



Office de la Propriété  
Intellectuelle  
du Canada  
Un organisme  
d'Industrie Canada

Canadian  
Intellectual Property  
Office  
An agency of  
Industry Canada

CA 2248882 C 2009/12/22

(11)(21) **2 248 882**

(12) **BREVET CANADIEN**  
**CANADIAN PATENT**

(13) **C**

(22) Date de dépôt/Filing Date: 1998/10/13

(41) Mise à la disp. pub./Open to Public Insp.: 1999/04/14

(45) Date de délivrance/Issue Date: 2009/12/22

(30) Priorité/Priority: 1997/10/14 (FR97 13 010)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C10G 65/02*(2006.01),  
*C10G 65/04*(2006.01), *C10G 69/04*(2006.01)

(72) Inventeurs/Inventors:

MOREL, FREDERIC, FR;  
BIGEARD, PIERRE-HENRI, FR;  
KRESSMANN, STEPHANE, FR;  
DUEE, DIDIER, FR;  
DUPLAN, JEAN-LUC, FR

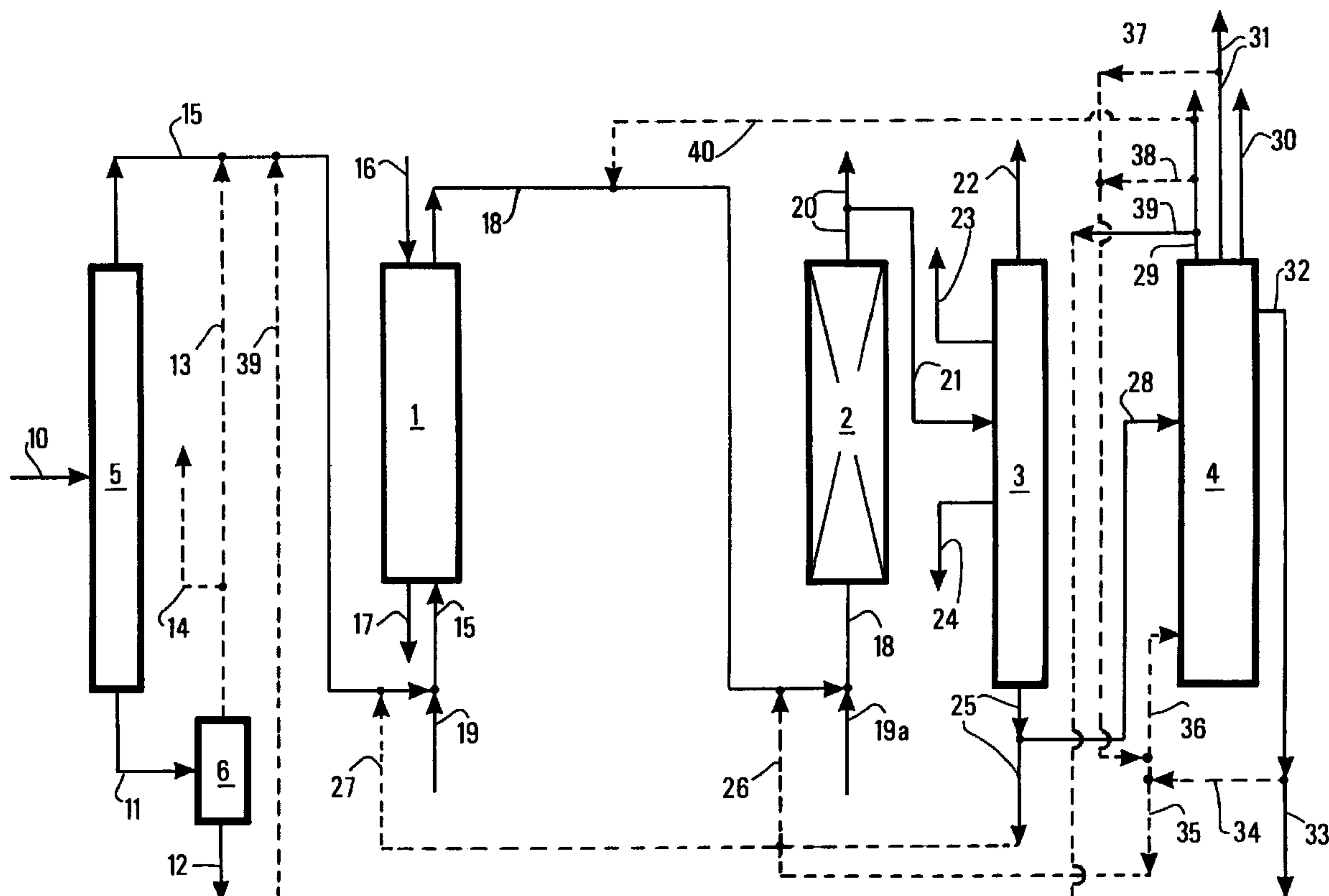
(73) Propriétaire/Owner:

INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE, FR

(74) Agent: ROBIC

(54) Titre : PROCEDE DE CONVERSION DE FRACTIONS LOURDES PETROLIERES COMPRENANT UNE ETAPE  
D'HYDROCONVERSION EN LIT BOUILLONNANT ET UNE ETAPE D'HYDROTRAITEMENT

(54) Title: PROCEDURE FOR THE CONVERSION OF HEAVY PETROLEUM FRACTIONS AND CONSISTING OF AN  
EBULLATING-BED CONVERSION STAGE AND A HYDROPROCESSING STAGE



(57) Abrégé/Abstract:

Procédé de conversion d'une fraction d'hydrocarbures, comprenant une étape a), de traitement d'une charge hydrocarbonée en présence d'hydrogène, dans au moins un réacteur triphasique, contenant au moins un catalyseur d'hydroconversion en lit

**(57) Abrégé(suite)/Abstract(continued):**

bouillonnant, fonctionnant à courant ascendant de liquide et de gaz, ledit réacteur comportant au moins un moyen de soutirage du catalyseur hors dudit réacteur situé à proximité du bas du réacteur, et au moins un moyen d'appoint de catalyseur frais dans ledit réacteur, situé à proximité du sommet dudit réacteur, une étape b) de traitement d'au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a), en présence d'hydrogène, dans au moins un réacteur, contenant au moins un catalyseur d'hydrotraitement en lit fixe, dans des conditions permettant d'obtenir un effluent à teneur réduite en soufre, et une étape c) dans laquelle au moins une partie du produit obtenu à l'étape b), est envoyée dans une zone de distillation, à partir de laquelle on récupère une fraction gazeuse, une fraction carburant moteur de type essence, une fraction carburant moteur de type gazole, et une fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole. Ce procédé peut également comporter une étape d) de craquage catalytique de la fraction lourde obtenue à l'étape c).

**BREVET D'INVENTION****PRECIS DE DIVULGATION**

Procédé de conversion d'une fraction d'hydrocarbures, comprenant une étape a), de traitement d'une charge hydrocarbonée en présence d'hydrogène, dans au moins un réacteur triphasique, contenant au moins un catalyseur d'hydroconversion en lit bouillonnant, fonctionnant à courant ascendant de liquide et de gaz, ledit réacteur comportant au moins un moyen de soutirage du catalyseur hors dudit réacteur situé à proximité du bas du réacteur, et au moins un moyen d'appoint de catalyseur frais dans ledit réacteur, situé à proximité du sommet dudit réacteur, une étape b) de traitement d'au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a), en présence d'hydrogène, dans au moins un réacteur, contenant au moins un catalyseur d'hydrotraitement en lit fixe, dans des conditions permettant d'obtenir un effluent à teneur réduite en soufre, et une étape c) dans laquelle au moins une partie du produit obtenu à l'étape b), est envoyée dans une zone de distillation, à partir de laquelle on récupère une fraction gazeuse, une fraction carburant moteur de type essence, une fraction carburant moteur de type gazole, et une fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole. Ce procédé peut également comporter une étape d) de craquage catalytique de la fraction lourde obtenue à l'étape c).

PROCÉDÉ DE CONVERSION DE FRACTIONS LOURDES PÉTROLIÈRES  
COMPRENANT UNE ÉTAPE D'HYDROCONVERSION EN LIT  
BOUILLONNANT ET UNE ÉTAPE D'HYDROTRAITEMENT.

10

La présente invention concerne le raffinage et la conversion des fractions lourdes de distillats d'hydrocarbures contenant entre autre des impuretés soufrées. Elle concerne plus particulièrement un procédé permettant de convertir au moins en partie une charge d'hydrocarbures, par exemple un distillat sous vide obtenu par distillation directe d'un pétrole brut, en fractions légères essence et gazole de bonne qualité, et en un produit plus lourd pouvant être utilisé comme charge pour le craquage catalytique dans une unité classique de craquage catalytique en lit fluide et/ou dans une unité de craquage catalytique en lit fluide comportant un système de double régénération et éventuellement un système de refroidissement du catalyseur au niveau de la régénération. La présente invention concerne également, dans l'un de ses aspects, un procédé de fabrication d'essence et/ou de gazole, comportant au moins une étape de craquage catalytique en lit fluidisé.

