



(22) Date de dépôt/Filing Date: 2002/06/21

(41) Mise à la disp. pub./Open to Public Insp.: 2002/12/25

(45) Date de délivrance/Issue Date: 2011/01/11

(30) Priorité/Priority: 2001/06/25 (FR01/08.441)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C07C 1/10* (2006.01),
B01J 8/22 (2006.01), *C10G 2/00* (2006.01)

(72) Inventeurs/Inventors:
SCHWEITZER, JEAN-MARC, FR;
LENGLET, ERIC, FR;
GAVIOT-BLANC, FRANCK, FR

(73) Propriétaires/Owners:
INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE, FR;
AGIP PETROLI S.P.A., IT;
ENI S.P.A., IT

(74) Agent: ROBIC

(54) Titre : DISPOSITIF ET PROCEDE OPTIMISANT LA CIRCULATION D'UNE SUSPENSION DANS UNE
INSTALLATION COMPRENANT UN REACTEUR FISCHER-TROPSCH

(54) Title: DEVICE AND PROCESS MAXIMIZING THE CIRCULATION OF A SUSPENSION IN A FACILITY INCLUDING
A FISCHER-TROPSCH REACTOR

(57) **Abrégé/Abstract:**

Installation de conversion chimique d'une charge par réaction Fischer-Tropsch, comprenant un réacteur contenant un slurry constitué au moins d'une suspension d'au moins un solide dans un liquide, une alimentation de gaz, un circuit, externe au réacteur, de circulation continue d'un courant de slurry, ledit slurry étant soutiré en au moins un point (A) et réintroduit au moins en partie en au moins un autre point (B), une section de séparation d'au moins un fluide du slurry traversant ledit circuit externe, ladite installation comprenant en outre : - des moyens permettant l'arrêt de la circulation dudit slurry dans ledit circuit, - des moyens d'introduction sous pression d'au moins un fluide de vidange du slurry contenu dans le circuit, - des moyens permettant la circulation du slurry dans ledit circuit externe dans des conditions telles que le nombre de Reynolds soit supérieur à 2 500.

PRECIS DE DIVULGATION

Installation de conversion chimique d'une charge par réaction Fischer-Tropsch, comprenant un réacteur contenant un slurry constitué au moins d'une suspension d'au moins un solide dans un liquide, une alimentation de gaz, un circuit, externe au réacteur, de circulation continue d'un courant de slurry, ledit slurry étant soutiré en au moins un point (A) et réintroduit au moins en partie en au moins un autre point (B), une section de séparation d'au moins un fluide du slurry traversant ledit circuit externe, ladite installation comprenant en outre :

- des moyens permettant l'arrêt de la circulation dudit slurry dans ledit circuit,
- des moyens d'introduction sous pression d'au moins un fluide de vidange du slurry contenu dans le circuit,
- des moyens permettant la circulation du slurry dans ledit circuit externe dans des conditions telles que le nombre de Reynolds soit supérieur à 2 500.

DISPOSITIF ET PROCÉDÉ OPTIMISANT LA CIRCULATION D'UNE
SUSPENSION DANS UNE INSTALLATION COMPRENANT
UN RÉACTEUR FISCHER-TROPSCH

La présente invention se rapporte à un dispositif et à un procédé de conversion chimique d'une charge, par exemple d'hydrocarbures, dans un réacteur triphasique également appelé réacteur "slurry" dans lequel est réalisée une réaction dite de Fischer-Tropsch. Plus particulièrement, le présent procédé s'applique à la conversion de gaz de synthèse (de composition voisine de $\text{CO} + 2 \text{H}_2$) par la réaction dite de Fischer-Tropsch, notamment avec un catalyseur au fer ou au cobalt.

10 Par le terme anglo-saxon "slurry", l'homme du métier désigne généralement une suspension de particules solides dans un liquide, par exemple une suspension de fines particules de diamètre moyen en général inférieur ou égal à environ 200 micromètres, à une concentration massique du solide dans le liquide le plus souvent comprise entre 0,1% et environ 70%. On désignera également par slurry, dans la présente invention, un mélange d'une suspension telle que précédemment décrite mais comprenant également une phase gazeuse, c'est à dire un mélange triphasique solide divisé / liquide / gaz. Sans sortir du cadre de l'invention, les réactifs de la réaction chimique mise en œuvre peuvent être contenus dans la phase gazeuse, dans la phase liquide, dans la phase solide ou même dans plusieurs de ces phases. Ladite phase solide est le plus souvent un catalyseur de la réaction de Fischer-Tropsch.

20 L'un des problèmes techniques les plus importants dans les procédés à réacteur en slurry (triphasique) est d'éviter la décantation du solide ou l'encrassement progressif, pouvant aller jusqu'au bouchage, des différentes parties de l'installation. Plus particulièrement, l'utilisation d'un procédé en slurry présente des contraintes importantes liées au transport de celui-ci dans les conduites.

