre et l'esprit de l'invention de refroidir le courant entier qui sort de la zone de réaction afin de précipiter les insolubles dans l'heptane avec les solides pour produire le solvant de recyclage.

Le procédé conforme à la présente invention engendre des produits normalement liquides extrêmement propres. Les produits normalement liquides, c'est-à-dire toutes les fractions de produit bouillant au-dessus de la température d'ébullition des hydrocarbures en C_4 , possèdent une densité inhabituellement faible, une faible teneur en soufre inférieure à 0,1% en poids, généralement inférieure à 0,02% en poids et une faible teneur en azote inférieure à 0,5% en poids, généralement inférieure à 0,2% en poids.

Ainsi qu'il ressortira clairement de la description détaillée ci-dessus, la mise en oeuvre du procédé selon la présente invention est simple et engendre des produits normalement liquides, propres, à partir du charbon, produits qui conviennent à de nombreuses fins. Le produit global convient tout particulièrement bien comme carburant en combustible pour turbines, tandis que des fractions particulières du produit conviennent comme essence, carburant pour moteurs à réaction et autres.

30

35

REVENDICATIONS

1. Procédé de liquéfaction du charbon,
qui comprend :

la formation d'une suspension de charbon et de
solvant en mélangeant du charbon subdivisé à un solvant,

5 le passage de ladite suspension avec de l'hydro-
gène ajouté à travers une zone de dissolution exempte
de catalyseur fourni de l'extérieur et de particules de
contact afin de sensiblement dissoudre le charbon en
question et

10 la mise en contact de l'effluent provenant de la-
dite zone de dissolution dans une zone de réaction
avec un catalyseur d'hydrocraquage, dans des conditions
d'hydrocraquage, de façon à engendrer un second effluent,
caractérisé en ce que :

15 on maintient la température dans la zone de dis-
solution dans la gamme de 425 à 480°C,

les conditions d'hydrocraquage comprennent une
température qui fluctue de 340 à 400°C et une pression
qui fluctue de 70 à 205 $\times 10^5$ Pa, si bien que le
20 second effluent comporte une fraction normalement
liquide contenant des insolubles dans l'heptane,

on refroidit au moins une partie de ladite frac-
tion d'effluent normalement liquide de façon à précipiter
sensiblement la totalité des insolubles dans l'heptane
25 précitées et

on recycle au moins une partie de la fraction
liquide, sensiblement exempte d'insolubles dans l'heptane,
refroidie, en vue de son emploi comme solvant du charbon.

2. Procédé suivant la revendication 1, caracté-
30 risé en ce que ladite partie de ladite fraction d'effluent
normalement liquide est refroidie jusqu'à une température
de 16°C à 95°C.

3. Procédé suivant l'une quelconque des revendi-
cations 1 et 2, caractérisé en ce que ladite partie de
35 ladite fraction d'effluent normalement liquide est une

fraction bouillant à 200°C et au-delà.

4. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1, 2 et 3, caractérisé en ce que la fraction d'effluent normalement liquide contenant des insolubles
5 dans l'heptane possède une teneur en insolubles dans l'heptane qui fluctue de 2 à 5% en poids.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que ladite fraction d'effluent normalement liquide contient des
10 résidus du charbon et une partie substantielle des résidus du charbon est séparée d'au moins ladite partie de ladite fraction d'effluent normalement liquide avant de refroidir ladite partie de ladite fraction d'effluent normalement liquide, afin de faire précipiter sensiblement tous
15 les insolubles dans l'heptane précités.

20

25

30

35