20

L'un des objectifs de la présente invention consiste à produire, à partir de certaines fractions particulières d'hydrocarbures qui seront précisées dans la suite de la description, par conversion partielle desdites fractions, des fractions plus légères facilement valorisables telles que des distillats moyens (carburants moteurs : essence et gazole) et des bases huiles.

Dans le cadre de la présente invention, la conversion de la charge en fractions plus légères est habituellement comprise entre 10 et 75 % voire 100% dans le cas du recyclage de la fraction lourde non convertie, et le plus souvent entre 25 et 60 % voire même limitée à environ 50 %.

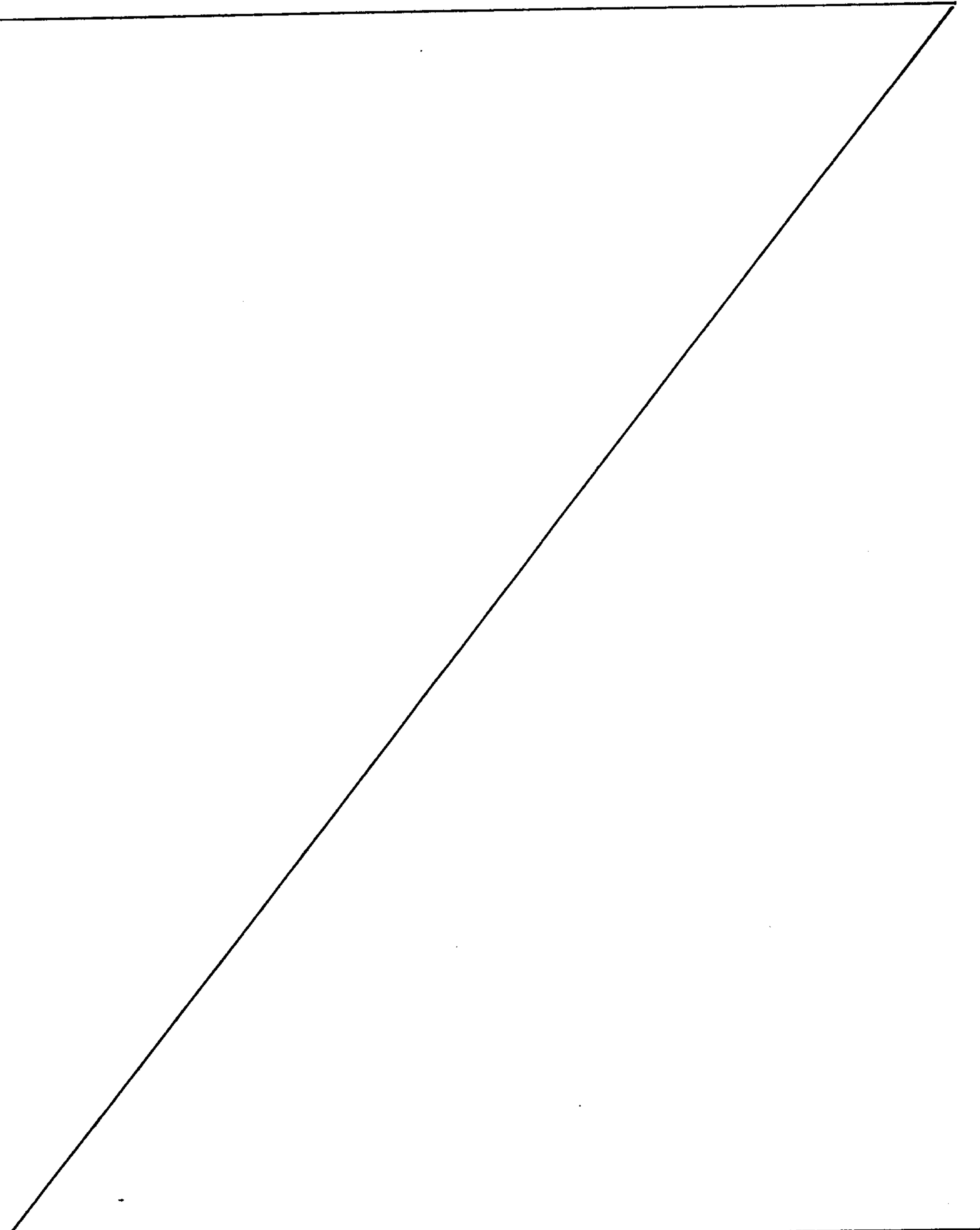
30

Les charges que l'on traite dans le cadre de la présente invention sont des distillats sous vide de distillation directe ; des distillats sous vide issus de procédé de conversion tels que par exemple ceux provenant de la distillation jusqu'au coke (coking), d'une hydroconversion en lit fixe, tels que ceux issus

**1a**

des procédés HYVAHL® de traitement des lourds mis au point par la demanderesse, ou des procédés d'hydrotraitemen t des lourds en lit bouillonnant, tels que ceux issus des procédés H-OIL®; des huiles désasphaltées aux solvants, par exemple les huiles désasphaltées au propane, au butane ou au pentane qui proviennent du désasphaltage de résidus sous vide de distillation directe ou de résidus sous vide issus des procédés

---



HYVAHL® ou H-OIL®. Les charges peuvent aussi être formées par mélange de ces diverses fractions, dans n'importe quelles proportions, notamment d'huile désasphaltée et de distillat sous vide. Elles peuvent également contenir de l'huile de coupe légère (LCO pour light cycle oil en anglais) de diverses origines, de l'huile de coupe lourde (HCO pour high cycle oil en anglais) de diverses origines, et également des coupes gazoles provenant du cracking catalytique ayant en général un intervalle de distillation d'environ 150 °C à environ 370 °C. Elles peuvent aussi contenir des extraits aromatiques obtenus dans le cadre de la fabrication d'huiles lubrifiantes.

10

La présente invention a pour objet l'obtention de produits de bonne qualité, ayant notamment une faible teneur en soufre, dans des conditions notamment de pression relativement basse, de manière à limiter le coût des investissements nécessaires. Ce procédé permet d'obtenir un carburant moteur de type essence contenant moins de 100 ppm en masse de soufre, répondant donc aux spécifications les plus sévères en matière de teneur en soufre pour ce type de carburant, et cela à partir d'une charge pouvant contenir plus de 3 % en masse de soufre. De même, ce qui est particulièrement important, on obtient un carburant moteur de type diesel ayant une teneur en soufre inférieure à 500 ppm, et un résidu dont le point d'ébullition initial est par exemple d'environ 370 °C, qui peut être envoyé comme charge ou partie de charge dans une étape de craquage catalytique classique, ou dans un réacteur de craquage catalytique de résidu tel qu'un réacteur à double régénération et de préférence dans un réacteur de craquage catalytique classique.

25

Il a été décrit dans l'art antérieur et en particulier dans les brevets US-A-4,344,840 et US-A-4,457,829 des procédés de traitement de coupes lourdes d'hydrocarbures, comportant une première étape de traitement en présence d'hydrogène dans un réacteur contenant un lit bouillonnant de catalyseur, suivi dans une deuxième étape d'un hydrotraitemennt en lit fixe. Ces descriptions illustrent le cas du traitement en lit fixe, dans la deuxième étape, d'une fraction légère gazeuse du produit issu de la première étape. On a découvert maintenant, et c'est là l'un des objets de la présente invention, qu'il est possible de traiter dans la deuxième étape, dans des conditions favorables conduisant à une bonne stabilité de l'ensemble du système et à une sélectivité en distillat moyen améliorée, soit l'ensemble du produit issu de la première

étape de conversion en lit bouillonnant, soit la fraction liquide issue de cette étape, en récupérant la fraction gazeuse convertie dans cette première étape.