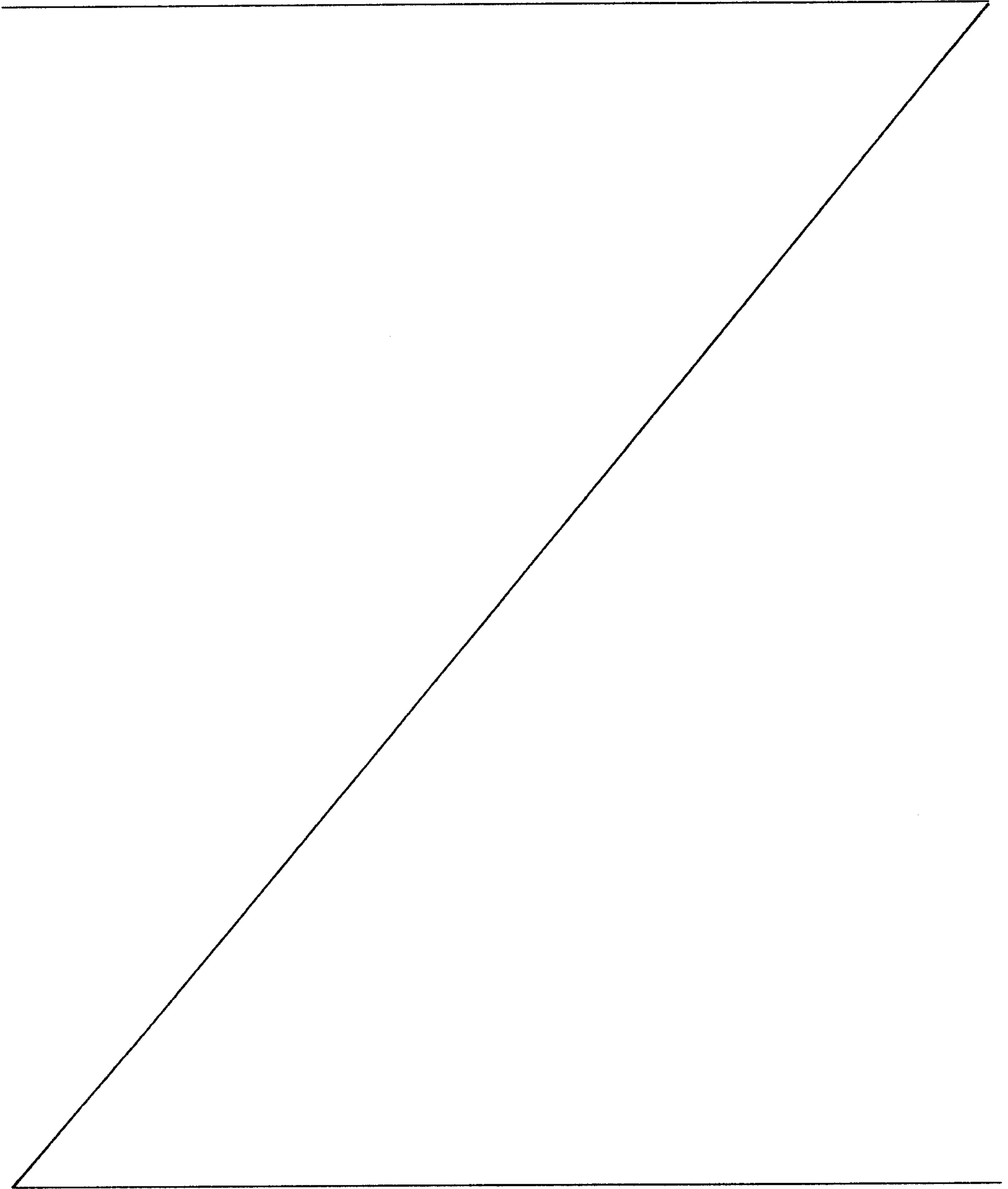
On connaît déjà des moyens curatifs permettant de limiter les dépôts ou de nettoyer des lignes par circulation d'un liquide de lavage.

Ces moyens sont par exemple décrits dans les brevets US 4,526,764 ou US 4,123,601.

30 Il a été trouvé par le demandeur que, de manière surprenante, une circulation de slurry dans les conditions particulières de l'invention permettait d'éviter et de prévenir le début d'un phénomène d'encrassement des lignes de circulation dudit slurry. Ainsi une vitesse de circulation minimale du slurry doit être assurée pour éviter les problèmes de

1a

sédimentation dans les lignes qui pourraient conduire à un bouchage. Une vitesse de circulation de slurry insuffisante provoque en effet le dépôt de solide dans les lignes horizontales ou peu inclinées par sédimentation du solide ce qui conduit à l'obstruction progressive de celles-ci. Lorsqu'il existe par exemple plusieurs circuits externes au réacteur, on peut être amené à passer d'un circuit à l'autre. Dans ce cas, certaines lignes slurry ne sont plus traversées par du slurry. Il y a alors sédimentation du solide contenu dans ces lignes provoquant ainsi le bouchage complet du circuit à l'arrêt. Il est



donc impossible de repasser à ce circuit sans l'avoir préalablement nettoyé et débouché. Selon un autre exemple, lors d'un arrêt de la pompe de recirculation de slurry, il est nécessaire de rincer les lignes avec un fluide de manière à enlever le solide déposé dans lesdites lignes après l'arrêt de la pompe.

- 5 La présente invention se rapporte à un dispositif et un procédé associé utilisé, dans une installation utilisant un réacteur en slurry, et présentant une fiabilité accrue vis à vis des risques de dépôt de solides et de bouchage de différentes parties de l'installation par rapport aux dispositifs de l'art antérieur. L'invention permet avantageusement d'éviter le début du phénomène de déposition des particules solides contenues dans le
10 slurry, par exemple en cas de mauvais fonctionnement de l'installation ou en cas d'arrêt volontaire de celle-ci.

Un autre objet de l'invention est de fortement réduire les coûts de maintenance liés aux phénomènes de dépôts de solide dans un réacteur en slurry.

- 15 Dans ce but, le demandeur a étudié dans une installation expérimentale différents régimes de circulation de slurry dans le réacteur d'une part, et d'autre part dans une boucle de circulation de slurry externe au réacteur, utilisée pour réaliser une séparation liquide/solide et récupérer le liquide produit par la réaction chimique.

- 20 De façon surprenante, il a été trouvé que les risques de dépôt de solide sont moins importants dans le réacteur que dans la boucle de circulation externe. Ainsi, en fonctionnement normal du réacteur, la suspension est maintenue en agitation du fait de la vitesse superficielle du gaz V_g et parfois par l'utilisation, en plus de l'effet du gaz, d'une vitesse superficielle liquide ascendante. Les conditions d'obtention d'une suspension stable sont connues de l'homme de l'art. Ces conditions permettent d'éviter les dépôts de solide au dessus du niveau moyen de l'injection du gaz dans le réacteur.
25 En testant différentes conditions avec un début de décantation du solide, le demandeur a trouvé que lors d'un début de décantation, on pouvait généralement restaurer une suspension sensiblement homogène en augmentant la vitesse superficielle du gaz et ceci d'autant plus facilement que l'injection de gaz est réalisée en une pluralité de points.