Dans sa forme la plus large, la présente invention se définit comme un procédé de conversion d'une fraction d'hydrocarbures ayant une teneur en soufre d'au moins 0,3 %, souvent d'au moins 1 % et très souvent d'au moins 2 % en poids, et une température initiale d'ébullition d'au moins 300 °C, souvent d'au moins 340 °C et le plus souvent d'au moins 360 °C, et une température finale d'ébullition d'au moins 400 °C, souvent d'au moins 450 °C et qui peut aller au delà de 600 °C voire de 700 °C, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

a) on traite la charge hydrocarbonée dans une section de traitement en présence d'hydrogène, ladite section comprenant au moins un réacteur triphasique, contenant au moins un catalyseur d'hydroconversion, dont le support minéral est au moins en partie amorphe, en lit bouillonnant, fonctionnant à courant ascendant de liquide et de gaz, ledit réacteur comportant au moins un moyen de soutirage (5) du catalyseur hors dudit réacteur situé à proximité du bas du réacteur, et au moins un moyen d'appoint (4) de catalyseur frais dans ledit réacteur, situé à proximité du sommet dudit réacteur,

b) on envoie au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a) dans une section de traitement en présence d'hydrogène ladite section comprenant au moins un réacteur contenant au moins un catalyseur d'hydrotraitement en lit fixe dont le support minéral est au moins en partie amorphe, l'hydrotraitement étant effectué sous une pression absolue d'environ 2,5 à 35 MPa, à une température d'environ 300°C à 500°C, avec une vitesse spatiale horaire d'environ 0,1 à 5 h<sup>-1</sup>, et la quantité d'hydrogène mélangé à la charge d'environ 100 à 5000 normaux m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>, permettant d'obtenir un effluent à teneur réduite en soufre et à teneur élevée en distillat moyen,

c) on envoie au moins une partie de l'effluent obtenu à l'étape b) dans une étape de distillation, à partir de laquelle on récupère une fraction gazeuse, une

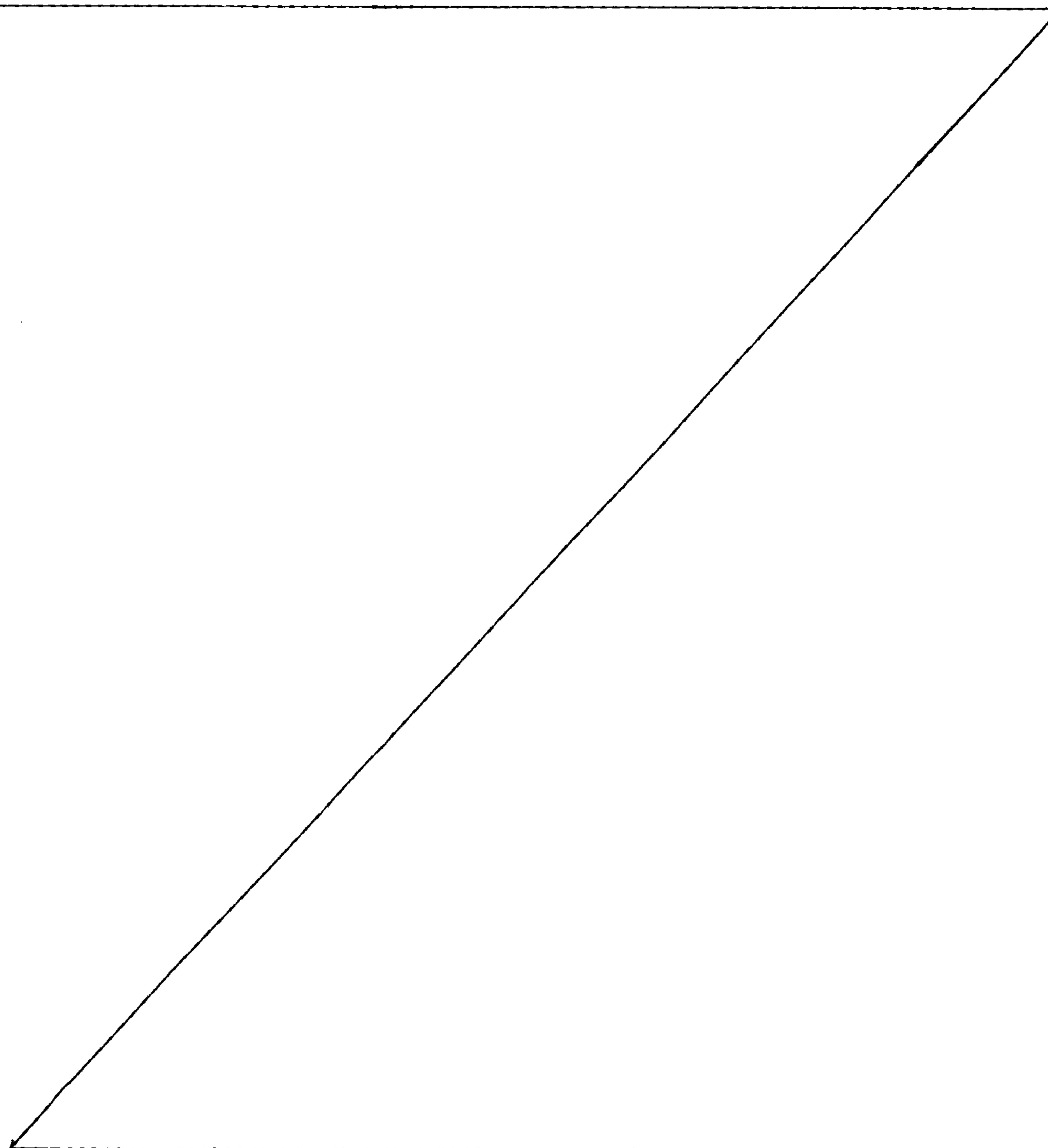
3a

fraction carburant moteur de type gazole, et une fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole.

Habituellement la section de traitement de l'étape a) comprend de un à trois réacteurs en série, et la section de traitement de l'étape b) également de un à trois réacteurs en série.

Dans une forme courante de mise en oeuvre de l'invention, l'effluent obtenu à l'étape b) est au moins en partie, et souvent en totalité, envoyé dans une zone de distillation [étape c)], à partir de laquelle on récupère une fraction gazeuse,

---



une fraction carburant moteur de type essence, une fraction carburant moteur de type gazole et une fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole.

- 5 Selon une variante, la fraction liquide plus lourde de charge hydroconvertie issue de l'étape c), est envoyée dans une section de craquage catalytique [étape d)], dans laquelle elle est traitée dans des conditions permettant de produire une fraction gazeuse, une fraction essence, une fraction gazole et une fraction lourde (slurry).

10

- Selon une autre variante, la fraction liquide plus lourde de charge hydroconvertie issue de l'étape c), est au moins en partie renvoyée, soit à l'étape a) d'hydroconversion en lit bouillonnant, soit à l'étape b) d'hydrotraitemen t en lit fixe, soit dans chacune de ces étapes. Il est également 15 possible de recycler la totalité de cette fraction.

La fraction gazeuse obtenue dans les étapes c) ou d) contient habituellement principalement des hydrocarbures saturés et insaturés, ayant de 1 à 4 atomes de carbone dans leurs molécules (tels que par exemple méthane, éthane, 20 propane, butane, éthylène, propylène, butylène). La fraction de type essence obtenue à l'étape c) est, par exemple, au moins en partie, et de préférence en totalité envoyée au réservoir (pool) carburant. La fraction de type gazole obtenue à l'étape c) est par exemple envoyée au moins en partie et de préférence en totalité envoyée au réservoir (pool) carburant. La fraction lourde 25 (slurry) obtenue à l'étape d) est le plus souvent au moins en partie voire en totalité envoyée au réservoir (pool) fuel lourd de la raffinerie généralement après séparation des fines particules qu'elle contient en suspension. Dans une autre forme de réalisation de l'invention cette fraction lourde (slurry) est au moins en partie voire en totalité renvoyée à l'entrée du craquage catalytique de 30 l'étape d). Selon une autre forme de réalisation de l'invention au moins une partie de cette fraction lourde (slurry) peut être envoyée généralement après séparation des fines particules qu'elle contient en suspension soit à l'étape a), soit à l'étape b), soit dans chacune de ces étapes.

- 35 Une forme de mise en oeuvre particulière de la présente invention comprend une étape intermédiaire a1) entre l'étape a) et l'étape b), dans laquelle on

scinde le produit issu de l'étape a) en une fraction liquide lourde et en une fraction plus légère que l'on récupère. Dans cette forme de réalisation de la présente invention la fraction liquide lourde obtenue dans cette étape a1) est alors envoyée dans l'étape b) d'hydrotraitements. Cette forme de réalisation 5 permet une meilleure valorisation des coupes légères obtenues à l'issu de l'étape a) d'hydroconversion convertissant et limite la quantité de produit à traiter dans l'étape b). Cette fraction plus légère obtenue dans l'étape a1) peut être envoyée dans une zone de distillation à partir de laquelle on récupère une fraction gazeuse, une fraction carburant moteur de type essence, une fraction 10 carburant moteur de type gazole et une fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole qui peut être par exemple renvoyée au moins en partie dans l'étape a) et/ou être au moins en partie renvoyée dans l'étape b) d'hydrotraitements convertissant. La zone de distillation dans laquelle on scinde cette fraction plus légère peut être distincte de la zone de distillation de 15 l'étape c), mais le plus souvent cette fraction plus légère est envoyée dans la zone de distillation de ladite étape c).

Selon une forme particulière, qui peut être une forme préférée lorsque le catalyseur employé dans l'étape a) a tendance à former des fines qui peuvent à 20 la longue altérer le fonctionnement du réacteur en lit fixe de l'étape b), il est possible de prévoir une étape b1) de séparation permettant l'élimination, au moins partielle, des dites fines avant l'introduction du produit issu soit de l'étape a), soit de l'étape a1), dans l'étape b) d'hydrotraitements. Cette séparation peut être mise en oeuvre par tout moyen bien connu des hommes 25 du métier. A titre d'exemple, on peut effectuer cette séparation en utilisant au moins un système de centrifugation, tel qu'un hydrocyclone ou au moins un filtre. On ne sortirai pas du cadre de la présente invention, en effectuant la séparation directe du produit issu de l'étape a) puis en envoyant le produit appauvri en fines dans l'étape a1), mais cela impliquerai le traitement d'une 30 quantité plus importante de produit que si la séparation est effectuée sur la fraction liquide issue de l'étape a1), lorsque celle-ci existe. Selon une forme particulière de réalisation de cette étape b1), on utilisera au moins deux moyens de séparation en parallèle, dont l'un sera utilisé pour effectuer la séparation pendant que l'autre sera purgé des fines retenues.