- 30 A contrario, il a été trouvé par le demandeur qu'un début de dépôt de solide dans des lignes de circulation externe pouvait difficilement être éliminé par simple augmentation de la vitesse de circulation du slurry. Il est donc plus difficile de restaurer l'état optimal de fonctionnement, c'est à dire l'absence de dépôt, pour les lignes de circulation externes. Par ailleurs il a été trouvé qu'un début de dépôt favorisait les dépôts
35 ultérieurs, ce qui aggrave le processus d'encrassement.

De plus, le demandeur a trouvé de façon surprenante qu'il existait une corrélation entre les problèmes rencontrés et les perturbations de fonctionnement en particulier lors des arrêts de l'installation, même de courte durée.

5 L'invention propose donc un dispositif permettant non pas de limiter les dépôts ou de les éliminer mais d'éviter en majeure partie, voire totalement, le début d'un processus de déposition, processus s'accéléralant une fois amorcé.

De façon préférée, l'invention prévoit également un dispositif de fiabilité optimale, permettant d'éviter ainsi l'amorçage du processus de déposition même en cas de non disponibilité immédiate des opérateurs de l'installation. Ce dispositif, automatisé,
10 supprime ainsi les risques de fausse manœuvre, et permet de limiter le personnel requis pour la bonne marche de l'installation.

Pour effectuer un nettoyage efficace des lignes du circuit externe, il faut selon l'invention procéder selon les étapes suivantes:

- 15 - commencer le rinçage avant la déposition d'une fraction notable du solide dans la conduite et de préférence avant le début du phénomène de sédimentation du solide dans ladite conduite ; s'il y a plusieurs lignes dans le circuit externe, un système de rinçage automatique est nécessaire,
- 20 - assurer une vitesse du liquide de rinçage au moins supérieure à une vitesse minimale permettant une suspension des particules solides dans les conduites horizontales ou peu inclinées du ou des circuits externes, présentant par exemple un angle inférieur à 60° par rapport à l'horizontale ; le volume de liquide de rinçage injecté étant avantageusement au moins deux fois égal au volume de la ligne à rincer pour assurer une bonne efficacité de rinçage.
- 25 - utiliser un liquide de rinçage n'ayant pas d'interaction avec le catalyseur pouvant provoquer sa détérioration et donc sa désactivation,
- utiliser de préférence un liquide de rinçage ayant un point de solidification inférieur ou égal à celui de la fraction liquide du slurry et généralement inférieur à la température ambiante, pour éviter lesdits problèmes en cas d'arrêt de l'installation.

Dans sa forme la plus générale, l'invention se rapporte à une installation de conversion
30 chimique d'une charge riche en hydrogène et en monoxyde de carbone par la réaction de Fischer-Tropsch, comprenant au moins un réacteur contenant un slurry constitué au moins d'une suspension d'au moins un solide dans un liquide, une alimentation de gaz située dans la partie inférieure de ce réacteur, un circuit, externe au réacteur, de circulation continue d'un courant de slurry, ledit slurry étant soutiré en au moins un
35 point (A) du réacteur et réintroduit au moins en partie en au moins un autre point (B)

dudit réacteur, une section de séparation d'au moins un fluide contenu dans le courant de slurry traversant ledit circuit externe, ladite installation étant caractérisée en ce qu'elle comprend en outre :

- des moyens permettant l'arrêt de la circulation dudit slurry dans ledit circuit,
- des moyens d'introduction sous pression d'au moins un fluide de vidange du slurry contenu dans le circuit en au moins un point (D) dudit circuit,
- des moyens permettant la circulation du slurry dans ledit circuit externe dans des conditions telles que le nombre de Reynolds soit supérieur à 2500 en tout point dudit circuit.

10 Le ou lesdits points d'introduction sont placés dans ledit circuit entre lesdits moyens d'arrêt de la circulation du slurry et ladite section de séparation; et lesdits moyens d'arrêt de la circulation et de vidange dudit slurry comprennent:

- au moins une vanne de sectionnement disposée sur ledit circuit,
- des moyens de mise en communication d'au moins un point d'introduction (D) du circuit avec une source d'au moins un fluide sous une pression supérieure à celle du point (D), ce fluide étant sensiblement dépourvu de solide en suspension,
- un volume libre dans la partie supérieure du réacteur au dessus de la suspension liquide/solide, ce volume étant supérieur au volume de la suspension liquide/solide contenue dans le circuit et dans la section de séparation.

20 Selon un premier mode de réalisation de l'invention, au moins l'un desdits fluides de vidange est un gaz sous pression.

Selon un autre mode de réalisation qui peut être combiné au précédent, au moins l'un desdits fluides de vidange est un liquide sous pression.

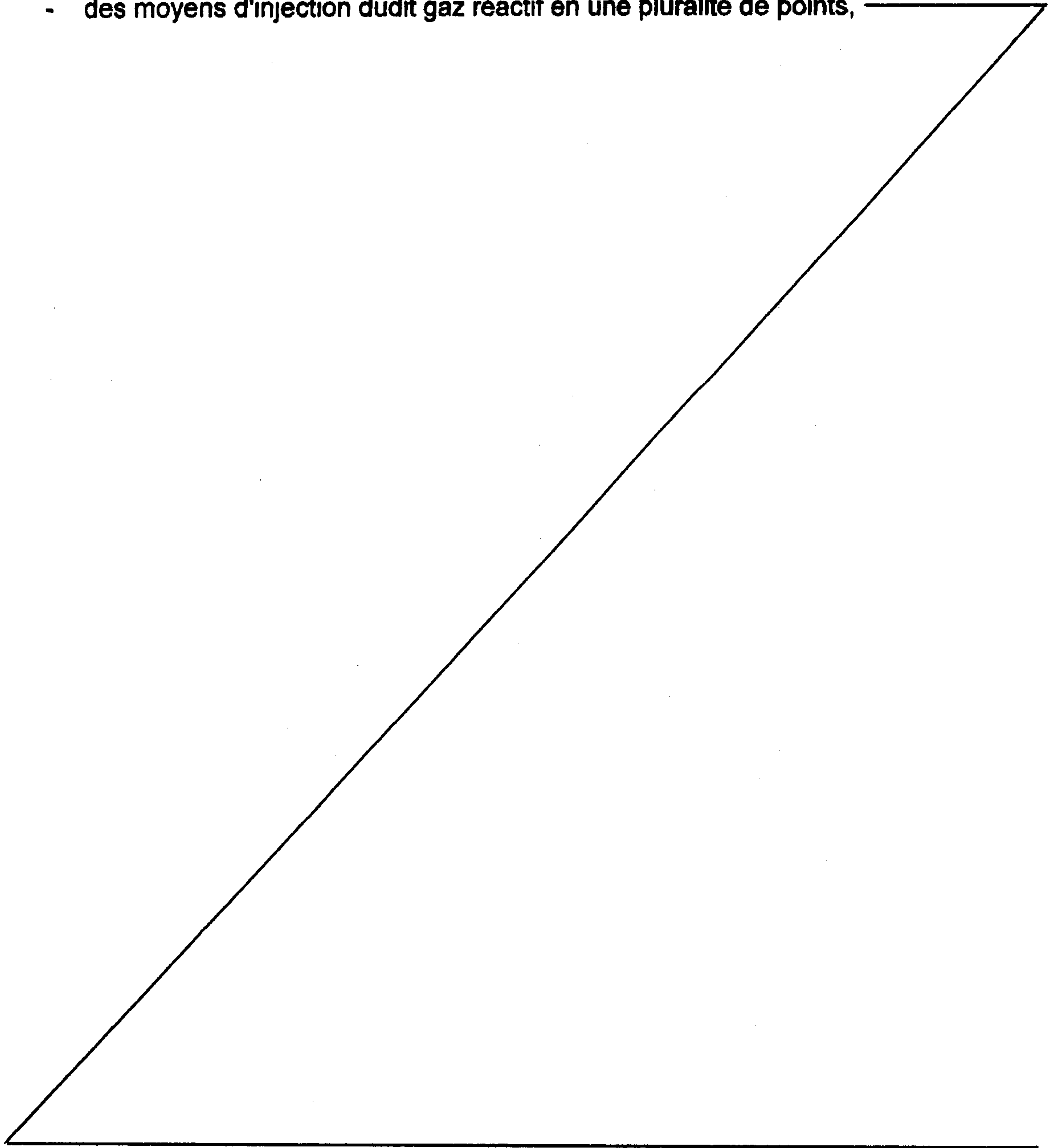
Avantageusement, ladite installation comprend des moyens de détection d'au moins un défaut de fonctionnement de ladite installation reliés à des moyens de commande des moyens de fermeture de la vanne de sectionnement et de l'ouverture d'au moins une

4a

vanne permettant la mise en communication dudit circuit avec ladite source de fluide sous pression.

Typiquement, ledit réacteur comprend en outre :

- des moyens d'injection dudit gaz réactif en une pluralité de points,



- des moyens de mise en suspension et d'agitation du slurry dans le réacteur, lesdits moyens étant dimensionnés pour éviter les dépôts de solide dans le réacteur au dessus des points d'injection dudit gaz,

5 Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, lesdits moyens permettant la circulation du slurry dans ledit circuit externe sont dimensionnés de telle manière que ledit nombre de Reynolds du slurry varie entre 2 500 et 500 000 en tout point dudit circuit externe.

10 Avantageusement, ladite installation comprend en outre des moyens de condensation d'au moins une partie de l'effluent gazeux issu du réacteur, des moyens de stockage d'au moins une partie de l'effluent condensé, lesdits moyens de stockage étant reliés aux moyens d'introduction du ou des fluides de vidange dans ledit circuit,

Le plus souvent, ledit solide en suspension est un catalyseur de la réaction de Fischer-Tropsch et ledit fluide sous pression est un fluide chimiquement compatible avec ledit catalyseur.

15 La présente invention se rapporte aussi à un procédé permettant la mise en œuvre de l'installation telle que précédemment décrite dans lequel on utilise un fluide de vidange comprenant au moins en partie au moins une fraction d'au moins un des effluents de la réaction de Fischer-Tropsch.

20 Alternativement ou en combinaison, ledit fluide de vidange peut comprendre sans sortir du cadre de l'invention au moins un fluide choisi dans le groupe constitué par l'azote, l'hydrogène, le monoxyde de carbone, les hydrocarbures liquides ou vaporisés comprenant principalement des composés ayant moins de 20 atomes de carbone, et des mélanges formés en totalité ou en partie à partir de ces différents fluides.

25 En général, le fluide de vidange choisi dans ce cas présente un point de solidification inférieur à celui de la phase liquide contenue dans le slurry et/ou inférieur à la température ambiante.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description suivante, illustrée par la figure 1, schématisant une partie d'une installation de conversion chimique selon la réaction de Fischer-Tropsch, grâce à un réacteur comprenant un slurry.

30 La figure 1 comprend un réacteur en slurry (2), comprenant dans sa partie inférieure une ligne 1 d'alimentation de gaz réactif, injecté dans le réacteur (2) en une pluralité de points d'injection 6. En partie supérieure du réacteur (2) se trouve une zone (5) en phase essentiellement gazeuse, située au dessus du slurry. Ledit slurry est sous une

forme triphasique et se présente sous la forme d'une phase continue, constituée par une suspension liquide/solide traversée par des bulles de gaz.