Les conditions de l'étape a) de traitement de la charge en présence d'hydrogène sont habituellement des conditions classiques d'hydroconversion en lit bouillonnant d'une fraction hydrocarbonée liquide. On opère habituellement sous une pression absolue 2 à 35 MPa, souvent de 5 à 20 MPa et le plus souvent de 6 à 10 MPa, à une température d'environ 300 à environ 550 °C et souvent d'environ 350 à environ 500 °C. La vitesse spatiale horaire (VVH) et la pression partielle d'hydrogène sont des facteurs importants que l'on choisit en fonction des caractéristiques du produit à traiter et de la conversion souhaitée. Le plus souvent la VVH se situe dans une gamme allant d'environ 0,1 h<sup>-1</sup> à environ 10 h<sup>-1</sup> et de préférence environ 0,5 h<sup>-1</sup> à environ 5 h<sup>-1</sup>. La quantité d'hydrogène mélangé à la charge est habituellement d'environ 50 à environ 5000 normaux mètres cube (Nm<sup>3</sup>) par mètre cube (m<sup>3</sup>) de charge liquide et le plus souvent d'environ 100 à environ 1000 Nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> et de préférence d'environ 300 à environ 500 Nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>. On peut utiliser un catalyseur granulaire classique d'hydroconversion, comprenant sur un support amorphe, au moins un métal ou composé de métal ayant une fonction hydro-déshydrogénante. Ce catalyseur peut être un catalyseur comprenant des métaux du groupe VIII, par exemple du nickel et/ou du cobalt le plus souvent en association avec au moins un métal du groupe VIB, par exemple du molybdène et/ou du tungstène. On peut par exemple employer un catalyseur comprenant de 0,5 à 10 % en poids de nickel et de préférence de 1 à 5 % en poids de nickel (exprimé en oxyde de nickel NiO) et de 1 à 30 % en poids de molybdène de préférence de 5 à 20 % en poids de molybdène (exprimé en oxyde de molybdène MoO<sub>3</sub>) sur un support minéral amorphe. Ce support sera par exemple choisi dans le groupe formé par l'alumine, la silice, les silices-alumines, la magnésie, les argiles et les mélanges d'au moins deux de ces minéraux. Ce support peut également renfermer d'autres composés et par exemple des oxydes choisis dans le groupe formé par l'oxyde de bore, la zircone, l'oxyde de titane, l'anhydride phosphorique. On utilise le plus souvent un support d'alumine et très souvent un support d'alumine dopée avec du phosphore et éventuellement du bore. La concentration en anhydride phosphorique P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> est habituellement inférieure à environ 20 % en poids et le plus souvent inférieure à environ 10 % en poids. Cette concentration en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> est habituellement d'au moins 0,001 % en poids. La concentration en trioxyde de bore B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est habituellement d'environ 0 à environ 10 % en poids. L'alumine utilisée est habituellement une alumine  $\gamma$  ou  $\eta$ . Ce catalyseur est le

plus souvent sous forme d'extrudé. La teneur totale en oxydes de métaux des groupes VIB et VIII est souvent d'environ 5 à environ 40 % en poids et en général d'environ 7 à 30 % en poids et le rapport pondéral exprimé en oxyde métallique entre métal (ou métaux) du groupe VIB sur métal (ou métaux) du 5 groupe VIII, est en général d'environ 20 à environ 1, et le plus souvent d'environ 10 à environ 2. Le catalyseur usagé est en partie remplacé par du catalyseur frais par soutirage en bas du réacteur et introduction en haut du réacteur de catalyseur frais, ou neuf à intervalle de temps régulier, c'est-à-dire par exemple par bouffée ou de façon quasi continue. On peut par exemple 10 introduire du catalyseur frais tous les jours. Le taux de remplacement du catalyseur usé par du catalyseur frais peut être par exemple d'environ 0,05 kilogramme à environ 10 kilogrammes par mètre cube de charge. Ce soutirage et ce remplacement sont effectués à l'aide de dispositifs permettant le fonctionnement continu de cette étape d'hydroconversion. L'unité comporte 15 habituellement une pompe de recirculation permettant le maintien du catalyseur en lit bouillonnant par recyclage continu, d'au moins une partie du liquide soutiré en tête du réacteur, et réinjecté en bas du réacteur. Il est également possible d'envoyer le catalyseur usé, soutiré du réacteur, dans une zone de régénération, dans laquelle on élimine le carbone et le soufre qu'il 20 renferme, puis de renvoyer ce catalyseur régénéré dans l'étape a) d'hydroconversion.

Le plus souvent cette étape a) d'hydroconversion est mise en oeuvre dans les conditions du procédé T-STAR®, tel que décrit par exemple dans l'article 25 Heavy Oil Hydroprocessing, publié par l'Aiche, March 19-23, 1995, HOUSTON, Texas, paper number 42d. Elle peut également être mise en oeuvre dans les conditions du procédé H-OIL®, tel que décrit par exemple dans l'article publié par la NPRA Annual Meeting, March 16-18, 1997, J.J. Colyar et L.I. Wilson sous le titre THE H-OIL® PROCESS A WORLDWIDE 30 LEADER IN VACUUM RESIDUE HYDROPROCESSING.

Les produits obtenus au cours de cette étape a) sont, selon une variante mentionnée ci-devant [étape a1)], envoyés dans une zone de séparation, à partir de laquelle on peut récupérer une fraction liquide lourde et une fraction 35 plus légère. Habituellement, cette fraction liquide lourde a un point d'ébullition initial d'environ 350° C à environ 400° C, et de préférence

d'environ 360° à environ 380° C, et par exemple environ 370° C. La fraction plus légère est habituellement envoyée dans une zone de séparation, dans laquelle elle est scindée en fractions légères essence et gazole, que l'on peut envoyer au moins en partie aux réservoirs (pools) carburants et en une fraction 5 plus lourde.

Dans l'étape b) d'hydrotraitemen, on utilise habituellement un catalyseur classique d'hydrotraitemen, et de préférence au moins l'un de ceux décrits par la demanderesse, en particulier l'un de ceux décrits dans les brevets 10 EP-B-113297 et EP-B-113284. On opère habituellement sous une pression absolue d'environ 2,5 à 35 Mpa, souvent d'environ 5 à 20 Mpa, et le plus souvent d'environ 6 à 10 Mpa. La température dans cette étape b) est habituellement d'environ 300 à environ 500 °C, souvent d'environ 350 °C à environ 450 °C, et très souvent d'environ 350 °C à environ 420 °C. Cette 15 température est habituellement ajustée en fonction du niveau souhaité d'hydrodésulfuration. La vitesse spatiale horaire (VVH) et la pression partielle d'hydrogène sont des facteurs importants que l'on choisit en fonction des caractéristiques du produit à traiter et de la conversion souhaitée. Le plus souvent la VVH se situe dans une gamme allant d'environ  $0,1 \text{ h}^{-1}$  à environ 20  $5 \text{ h}^{-1}$ , et de préférence environ  $0,5 \text{ h}^{-1}$  à environ  $2 \text{ h}^{-1}$ . La quantité d'hydrogène mélangé à la charge est habituellement d'environ 100 à environ 5000 normaux mètres cube ( $\text{Nm}^3$ ) par mètre cube ( $\text{m}^3$ ) de charge liquide, et le plus souvent d'environ 200 à environ  $1000 \text{ Nm}^3/\text{m}^3$ , et de préférence d'environ 300 à environ  $500 \text{ Nm}^3/\text{m}^3$ . On opère utilement en présence 25 d'hydrogène sulfuré et la pression partielle de l'hydrogène sulfuré est habituellement d'environ 0,002 fois à environ 0,1 fois, et de préférence d'environ 0,005 fois à environ 0,05 fois la pression totale. Dans la zone d'hydrodésulfuration, le catalyseur idéal doit avoir un fort pouvoir hydrogénant, de façon à réaliser un raffinage profond des produits, et à 30 obtenir un abaissement important du soufre. Dans le cas préféré de réalisation, la zone d'hydrotraitemen opère à température relativement basse, ce qui va dans le sens d'une hydrogénéation profonde et d'une limitation du cokage. On ne sortirait pas du cadre de la présente invention en utilisant dans la zone d'hydrotraitemen, de manière simultanée ou de manière successive, un seul 35 catalyseur ou plusieurs catalyseurs différents. Habituellement cette étape b)

est effectué industriellement, dans un ou plusieurs réacteurs à courant descendant de liquide.