En tête du réacteur (2), une ligne (3) permet d'évacuer les effluents gazeux issus de la réaction, comprenant les gaz non convertis et les produits gazeux de la réaction. Ces effluents gazeux traversent un échangeur (4) de refroidissement, ledit refroidissement entraînant la condensation d'une partie des composés les plus lourds, qui sont séparés dans un ballon séparateur (31). Ce ballon permet de séparer une phase gazeuse évacuée par la ligne (32) d'une première phase liquide, par exemple de l'eau, évacuée par la ligne (33), et d'une seconde phase liquide, par exemple des hydrocarbures produits par la réaction. Lesdits hydrocarbures sont ensuite évacués par la ligne (34). Cette dernière phase liquide est pompée au moyen d'un moyen (35), puis est réchauffée dans l'échangeur de chaleur (36) dans des conditions permettant une vaporisation partielle de ladite phase, fractionnée ensuite dans le ballon séparateur (37). La phase gazeuse arrivant dans le ballon (37) est évacuée par une ligne (38) sur laquelle se trouve une vanne (39) de régulation de pression, mais peut également être évacuée par une ligne (46) comprenant une vanne automatisée (41). La phase liquide, stockée dans la partie inférieure (40) du ballon (37) est évacuée dans une ligne (47), qui se subdivise en deux lignes : une ligne (44) sur laquelle se trouve la vanne automatisée (43) et une ligne (45) sur laquelle se trouve la vanne automatisée (42). Lesdites lignes (44) et (45) sont reliées à un circuit de circulation de slurry, externe au réacteur (2). Ce circuit comprend une ligne (11) partant d'un point (A) de soutirage du slurry dans le réacteur. La ligne (11) comprend une vanne de sectionnement (14), automatisée et deux points (C) et (D) de raccordement respectivement aux lignes (44) et (45) qui sont des lignes de circulation de fluide sous pression provenant du ballon (37). La ligne (11) est connectée à une zone (17) de séparation. Le gaz contenu dans le slurry est séparé dans ladite zone (17) et évacué par la ligne (23) sur laquelle se trouve une vanne automatisée (24). La zone (17) permet également avantageusement une séparation d'une fraction du liquide contenu dans le slurry, ladite fraction étant ensuite évacuée par la ligne (22). Le slurry résiduel, débarrassé de sensiblement la totalité du gaz et d'une partie du liquide le composant, est évacué de la zone (17) par la ligne (12), pompé par un moyen (16) tel qu'une pompe de recirculation, et envoyé dans une ligne (13) sur laquelle se trouve une vanne automatisée (15). Ledit slurry résiduel est ensuite réintroduit dans le réacteur au point (B) dans une zone de préférence située dans la partie inférieure du réacteur et en amont du point (A). Dans ce cas, le recyclage de slurry au point (B) crée une circulation ascendante de slurry dans le réacteur entre les points (B) et (A).

Dans la présente description, on désigne indifféremment par le terme "courant de slurry", le courant de slurry triphasique soutiré du réacteur au point (A) ou le courant de

slurry dégazé et concentré par séparation d'une partie du liquide, sortant de la zone (17) et circulant dans les lignes (12) et (13). La zone de séparation (17) peut comprendre notamment des moyens de séparation gaz/liquide ou gaz/liquide et solide, par exemple un ballon séparateur de gaz, ainsi que des moyens de séparation
5 liquide/solide, par exemple un décanteur, un hydrocyclone, ou un filtre. Le schéma de la zone (17), non caractéristique de l'invention, ne sera pas explicité en détail. Ladite comprend généralement, selon les règles de l'art, une ou plusieurs capacités contenant du slurry, lesdites capacités intégrant un ou plusieurs des moyens susnommés.

L'installation comprend également de préférence des moyens de commande
10 automatisés tels qu'un automate programmable (50), reliés à la vanne de sectionnement (14) ainsi qu'aux vannes (41), (42) et (43). Avantageusement, l'automate (50) peut être également relié à la vanne (15) et à la vanne (24) par des moyens non représentés, ainsi qu'à des moyens non référencés de détection de défauts de fonctionnement de l'installation.

15 L'installation comprend au moins un réacteur (2) comprenant un slurry et fonctionnant sous une pression comprise typiquement entre 1 et 5 MPa (Megapascals), par exemple environ 2 MPa (Megapascals), ledit réacteur (2) étant alimenté en un gaz réactif riche en hydrogène et en monoxyde de carbone, par exemple un mélange de composition voisine de $\text{CO} + 2 \text{H}_2$. Le catalyseur est généralement un solide divisé de granulométrie
20 moyenne (diamètre médian correspondant à 50 % poids du solide, c'est à dire que 50 % poids des particules ont une granulométrie inférieure ou égale à ce diamètre et que 50 % poids des particules ont une granulométrie supérieure ou égale à ce diamètre) comprise entre 2 et 200 micromètres, par exemple 60 micromètres. Ledit catalyseur comprend généralement du fer ou du cobalt. Le mélange réactif gazeux est
25 introduit dans la ligne (1) et distribué dans le slurry en une pluralité de points d'injection (6). Le nombre de points d'injection est au moins égal à 2 par mètre carré de section horizontale du réacteur, de préférence compris entre 4 et 400 par mètre carré de réacteur, et par exemple d'environ 20 points par mètre carré.

Selon l'invention, l'agitation du réacteur est suffisante pour éviter sensiblement tout
30 dépôt de solide au-dessus des points d'injection de gaz. On utilisera généralement une vitesse superficielle de gaz V_G suffisante pour obtenir un régime turbulent et non un régime laminaire, cette vitesse pouvant aisément être déterminée au laboratoire.

On peut également, pour un slurry de granulométrie moyenne inférieure à 100 micromètres utiliser une vitesse superficielle de gaz V_G comprise entre 0,12 et
35 0,50 m/s, de préférence entre 0,12 et 0,35 m/s, la vitesse superficielle ascendante du liquide entre les points (B) et (A) du réacteur étant le plus souvent supérieure à la vitesse de décantation du solide, et généralement comprise entre environ 0,001 et

environ 0,15 m/s, typiquement d'environ 0,02 m/s. Ladite vitesse de décantation sera calculée selon les règles de l'art ou mesurée en laboratoire.

Dans ces conditions, le slurry est suffisamment agité pour éviter des dépôts notables des particules solides au dessus des points d'injection de gaz (6).

- 5 Selon le mode de réalisation décrit en relation avec la figure 1, on fait circuler un courant de slurry dans le circuit externe du point (A) au point (B) par les lignes (11), (12), (13), la quantité de slurry réintroduite au point (B) dans le réacteur permettant d'obtenir une vitesse superficielle de liquide V_L dans le réacteur.

- 10 Les conditions ci-dessus permettent également de restaurer une suspension correcte dans le réacteur, après un début de décantation des particules solides dans le réacteur, grâce à une augmentation des vitesses V_G et/ou V_L .

Une partie du liquide circulant dans le courant externe est séparée dans une zone de séparation (17) comprenant un filtre ou un décanteur, afin de maintenir constant le niveau du slurry dans le réacteur.

- 15 Selon l'invention la pompe (16) assure une circulation de slurry dans les différentes lignes du circuit (11, 12, 13) avec pour chaque ligne une vitesse suffisante pour que le nombre de Reynolds défini par la relation $Re = \frac{\rho V D}{\mu}$

avec

- ρ : masse volumique du slurry circulant dans ladite ligne,
- 20 - V : vitesse dudit slurry (calculée par exemple en faisant l'hypothèse d'une vitesse des gaz identique à celle de la suspension, dans le cas particulier d'un slurry triphasique),
- D_H : diamètre hydraulique de la ligne,
- μ : viscosité du slurry (on prendra typiquement la seule viscosité de la suspension
- 25 liquide/solide, phase continue),

soit supérieur à 2 000, en particulier supérieur à 2 500 et même à 3 000. On pourra par exemple choisir un nombre de Reynolds compris entre environ 3 000 et environ 500 000, par exemple proche de 20 000. La vitesse de circulation du slurry sera de préférence supérieure à 0,30 m/s, par exemple comprise entre 0,5 et 2 m/s.

- 30 L'installation comprend de préférence également des moyens de détection d'au moins un défaut de fonctionnement. Ce défaut peut être lié au réacteur, par exemple température trop élevée, ou niveau anormal du slurry dans le réacteur (2). Selon

l'invention lesdits moyens peuvent aussi se rapporter à un défaut de fonctionnement d'un équipement externe au réacteur, et plus particulièrement d'un équipement de la zone de séparation (17) : ballon séparateur gaz/solide et liquide, décanteur, filtre, hydrocyclone, pompe de recirculation (16), etc ...

- 5 Dans ce cas, selon l'invention, on dispose une série de moyens associés permettant de vidanger sans délai le circuit externe, c'est-à-dire d'évacuer le slurry contenu dans les lignes (11), (12), (13) ainsi que dans la section de séparation (17), et de transférer ce slurry dans le réacteur. Lorsque le défaut, par exemple un défaut de fonctionnement de la section de séparation est détecté, l'automate programmable (50) déclenche une
- 10 procédure de vidange du slurry contenu dans le circuit externe (11, 12, 13), avant qu'il y ait déposition notable de solide dans le circuit, de préférence avant tout début de sédimentation des particules solides du slurry. Cela permet, selon l'invention, d'éviter un encrassement durable du circuit, le solide tendant alors à coller sur les parois internes, facilitant ainsi les encrassements ultérieurs.
- 15 La procédure préférée de vidange du circuit est une procédure automatisée, gérée par l'automate programmable (50). Cette procédure comprend la fermeture automatisée des vannes (14) et (24), ladite fermeture entraînant l'arrêt de la recirculation de slurry dans le circuit (11, 12, 13) et de la sortie des gaz par la ligne (23). L'automate ouvre alors automatiquement au moins l'une des vannes (41), (42) ou (43), qui mettent le
- 20 circuit en communication avec un fluide sous pression "propre" c'est-à-dire dépourvu de solide, ledit fluide permettant de déplacer le slurry hors du circuit externe.

De façon préférée, on met d'abord en communication le circuit avec une source de gaz sous pression par ouverture de la vanne automatisée (41) reliée au volume de gaz contenu en partie supérieure du ballon (37). Alternativement, on pourra également

25 utiliser sans sortir du cadre de l'invention, une autre source de gaz, par exemple du méthane, du gaz d'alimentation du réacteur, ou de l'azote. La pression de la source de gaz utilisée est avantageusement supérieure d'au moins 0,02 MPa à la pression d'introduction du gaz dans le circuit, c'est-à-dire au point (D). De préférence, on utilise selon l'invention un gaz sous une pression supérieure d'au moins 0,1 MPa, et de

30 préférence supérieur d'environ 0,3 MPa à la pression du circuit.

La pression différentielle entre la source de gaz et le circuit est suffisante pour pousser et déplacer le slurry dans les lignes du circuit avec un nombre de Reynolds local supérieur à 2500 en tout point du circuit (11, 12, 13) compris entre 3000 et 500 000 et de préférence supérieur à 2500. Selon l'invention, le nombre de Reynolds pourra

35 néanmoins être inférieur à 2500, par exemple inférieur à 2000 dans la ou les capacités

comprises dans la section de séparation (17), celles ci ayant avantageusement des parois inclinées typiquement d'au moins 60° par rapport à l'horizontale.

Les points (C) et (D) sont préférentiellement suffisamment proches de la vanne (14) pour qu'au moins 80%, de préférence au moins 90% et de manière très préférée plus
5 de 97% des portions horizontales ou peu inclinées du circuit (11, 12, 13) soient balayées.

La vidange du circuit étant généralement rapide, il est possible selon l'invention d'utiliser un nombre de Reynolds un peu moins élevé que celui utilisé pendant le fonctionnement normal de l'installation; il est cependant préférable d'utiliser des marges
10 de sécurité et d'utiliser des nombres de Reynolds qui peuvent être variables selon les lignes (11, 12, 13) mais notamment compris entre 3 000 et 500 000, avantageusement supérieurs à 10 000, aussi bien pendant le fonctionnement normal qu'en cas d'arrêt de l'installation. Selon l'invention, la fermeture du circuit par la vanne (14) et l'introduction
15 du gaz sous pression entre la vanne (14) et la section de séparation (17) (qui comprend au moins une capacité telle que précédemment définie) par une ligne (45) permet de déplacer le slurry en particulier contenu dans le ou lesdites capacités vers l'aval du circuit; et sa réintroduction dans le réacteur au point (B). La durée de l'injection de gaz sous pression sera choisie par l'homme du métier pour déplacer la plus grande partie
20 du slurry contenu dans le circuit, section de séparation (17) comprise. Les termes « amont » et « aval » sont définis dans la présente description par rapport au sens normal de circulation du slurry, dans le réacteur comme dans le circuit externe.