Dans la zone d'hydrotraitemen [(étape b)], on utilise au moins un lit fixe de 5 catalyseur classique d'hydrotraitemen, dont le support est au moins en partie amorphe. On utilisera de préférence un catalyseur dont le support est par exemple choisi dans le groupe formé par l'alumine, la silice, les silices-alumines, la magnésie, les argiles et les mélanges d'au moins deux de ces minéraux. Ce support peut également renfermer d'autres composés et par 10 exemple des oxydes choisis dans le groupe formé par l'oxyde de bore, la zircone, l'oxyde de titane, l'anhydride phosphorique. On utilise le plus souvent un support d'alumine et très souvent un support d'alumine dopée avec du phosphore et éventuellement du bore. La concentration en anhydride phosphorique  $P_2O_5$  est habituellement inférieure à environ 20 % en poids et le 15 plus souvent inférieure à environ 10 % en poids. Cette concentration en  $P_2O_5$  est habituellement d'au moins 0,001 % en poids. La concentration en trioxyde de bore  $B_2O_3$  est habituellement d'environ 0 à environ 10 % en poids. L'alumine utilisée est habituellement une alumine  $\gamma$  ou  $\eta$ . Ce catalyseur est le plus souvent sous forme de billes ou d'extrudés. On peut utiliser un catalyseur 20 granulaire classique d'hydrotraitemen comprenant sur un support amorphe, au moins un métal ou composé de métal ayant une fonction hydro-déshydrogénante. Ce catalyseur peut être un catalyseur comprenant des métaux du groupe VIII, par exemple du nickel et/ou du cobalt, le plus souvent en association avec au moins un métal du groupe VIB par exemple du 25 molybdène et/ou du tungstène. On peut par exemple employer un catalyseur comprenant de 0,5 à 10 % en poids de nickel, et de préférence de 1 à 5 % en poids de nickel (exprimé en oxyde de nickel  $NiO$ ), et de 1 à 30 % en poids de molybdène, de préférence de 5 à 20 % en poids de molybdène (exprimé en oxyde de molybdène  $MoO_3$ ), sur un support minéral amorphe. La teneur 30 totale en oxydes de métaux des groupes VI et VIII est souvent d'environ 5 à environ 40 % en poids, et en général d'environ 7 à 30 % en poids, et le rapport pondéral exprimé en oxyde métallique entre métal (ou métaux) du groupe VIB sur métal (ou métaux) du groupe VIII est en général d'environ 20 à environ 1, et le plus souvent d'environ 10 à environ 2.

- Dans la zone de distillation dans l'étape c), les conditions sont généralement choisies de manière à ce que le point de coupe pour la charge lourde soit d'environ 350° à environ 400° C, et de préférence d'environ 360° à environ 380° C, et par exemple environ 370° C. Dans cette zone de distillation, on 5 récupère également une fraction essence dont le point final d'ébullition est le plus souvent d'environ 150° C, et une fraction gazole dont le point initial d'ébullition est habituellement d'environ 150° C et le point final d'ébullition d'environ 370° C.
- 10 Enfin selon une variante mentionnée ci-devant dans une étape d) de craquage catalytique, au moins une partie de la fraction lourde de la charge hydrotraitée obtenue à l'étape c) peut être envoyée dans une section de craquage catalytique classique, dans laquelle elle est craquée catalytiquement de manière classique dans des conditions bien connues des hommes du métier, 15 pour produire une fraction carburant (comprenant une fraction essence et une fraction gazole) que l'on envoie habituellement, au moins en partie, aux réservoirs (pools) carburants, et une fraction lourde (slurry) qui sera par exemple au moins en partie, voire en totalité, envoyée au réservoir (pool) fuel lourd ou recyclée au moins en partie, voire en totalité, à l'étape d) de craquage catalytique. Dans le cadre de la présente invention, l'expression craquage catalytique classique englobe les procédés de craquage comprenant au moins une étape de régénération par combustion partielle, et ceux comprenant au moins une étape de régénération par combustion totale, et/ou ceux comprenant à la fois au moins une étape de combustion partielle et au moins 20 une étape de combustion totale. Dans une forme particulière de réalisation de l'invention, une partie de la fraction gazole obtenue au cours de cette étape d) est recyclée soit à l'étape a), soit à l'étape b), soit à l'étape d) en mélange avec la charge introduite dans cette étape d) de craquage catalytique. Dans la présente description, le terme une partie de la fraction gazole doit être compris comme 25 étant une fraction inférieure à 100 %. On ne sortirait pas du cadre de la présente invention en recyclant une partie de la fraction gazole à l'étape a), une partie à l'étape b) et une autre partie à l'étape d), l'ensemble de ces parties ne représentant pas forcément la totalité de la fraction gazole. Il est également possible, dans le cadre de la présente invention, de recycler la totalité du 30 gazole obtenu par craquage catalytique soit à l'étape a), soit à l'étape b), soit à l'étape d), soit une fraction dans chacune de ces étapes, la somme de ces 35

fractions représentant 100 % de la fraction gazole obtenue à l'étape d). On peut aussi recycler à l'étape d) au moins une partie de la fraction essence obtenue dans cette étape d) de craquage catalytique.

- 5 On trouvera par exemple une description sommaire du craquage catalytique (dont la première mise en oeuvre industrielle remonte à 1936 (procédé HOUDRY) ou en 1942 pour l'utilisation de catalyseur en lit fluidisé) dans ULLMANS ENCYCLOPEDIA OF INDUSTRIAL CHEMISTRY VOLUME A 18, 1991, pages 61 À 64. On utilise habituellement un catalyseur classique 10 comprenant une matrice, éventuellement un additif et au moins une zéolithe. La quantité de zéolithe est variable mais habituellement d'environ 3 à 60 % en poids, souvent d'environ 6 à 50 % en poids et le plus souvent d'environ 10 à 45 % en poids. La zéolithe est habituellement dispersée dans la matrice. La quantité d'additif est habituellement d'environ 0 à 30 % en poids et souvent 15 d'environ 0 à 20 % en poids . La quantité de matrice représente le complément à 100 % en poids. L'additif est généralement choisi dans le groupe formé par les oxydes des métaux du groupe IIA de la classification périodique des éléments, tels que par exemple l'oxyde de magnésium ou l'oxyde de calcium, les oxydes des terres rares et les titanates des métaux du groupe IIA. La 20 matrice est le plus souvent une silice, une alumine, une silice-alumine, une silice-magnésie, une argile ou un mélange de deux ou plusieurs de ces produits. La zéolithe la plus couramment utilisée est la zéolithe Y. On effectue le craquage dans un réacteur sensiblement vertical, soit en mode ascendant (riser), soit en mode descendant (dropper). Le choix du catalyseur et des 25 conditions opératoires sont fonctions des produits recherchés en fonction de la charge traitée, comme cela est par exemple décrit dans l'article de M. MARCILLY pages 990-991 publié dans la revue de l'Institut Français du Pétrole nov.-déc. 1975 pages 969-1006. On opère habituellement à une température d'environ 450° C à environ 600 °C et des temps de séjour dans le 30 réacteur inférieur à 1 minute, souvent d'environ 0,1 à environ 50 secondes.

L'étape d) de craquage catalytique peut aussi être une étape de craquage catalytique en lit fluidisé par exemple selon le procédé mis au point par la demanderesse dénommé R2R. Cette étape peut être exécutée de manière 35 classique connue des hommes du métier dans les conditions adéquates de craquage en vue de produire des produits hydrocarbonés de plus faible poids

moléculaire. Des descriptions de fonctionnement et de catalyseurs utilisables dans le cadre du craquage en lit fluidisé dans cette étape d) sont décrits par exemple dans les documents de brevets US-A-4695370, EP-B-184517, US-A-4959334, EP-B-323297, US-A-4965232, US-A-5120691, US-A-5344554, 5 US-A-5449496, EP-A-485259, US-A-5286690, US-A-5324696 et EP-A-699224.

Le réacteur de craquage catalytique en lit fluidisé peut fonctionner à courant 10 ascendant ou à courant descendant. Bien que cela ne soit pas une forme préférée de réalisation de la présente invention, il est également envisageable d'effectuer le craquage catalytique dans un réacteur à lit mobile. Les catalyseurs de craquage catalytique particulièrement préférés sont ceux qui contiennent au moins une zéolithe, habituellement en mélange avec une 15 matrice appropriée telle que par exemple l'alumine, la silice, la silice-alumine.

Selon un mode de réalisation particulier, lorsque la charge traitée est un distillat sous vide issu de la distillation sous vide d'un résidu de distillation atmosphérique d'un pétrole brut, il est avantageux de récupérer le résidu sous 20 vide pour l'envoyer dans une étape f) de désasphaltage au solvant à partir de laquelle on récupère une fraction d'asphalte et une huile désasphaltée, qui est par exemple, au moins en partie, envoyée à l'étape a) d'hydroconversion en mélange avec le distillat sous vide. Dans le cas de cette mise en oeuvre particulière, au moins une partie de la fraction lourde (slurry) obtenue à 25 l'étape d) de craquage catalytique peut être avantageusement recyclée à l'entrée de cette étape f) de désasphaltage.

L'étape f) de désasphaltage à l'aide d'un solvant est effectuée dans des conditions classiques bien connues de l'homme du métier. On peut ainsi se 30 référer à l'article de BILLON et autres, publié en 1994, dans le volume 49, numéro 5, de la revue de l'INSTITUT FRANÇAIS DU PÉTROLE pages 495 à 507, ou encore à la description donnée dans la description du brevet français FR-B-2480773, ou dans la description du brevet FR-B-2681871 au nom de la demanderesse, ou encore dans la description du brevet US-A-4715946 au nom de la demanderesse. Le désasphaltage est habituellement

effectué à une température de 60 à 250 °C avec au moins un solvant hydrocarboné ayant de 3 à 7 atomes de carbone éventuellement additionné d'au moins un additif. Les solvants utilisables et les additifs sont largement décrits dans les documents cités ci-devant, et dans les documents de brevet 5 US-A-1948296, US-A-2081473, US-A-2587643, US-A-2882219, US-A-3278415 et US-A-3331394 par exemple. Il est également possible d'effectuer la récupération du solvant selon le procédé optocritique, c'est-à-dire en utilisant 10 un solvant dans des conditions supercritiques. Ce procédé permet en particulier d'améliorer notamment l'économie globale du procédé. Ce 15 désasphaltage peut être fait dans un mélangeur-décanteur ou dans une colonne d'extraction. Dans le cadre de la présente invention on préfère la technique utilisant au moins une colonne d'extraction.

Dans une forme préférée de l'invention, l'asphalte résiduel obtenu à l'étape f) 15 est envoyé dans une section d'oxyvapogazéification dans laquelle il est transformé en un gaz contenant de l'hydrogène et du monoxyde de carbone. Ce mélange gazeux peut être utilisé pour la synthèse de méthanol ou pour la synthèse d'hydrocarbures par la réaction de Fischer-Tropsch. Ce mélange, dans le cadre de la présente invention, est de préférence envoyé dans une 20 section de conversion à la vapeur (shift conversion en anglais) dans laquelle, en présence de vapeur d'eau, il est converti en hydrogène et en dioxyde de carbone. L'hydrogène obtenu peut être employé dans les étapes a) et b) du procédé selon l'invention. L'asphalte résiduel peut aussi être utilisé comme combustible solide ou après fluxage comme combustible liquide ou entrer 25 dans la composition des bitumes.

Les figures 1, 2, 3 et 4 représentent schématiquement les principales variantes pour la mise en oeuvre du procédé selon la présente invention. Sur ces figures les organes similaires sont désignés par les mêmes chiffres et lettres de 30 référence.

Selon la figure 1, la charge hydrocarbonée à traiter entre par la ligne 10 dans la zone de distillation sous vide (5) à la sortie de laquelle on récupère par la ligne 15 un distillat sous vide et par la ligne 11 un résidu sous vide envoyé dans la 35 zone de désasphaltage aux solvants (6) à partir de laquelle on récupère un asphalte par la ligne 12 et une huile désaphaltée récupérée par la ligne 14 et

- envoyée éventuellement par la ligne 13 dans le distillat sous vide qui sort par la ligne 15 de la zone de distillation, distillat qui est envoyé dans la section de traitement (1) en présence d'hydrogène, ledit hydrogène étant introduit par la ligne 19. L'appoint de catalyseur se fait par la ligne 16 et le soutirage par la ligne 17. L'effluent traité dans la zone (1) est envoyé par la ligne 18 dans la section d'hydrotraITEMENT (2) en présence d'hydrogène introduit par la ligne 19.a., une partie de l'effluent traité est éventuellement récupérée par la ligne 20 et une partie est envoyée par la ligne 21 dans une zone de distillation à la sortie de laquelle on récupère par la ligne 22 une fraction gaz, par la ligne 23 une fraction essence, par la ligne 24 une fraction gazole et une fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole 25 qui est envoyée éventuellement par la ligne 26 dans la section d'hydrotraITEMENT (2) et éventuellement par la ligne 27 dans la section d'hydrotraITEMENT (1), et est envoyée par la ligne 28 dans une section de craquage catalytique (4), à la sortie de laquelle on récupère par la ligne 30 une fraction gaz, par la ligne 31 une fraction essence, par la ligne 29 une fraction gazole et par la ligne 32 une fraction lourde (slurry) qui est envoyée en partie au réservoir (pool) fuel lourd par la ligne 33, une autre partie de la fraction lourde (slurry) étant éventuellement envoyée par la ligne 34 puis par la ligne 36 dans la section de craquage catalytique (4), une autre partie de la fraction lourde (slurry) étant éventuellement envoyée par la ligne 35, puis par la ligne 26 dans la section d'hydrotraITEMENT (2). Une partie de la fraction essence est éventuellement envoyée par la ligne 37 et la ligne 36 dans la zone de craquage catalytique (4). Une partie de la fraction gazole est éventuellement envoyée par la ligne 38 puis par la ligne 36 dans la zone de craquage catalytique (4), une autre partie de cette même fraction étant éventuellement envoyée par la ligne 39 dans la section d'hydrotraITEMENT (1), une autre partie de cette même fraction étant éventuellement envoyée par la ligne 40 dans la section d'hydrotraITEMENT (2).
- 30 Selon une forme particulière de l'invention décrite dans la figure 2, l'effluent récupéré après le traitement de la section (1) par la ligne 18 est envoyé dans une zone (1.a) dans laquelle ledit effluent est scindé en une fraction liquide lourde qui est envoyée par la ligne 18.a dans la section d'hydrotraITEMENT (2) et une fraction légère que l'on récupère par la ligne 18.c, une partie de cette fraction légère étant éventuellement envoyée par la ligne 18.b dans la zone de distillation (3).

Selon une autre forme particulière de l'invention décrite dans la figure 3, l'effluent récupéré après le traitement de la section (1) par la ligne 18 est envoyée par les lignes 18.d et 18.e dans les zones (2.a) et (2.b) de séparation des fines à partir de laquelle on récupère un effluent envoyé par la ligne 18.f 5 dans la section d'hydrotraitemet (2).

Selon une autre forme particulière de l'invention décrite dans la figure 4, l'effluent récupéré après le traitement de la section (1) par la ligne 18 est envoyé dans une zone (1.a) dans laquelle ledit effluent est scindé en une 10 fraction liquide lourde qui est envoyée par les lignes 18.d et 18.e dans les zones (2.a) et (2.b) de séparation des fines à partie de laquelle on récupère un effluent envoyé par la ligne 18.f dans la section d'hydrotraitemet (2) et une fraction légère que l'on récupère par la ligne 18.c, une partie de cette fraction légère étant éventuellement envoyée par la ligne 18.b dans la zone de 15 distillation (3).

## EXEMPLES

Ces exemples sont issus d'expérimentations réalisées dans des unités pilotes.

20

### EXAMPLE 1 (comparaison)

On traite un distillat sous vide (DSV) lourd d'origine Safaniya. Ses caractéristiques sont présentées sur le tableau 1 colonne 1. Tous les 25 rendements sont calculés à partir d'une base 100 (en masse) de DSV.

On traite ce distillat sous vide Safaniya dans une unité pilote comportant un réacteur à lit fixe de catalyseur.

30 Ce réacteur simule le réacteur d'une unité industrielle d'hydrotraitemet de distillat sous vide en lit fixe. L'écoulement des fluides est ascendant dans ce réacteur contrairement au cas d'une unité industrielle. Il a été en effet vérifié par ailleurs que ce mode de travail en unité pilote fournit des résultats équivalents à ceux des unités industrielles travaillant à courant descendant de 35 fluides.

Ce réacteur en lit fixe est chargé d'1 litre de catalyseur commercial vendu par la société PROCATALYSE sous la référence HR348.

Les conditions opératoires de mise en oeuvre sont les suivantes :

- 5 -VVH globale :  $1,5 \text{ h}^{-1}$
- pression : 75 bar (7,5 Mpa)
- recyclage d'hydrogène : 400 litre d'hydrogène par litre de charge
- température dans le réacteur : 375 °C

- 10 Les produits liquides issus du réacteur sont fractionnés au laboratoire en une fraction essence ( $PI-150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ), une fraction gazole ( $150-370 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ) et une fraction résiduelle ( $370^{+} \text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

Le tableau 2 donne les rendements et les principales caractéristiques des 15 produits obtenus : essence et gazole.