Après cette injection de gaz, l'automate (50) ouvre alors la vanne automatisée (42), permettant de mettre en communication la partie du circuit se trouvant en aval de la vanne 14 avec un liquide propre et sous une pression supérieure à celle présente dans
25 ledit circuit, avec une pression différentielle par exemple similaire à celle précédemment décrite pour le gaz. Ce liquide va déplacer avec un effet "piston" supérieur à celui du gaz le slurry résiduel éventuellement resté dans les lignes dudit circuit. Selon l'invention il a été trouvé de façon surprenante par le demandeur qu'un liquide était plus efficace pour vidanger des lignes de slurry, alors qu'un gaz était plus
30 efficace pour vidanger des capacités tel que celles comprises dans la section de séparation (17). L'association d'un gaz et d'un liquide, introduits simultanément ou préférentiellement l'un après l'autre (gaz puis liquide), est donc préférée selon l'invention pour effectuer ladite vidange.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, on utilisera une vanne de
35 sectionnement (14) située sur le circuit de slurry externe au réacteur, en amont d'une capacité comprise dans une zone de séparation (17) et des moyens d'introduction d'un

fluide sous une pression supérieure à celle dudit circuit, ladite introduction étant effectuée en un point situé entre ladite vanne (14) et ladite capacité.

On peut également ouvrir, dès le début de la procédure de vidange ou après la fermeture de la vanne (14), la vanne automatisée (43) pour vidanger la partie amont du circuit. De préférence, la pompe (16) est arrêtée dès le début de ladite procédure.

Selon la figure 1, le liquide sous pression contenu dans la partie inférieure (40) du ballon (37) est obtenu par condensation des gaz issus du réacteur après passage dans l'échangeur (4). Lesdits gaz contiennent principalement des hydrocarbures légers produits par la réaction de Fischer-Tropsch, en particulier ceux contenant essentiellement moins de 20 atomes de carbone. Les hydrocarbures sont condensés dans le ballon (31), à une température d'environ 50 °C, pompés par le moyen (35), puis réchauffés et partiellement vaporisés dans l'échangeur (36) pour produire à la fois une source de gaz et une source de liquide, sous une pression supérieure à celle du circuit de circulation de slurry. Pour augmenter le débit de gaz disponible, on peut également ajouter de l'azote ou du méthane ou du gaz d'alimentation du réacteur (2). Ces sources de fluide sous pression sont chimiquement compatibles avec le catalyseur, qu'il contienne du fer ou du cobalt. Il est en effet important de ne pas utiliser des fluides pouvant désactiver le catalyseur, par exemple de l'eau ou de la vapeur d'eau pour une réaction de Fischer-Tropsch avec un catalyseur contenant du cobalt.

Selon une forme préférée de l'invention, on purge d'abord selon le procédé précédemment décrit la plus grande partie du slurry contenue dans le circuit par la source de gaz sous pression, par exemple en introduisant par le point (D) un volume de gaz compris par exemple entre 1 et 5 fois le volume de suspension liquide/solide contenu dans le circuit, de préférence entre 1 et 3 fois ledit volume. On finit alors de purger le slurry résiduel en introduisant par le point (D) un volume de liquide sous pression par exemple compris entre 0,5 et 3 fois le volume de suspension liquide/solide initialement contenue dans le circuit, de préférence entre 0,5 et 1,5 fois ledit volume. En même temps que l'on purge le circuit par le point (D), grâce aux mêmes fluides sous pression (liquide et gaz), on purge la partie amont du circuit par le point C, grâce à une circulation de liquide sous pression dans la ligne (44). Le slurry contenu dans cette partie du circuit est alors transféré dans le réacteur au point (A).

Lorsque les opérations de vidange du circuit sont terminées, l'automate (50) déclenche la fermeture des vannes d'alimentations de fluide (41), (42), (43) et la fermeture de la vanne (15) en aval du circuit. Le circuit peut alors être isolé par exemple pour des opérations de maintenance, ou réactivité par le redémarrage de la pompe (16) et l'ouverture des vannes (14) et (15). Avantagusement, les piquages du circuit de slurry sur le réacteur, aux points (A) et (B) sont inclinés, tels que représentés sur la figure 1,

pour qu'il n'y ait pas de dépôt de solide provenant du slurry contenu dans le réacteur dans lesdits piquages.

Si la partie amont du circuit, comprise entre le point (A) et la vanne (14) est inclinée, par exemple d'au moins 60° par rapport à l'horizontale, on peut éventuellement ne pas
5 vidanger cette partie du circuit, les particules solides retournant au réacteur sans s'accrocher aux parois inclinées sous l'effet des seules forces de gravité.

Selon l'invention, le réacteur possède un volume libre additionnel suffisant (5), en tête du réacteur, au-dessus d'un niveau de slurry correspondant à un fonctionnement normal du réacteur, pour accueillir le surplus de slurry provenant du circuit (11, 12, 13)
10 au cours de sa vidange, ainsi que le volume de liquide sous pression alimenté dans le circuit pendant sa vidange. Le volume libre (gazeux) en tête du réacteur est, selon l'invention, supérieur au volume de la suspension liquide/solide de slurry contenue initialement dans le circuit, section de séparation (17) incluse, pendant le fonctionnement normal de l'installation.

15 Ce volume libre peut avantageusement être compris entre 1,1 et 20 fois le volume de la suspension dans le circuit, et de préférence compris entre 1,3 et 13 fois ce volume.