Le tableau 1 donne colonne 2, les caractéristiques de la fraction résiduelle  $370^{+} \text{ }^{\circ}\text{C}$ , qui forme la charge que l'on envoie dans une unité pilote de craquage catalytique utilisant un catalyseur contenant 20% poids de zéolithe Y et 80% 20 en poids d'une matrice silice-alumine. Cette charge préchauffée à 135 °C est mise en contact en bas d'un réacteur pilote vertical avec un catalyseur régénéré chaud provenant d'un régénérateur pilote. La température d'entrée dans le réacteur du catalyseur est 725 °C. Le rapport du débit de catalyseur sur le débit de charge est de 6,1. L'apport calorique du catalyseur à 725 °C 25 permet la vaporisation de la charge et la réaction de craquage qui est endothermique. Le temps de séjour moyen du catalyseur dans la zone réactionnelle est d'environ 3 secondes. La pression opératoire est 1,8 bars absolu. La température du catalyseur mesurée à la sortie du réacteur en lit fluidisé entraîné ascendant (riser) est 515 °C. Les hydrocarbures craqués et le 30 catalyseur sont séparés grâce à des cyclones situées dans une zone de désengagement (stripper) où le catalyseur est strippé. Le catalyseur qui a été coké pendant la réaction et strippé dans la zone de désengagement est ensuite envoyé dans le régénérateur. La teneur en coke du solide (delta coke) à l'entrée du régénérateur est de 0,9 %. Ce coke est brûlé par de l'air injecté dans 35 le régénérateur. La combustion très exothermique élève la température du

solide de 515 °C à 725 °C. Le catalyseur régénéré et chaud sort du régénérateur et est renvoyé en bas du réacteur.

Les hydrocarbures séparés du catalyseur sortent de la zone de désengagement ; ils sont refroidis par des échangeurs et envoyés dans une colonne de stabilisation qui sépare les gaz et les liquides. Le liquide (C5+) est également échantillonné puis il est fractionné dans une autre colonne afin de récupérer une fraction essence, une fraction gazole et une fraction fuel lourd ou lourde (slurry) (370 °C +). Le tableau 3 donne les rendements et les principales caractéristiques des produits obtenus

On mélange ensuite la fraction essence récupérée par distillation de l'effluent de sortie du réacteur en lit fixe, et la fraction essence récupérée à partir du produit issu du craquage catalytique et on fait de même avec les deux fractions gazole. Le tableau 4 donne les rendements totaux en essence et en gazole ainsi obtenu et les principales caractéristiques de ces produits.

On constate les forts rendements en essence mais des faibles rendements en gazole assortis de teneurs en soufre élevées, avec ce procédé ne comprenant qu'une étape de traitement en lit fixe et une étape de craquage catalytique de la fraction lourde 370+ °C, récupérée à la sortie du réacteur travaillant en lit fixe

**Tableau N° 1**

	1	2
DSV	DSV	
Safaniya	Safaniya	
SR	ex HDT	
		Charge FCC
Rendement/DSV % masse	100	88
Densité 15/4	0,940	0,907
Soufre, % masse	3,08	0,2
Carb. Conradson, % masse	1,2	0,1
Azote, ppm	1092	450
Hydrogène, % masse	11,9	12,9
Dist. simulée, % masse		
5%	366	390
50%	488	470
95%	578	565

**Tableau N° 2**

<b>Produits ex HDT</b>	<b>Essence</b>	<b>Gazole</b>
	<b>PI-150</b>	<b>150-370</b>
Rendement/DSV SR, % masse	1	9
Densité15/4	0,745	0,895
Soufre, ppm masse	50	800
Azote, ppm masse	10	90
(RON+MON)/2	51	
Cétane moteur		42

**Tableau N° 3**

<b>Produits ex FCC</b>	<b>Essence</b>	<b>Gazole</b>
	<b>PI-220</b>	<b>220-370</b>
Rendt/charge FCC, % masse	60	9,7
Rendement/DSV SR, % masse	52,8	8,5
Densité 15/4	0,747	0,924
Soufre, ppm masse	90	2400
Azote, ppm masse	15	400
(RON+MON)/2	86	
Cétane moteur		27

**Tableau N° 4**

<b>Produits totaux</b>	<b>Essence</b>	<b>Gazole</b>
	<b>Totale</b>	<b>Total</b>
Rendement/DSV SR, % masse	53,8	17,5
Densité 15/4	0,747	0,909
Soufre, ppm masse	88	1580
Azote, ppm masse	15	240
(RON+MON)/2	85	
Cétane moteur		35

5

**EXAMPLE 2 (selon l'invention)**

On traite le même distillat sous vide (DSV) lourd d'origine Safaniya que dans l'exemple 1. Ses caractéristiques sont rappelées sur le tableau 1b colonne 1.

- 10 Tous les rendements sont calculés à partir d'une base 100 (en masse) de DSV.

On traite ce distillat sous vide Safaniya dans une unité pilote comportant un premier réacteur à lit bouillonnant de catalyseur et un deuxième réacteur à lit fixe de catalyseur.

- 5 Le premier réacteur simule une unité industrielle du procédé T-STAR® à lit bouillonnant alors que le deuxième réacteur simule un réacteur d'une unité industrielle d'hydrotraitemennt de distillat sous vide en lit fixe. L'écoulement des fluides est ascendant dans les deux réacteurs contrairement au cas d'une unité industrielle. Il a été en effet vérifié, par ailleurs, que ce mode de travail en
- 10 unité pilote fournit des résultats équivalents à ceux des unités industrielles travaillant à courant descendant de fluides.

On a installé entre les deux réacteurs un système de filtration permettant l'élimination des fines de catalyseur générées dans le premier réacteur 15 travaillant en lit bouillonnant . Ceci évite l'apparition de pertes de charge dans le deuxième réacteur travaillant en lit fixe, et d'autre part, évite la désactivation rapide du catalyseur de craquage catalytique en lit fluide (FCC) par suite de la présence éventuelle de molybdène dans les fines du catalyseur sortant du premier réacteur. Ce système de filtration comporte deux filtres en 20 parallèle, dont l'un est en service pendant que l'autre est en attente ou en régénération, et on passe alternativement de l'un à l'autre quand les pertes de charges apparaissent dans le filtre en service

Le premier réacteur contient 1 litre d'un catalyseur spécifique pour 25 l'application T-Star fabriqué par PROCATALYSE sous la référence HTS358. Le second réacteur, en lit fixe, est chargé d'1 litre de catalyseur commercial vendu par la société PROCATALYSE sous la référence HR348.

- Les conditions opératoires de mise en oeuvre sont les suivantes :
- 30 VVH globale :  $0,7 \text{ h}^{-1}$
  - pression : 75 bar (7,5 Mpa)
  - recyclage d'hydrogène : 400 litre d'hydrogène par litre de charge
  - température dans le premier réacteur : 425 °C
  - 35 température dans le deuxième réacteur : 380 °C

Les produits liquides issus du deuxième réacteur sont fractionnés au laboratoire en une fraction essence ( $PI-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), une fraction gazole ( $150-370\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) et une fraction résiduelle ( $370^{+}\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

- 5 Le tableau 2b donne les rendements et les principales caractéristiques des produits obtenus : essence et gazole.

Le tableau 1b donne, colonne 2, les caractéristiques de la fraction résiduelle  $370^{+}\text{ }^{\circ}\text{C}$ , qui forme la charge que l'on envoie dans une unité pilote de craquage catalytique utilisant un catalyseur contenant 20% poids de zéolithe Y et 80% en poids d'une matrice silice-alumine. Cette charge préchauffée à  $135\text{ }^{\circ}\text{C}$  est mise en contact en bas d'un réacteur pilote vertical, avec un catalyseur régénéré chaud, provenant d'un régénérateur pilote. La température d'entrée dans le réacteur du catalyseur est  $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Le rapport du débit de catalyseur sur le débit de charge est de 6,0. L'apport calorique du catalyseur à  $720\text{ }^{\circ}\text{C}$  permet la vaporisation de la charge et la réaction de craquage qui est endothermique. Le temps de séjour moyen du catalyseur dans la zone réactionnelle est d'environ 3 secondes. La pression opératoire est 1,8 bars absolu. La température du catalyseur mesurée à la sortie du réacteur en lit fluidisé entraîné ascendant (riser) est  $525\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Les hydrocarbures craqués et le catalyseur sont séparés grâce à des cyclones situées dans une zone de désengagement (stripper) où le catalyseur est strippé. Le catalyseur qui a été coké pendant la réaction, et strippé dans la zone de désengagement, est ensuite envoyé dans le régénérateur. La teneur en coke du solide (delta coke) à l'entrée du régénérateur est de 0,85 %. Ce coke est brûlé par de l'air injecté dans le régénérateur. La combustion très exothermique élève la température du solide de  $525\text{ }^{\circ}\text{C}$  à  $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Le catalyseur régénéré et chaud sort du régénérateur, et est renvoyé en bas du réacteur.

30 Les hydrocarbures séparés du catalyseur sortent de la zone de désengagement ; ils sont refroidis par des échangeurs, et envoyés dans une colonne de stabilisation qui sépare les gaz et les liquides. Le liquide ( $C5^{+}$ ) est également échantillonné, puis il est fractionné dans une autre colonne, afin de récupérer une fraction essence, une fraction gazole et une fraction fuel lourd ou une fraction lourde (slurry) ( $370\text{ }^{\circ}\text{C}^{+}$ ). Le tableau 3b donne les rendements et les principales caractéristiques des produits obtenus

On mélange ensuite la fraction essence récupérée par distillation de l'effluent de sortie du deuxième réacteur, et la fraction essence récupérée à partir du produit issu du craquage catalytique, et on fait de même avec les deux fractions gazole. Le tableau 4b donne les rendements totaux en essence et en 5 gazole ainsi obtenus et les principales caractéristiques de ces produits.