Selon l'invention, il n'est pas nécessaire que tous les défauts de fonctionnement de l'installation entraînent l'arrêt de la circulation et la vidange du circuit externe de slurry. Par exemple, si la pompe (16) de circulation de slurry est doublée et que l'une des deux
20 pompes tombe en défaut, on peut, grâce à l'automate (50) démarrer l'autre pompe, purger la pompe défectueuse par le liquide sous pression, selon le procédé décrit précédemment, et isoler cette pompe défectueuse par la fermeture de vannes amont et aval, la deuxième pompe permettant la recirculation du slurry.

L'arrêt automatisé sans délai de la circulation, et la vidange complète du circuit de
25 slurry sont préférentiellement réservés, selon l'invention, aux défauts importants, notamment ceux d'équipements non doublés situés sur le circuit lui-même, qui nécessitent un arrêt du fonctionnement du circuit.

L'invention propose donc, en combinaison, un ensemble de moyens techniques permettant d'éviter les encrassements et/ou les bouchages d'installations à réacteur du
30 type en slurry, et notamment pour éviter ces problèmes dans le cas délicat d'occurrence d'un défaut de fonctionnement dans les circuits de circulation de slurry. Elle permet donc d'accroître la fiabilité et de réduire la maintenance d'installations comprenant un réacteur en slurry.

REVENDICATIONS:

1. Installation de conversion chimique d'une charge riche en hydrogène et en monoxyde de carbone par la réaction de Fischer-Tropsch, comprenant au moins un réacteur (2) contenant un slurry constitué au moins d'une suspension d'au moins un solide dans un liquide, une alimentation de gaz située dans la partie inférieure de ce réacteur, un circuit (11, 12, 13), externe au réacteur, de circulation continue d'un courant de slurry, ledit slurry étant soutiré en au moins un point (A) du réacteur et réintroduit au moins en partie en au moins un autre point (B) dudit réacteur, une section de séparation (17) d'au moins un fluide contenu dans le courant de slurry
- 10 traversant ledit circuit externe (11, 12, 13), ladite installation étant caractérisée en ce qu'elle comprend en outre:
- des moyens (14) permettant l'arrêt de la circulation dudit slurry dans ledit circuit (11, 12, 13),
 - des moyens d'introduction sous pression d'au moins un fluide de vidange du slurry contenu dans le circuit en au moins un point (D) dudit circuit,
 - des moyens (16) permettant la circulation du slurry dans ledit circuit externe dans des conditions telles que le nombre de Reynolds soit supérieur à 2 500 en tout point dudit circuit (11, 12, 13),
 - dans laquelle le ou lesdits points d'introduction sont placés dans ledit circuit
- 20 (11, 12, 13) entre lesdits moyens (14) d'arrêt de la circulation du slurry et ladite section de séparation (17); et
- lesdits moyens d'arrêt de la circulation et de vidange dudit slurry comprennent:
- au moins une vanne de sectionnement (14) disposée sur ledit circuit (11, 12, 13),
 - des moyens (41, 42, 43, 44, 45, 46) de mise en communication d'au moins un point d'introduction (D) du circuit avec une source d'au moins un fluide sous une pression supérieure à celle du point (D), ce fluide étant sensiblement dépourvu de solide en suspension,

- un volume libre (5) dans la partie supérieure du réacteur (2) au dessus de la suspension liquide/solide, ce volume étant supérieur au volume de la suspension liquide/solide contenue dans le circuit et dans la section de séparation (17).

2. Installation selon la revendication 1, dans laquelle au moins l'un desdits fluides de vidange est un gaz sous pression.

3. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, dans laquelle au moins l'un desdits fluides de vidange est un liquide sous pression.

10 4. Installation selon la revendication 3, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens de détection d'au moins un défaut de fonctionnement de ladite installation reliés à des moyens de commande (50) des moyens de fermeture de la vanne de sectionnement (14) et de l'ouverture d'au moins une vanne (41, 42, 43) permettant la mise en communication dudit circuit avec ladite source de fluide sous pression.

5. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle ledit réacteur (2) comprend en outre:

- des moyens (6) d'injection dudit gaz réactif en une pluralité de points,
- des moyens de mise en suspension et d'agitation du slurry dans le réacteur, lesdits moyens étant dimensionnés pour éviter les dépôts de solide dans le réacteur (2) au dessus des points d'injection dudit gaz.

20 6. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel lesdits moyens (16) permettant la circulation du slurry dans ledit circuit externe sont dimensionnés de telle manière que ledit nombre de Reynolds du slurry varie entre 2 500 et 500 000 en tout point dudit circuit externe.

7. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, comprenant en outre des moyens de condensation d'au moins une partie de l'effluent gazeux issu du réacteur (2), des moyens de stockage (37) d'au moins une partie de l'effluent

condensé, lesdits moyens de stockage (37) étant reliés aux moyens d'introduction du ou des fluides de vidange dans ledit circuit.

8. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans laquelle ledit solide en suspension est un catalyseur de la réaction de Fischer-Tropsch et dans laquelle ledit fluide sous pression est un fluide chimiquement compatible avec ledit catalyseur.

9. Utilisation de l'installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, pour la mise en œuvre d'une réaction Fischer-Tropsch dans lequel on utilise un fluide de vidange comprenant au moins en partie au moins une fraction d'au moins

10 un des effluents de la réaction de Fischer-Tropsch.

10. Utilisation l'installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, pour la mise en oeuvre d'une réaction Fischer-Tropsch dans lequel on utilise comme fluide de vidange au moins un fluide choisi dans le groupe constitué par l'azote, l'hydrogène, le monoxyde de carbone, les hydrocarbures liquides ou vaporisés comprenant principalement des composés ayant moins de 20 atomes de carbone, et des mélanges formés en totalité ou en partie à partir de ces différents fluides.

11. L'utilisation de l'installation selon l'une quelconque des revendications 9 ou 10 dans lequel le fluide de vidange présente un point de solidification inférieur à celui de la phase liquide contenue dans le slurry.

20 12. L'utilisation de l'installation selon l'une quelconque des revendications 9 ou 10 dans lequel le fluide de vidange présente un point de solidification inférieur à la température ambiante.

1/1