Par rapport à l'exemple 1, on constate les forts rendements en gazole et les hautes qualités des produits issus du procédé de la présente invention (exemple 2) comprenant la succession d'une étape de traitement en lit 10 bouillonnant, d'une étape de traitement en lit fixe de l'effluent total sortant du réacteur travaillant en lit bouillonnant, et une étape de craquage catalytique de la fraction lourde 370+ °C récupérée à la sortie du deuxième réacteur travaillant en lit fixe .

15

**Tableau 1b**

coupe	1	2
	DSV	DSV
	Safaniya	Safaniya
Rendement/DSV % masse	100	45,2
Densité 15/4	0,940	0,875
Soufre, % masse	3,08	0,05
Carb. Conradson, % masse	1,2	<0,1
Azote, ppm	1092	150
Hydrogène, % masse	11,9	13,1
Dist. simulée, % masse		
5%	366	390
50%	488	460
95%	578	558

**Tableau 2b**

Produits ex T-Star + HDT	Essence	Gazole
	PI-150	150-370
Rendement/DSV SR, % masse	8,3	37,4
Densité 15/4	0,740	0,853
Soufre, ppm masse	30	160
Azote, ppm masse	8	40
(RON+MON)/2	55	
Cétane moteur		45

**Tableau 3b**

<b>Produits ex FCC</b>	<b>Essence</b>	<b>Gazole</b>
	<b>PI-220</b>	<b>220-370</b>
Rendt/charge FCC, % masse	61,7	9,7
Rendement/DSV SR, % masse	27,9	4,4
Densité 15/4	0,736	0,924
Soufre, ppm masse	20	800
Azote, ppm masse	10	200
(RON+MON)/2	86	
Cétane moteur		28

**Tableau 4b**

<b>Produits totaux</b>	<b>Essence</b>	<b>Gazole</b>
	<b>Totale</b>	<b>Total</b>
Rendement/DSV SR, % masse	36,2	41,8
Densité 15/4	0,737	0,860
Soufre, ppm masse	23	229
Azote, ppm masse	9	57
(RON+MON)/2	78	
Cétane moteur		43

REVENDICATIONS

1. Procédé de conversion d'une fraction d'hydrocarbures, ayant une teneur en soufre d'au moins 0,3%, une température initiale d'ébullition d'au moins 300°C et une température finale d'ébullition d'au moins 400°C, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes:

a) on traite la charge hydrocarbonée dans une section de traitement en présence d'hydrogène, ladite section comprenant au moins un réacteur triphasique, contenant au moins un catalyseur d'hydroconversion dont le support minéral est au moins en partie amorphe, en lit bouillonnant, fonctionnant à courant ascendant de liquide et de gaz, ledit réacteur comportant au moins un moyen de soutirage (5) du catalyseur hors dudit réacteur situé à proximité du bas du réacteur, et au moins un moyen d'appoint (4) de catalyseur frais dans ledit réacteur situé à proximité du sommet dudit réacteur,

10 b) on envoie au moins une partie de l'effluent issu de l'étape a) dans une section de traitement en présence d'hydrogène ladite section comprenant au moins un réacteur contenant au moins un catalyseur d'hydrotraitement en lit fixe dont le support minéral est au moins en partie amorphe, l'hydrotraitement étant effectué sous une pression absolue d'environ 2,5 à 35 MPa, à une température

20 d'environ 300°C à 500°C, avec une vitesse spatiale horaire d'environ 0,1 à 5 h<sup>-1</sup>, et la quantité d'hydrogène mélangé à la charge d'environ 100 à 5000 normaux m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>, permettant d'obtenir un effluent à teneur réduite en soufre et à teneur élevée en distillat moyen,

c) on envoie au moins une partie de l'effluent obtenu à l'étape b) dans une étape de distillation, à partir de laquelle on récupère une fraction gazeuse, une fraction carburant moteur de type gazole, et une fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la totalité de l'effluent issu de l'étape a) est envoyé à l'étape b).

3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole obtenue à l'étape c) est envoyé dans une section de craquage catalytique [étape d)], dans laquelle elle est traitée dans des conditions permettant de produire une fraction gazeuse, une fraction essence, une fraction gazole et une fraction lourde (slurry).

4. Procédé selon la revendication 3, dans lequel au moins une partie de la fraction gazole récupérée à l'étape d) de craquage catalytique est recyclée à l'étape a) et/ou à l'étape b).

5. Procédé selon la revendication 3 ou 4, dans lequel l'étape d) de craquage

10 catalytique est effectuée dans des conditions permettant de produire une fraction essence, qui est au moins en partie envoyée au réservoir (pool) carburant; une fraction gazole qui est envoyée au moins en partie au réservoir (pool) gazole et une fraction lourde (slurry), qui est au moins en partie envoyée au réservoir (pool) fuel lourd.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 5, dans lequel au moins une partie de la fraction gazole et/ou de la fraction essence obtenue à l'étape d) de craquage catalytique est recyclée à l'entrée de cette étape d).

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 6, dans lequel au

20 moins une partie de la fraction lourde (slurry) obtenue à l'étape d) de craquage catalytique est recyclée à l'entrée de cette étape d).

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 6, dans lequel au moins une partie de la fraction lourde (slurry) obtenue à l'étape d) est renvoyée soit à l'étape a) d'hydroconversion, soit à l'étape b) d'hydrotraitement, soit dans chacune de ces étapes.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel la fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole obtenue à l'étape c) est

au moins en partie renvoyée soit à l'étape a) d'hydroconversion, soit à l'étape b) d'hydrotraitemen, soit dans chacune de ces étapes.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'il comprend une étape a1) entre l'étape a) et l'étape b) dans laquelle on scinde le produit issu de l'étape a) en une fraction liquide lourde, qui est envoyée dans l'étape b) d'hydrotraitemen, et en une fraction plus légère que l'on récupère.

11. Procédé selon la revendication 10, dans lequel la fraction liquide plus légère, que l'on récupère, est envoyée dans une zone de distillation, à partir de

10 laquelle on récupère une fraction gazeuse, une fraction carburant moteur de type essence, une fraction carburant moteur de type gazole et une fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole.

12. Procédé selon la revendication 10 ou 11, dans lequel la fraction liquide plus lourde que la fraction de type gazole est renvoyée, au moins en partie, dans l'étape a) et/ou au moins en partie renvoyée dans l'étape b).

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, dans lequel la fraction liquide plus légère, que l'on récupère, est envoyée dans la zone de distillation de l'étape c).

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 13, caractérisé

20 en ce qu'il comporte une étape b1) de séparation, au moins partielle, des fines contenues dans le produit issu soit de l'étape a), soit de l'étape a1), avant son introduction soit dans l'étape a1) soit dans l'étape b).

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'il comporte une étape b1) de séparation, au moins partielle, des fines contenues dans le produit issu de l'étape a) avant son introduction dans l'étape b).

16. Procédé selon la revendication 14 ou 15, dans lequel l'étape de séparation comporte l'utilisation de deux moyens de séparation en parallèles,

dont l'un sera utilisé pour effectuer la séparation, pendant que l'autre sera purgé des fines retenues.

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, dans lequel au cours de l'étape a) le traitement en présence d'hydrogène est effectué sous une pression absolue de 2 à 35 MPa, à une température d'environ 300°C à 550°C, avec une vitesse spatiale horaire d'environ 0,1 à 10 h<sup>-1</sup>, et la quantité d'hydrogène mélangé à la charge est d'environ 50 à 5000 normaux m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>.

18. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la charge traitée est un distillat sous vide, issu de la distillation sous vide d'un résidu de distillation atmosphérique d'un pétrole brut, et le résidu sous vide est envoyé dans une étape f) de désasphaltage, à partir de laquelle on récupère une huile désasphaltée qui est au moins en partie envoyée à l'étape a) et de l'asphalte.

19. Procédé selon la revendication 18, dans lequel le désasphaltage est effectué à une température de 60 à 250°C, avec au moins un solvant hydrocarboné ayant de 3 à 7 atomes de carbone.

20. Procédé selon la revendication 3, dans lequel au moins une partie de la fraction lourde (slurry) obtenue à l'étape d) de craquage catalytique est recyclée à l'entrée d'une étape f) de désasphaltage, à partir de laquelle on récupère une huile désasphaltée qui est au moins en partie envoyée à l'étape a) et de l'asphalte.

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 20, dans lequel au moins une partie de la fraction liquide plus lourde de la charge hydrotraitée, obtenue à l'étape c), est envoyée au réservoir (pool) fuel lourd.

22. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 21, dans lequel la fraction carburant moteur de type essence, et la fraction carburant moteur de type gazole obtenues à l'étape c), sont au moins en partie envoyées dans leurs réservoirs (pools) carburants respectifs.

**FIG.1**





FIG.2



**FIG.3**

