

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la  
Propriété Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
8 décembre 2016 (08.12.2016)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 2016/192893 A1

(51) Classification internationale des brevets :  
C10G 55/04 (2006.01) C10G 31/09 (2006.01)  
C10G 9/00 (2006.01) C10G 55/02 (2006.01)  
C10G 31/06 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/EP2016/058749

(22) Date de dépôt international :  
20 avril 2016 (20.04.2016)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
1554963 1 juin 2015 (01.06.2015) FR

(71) Déposant : IFP ENERGIES NOUVELLES [FR/FR]; 1  
& 4 avenue du Bois-Préau, 92852 Rueil-Malmaison (FR).

(72) Inventeurs : WEISS, Wilfried; 0242 Rue des Ecoles,  
38540 Valencin (FR). MERDRIGNAC, Isabelle; 0084  
Lot Les Ecoarees, 69970 Chaponnay (FR). BARBIER, Jé-  
rémie; 0039 Rte de Farnay, 42800 Rive de Gier (FR).  
FORRET, Ann; 0000 L-D Combechevre, 69420 Longes  
(FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre  
de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM,  
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,  
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,  
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,  
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR,  
KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG,  
MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,  
PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,  
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN,  
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

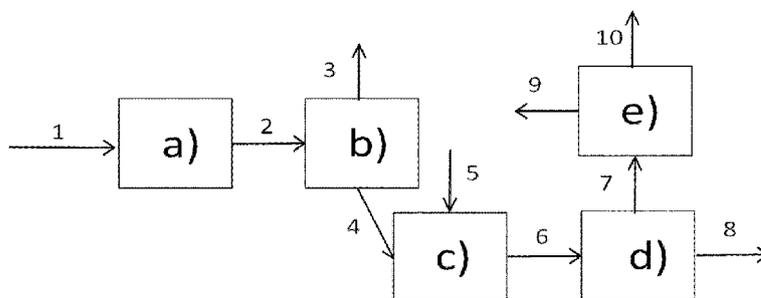
(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre  
de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,  
GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ,  
TZ, UG, ZM, ZW), eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU,  
TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,  
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU,  
LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,  
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,  
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :  
— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(54) Title : METHOD FOR CONVERTING FEEDSTOCKS COMPRISING A VISBREAKING STEP, A PRECIPITATION STEP  
AND A SEDIMENT SEPARATION STEP, IN ORDER TO PRODUCE FUEL OILS

(54) Titre : PROCÉDÉ DE CONVERSION DE CHARGES COMPRENANT UNE ÉTAPE DE VISCORÉDUCTION, UNE  
ÉTAPE DE PRÉCIPITATION ET UNE ÉTAPE DE SÉPARATION DES SÉDIMENTS POUR LA PRODUCTION DE FIOULS

Figure 1



(57) Abstract : The invention relates to a method for converting a hydrocarbon feedstock, said method comprising the following steps: a) a step of visbreaking the feedstock, b) a step of separating the effluent obtained at the end of step a), c) a step of precipitating sediments in which the heavy fraction resulting from the separation step b) is brought into contact with a distillate cut, at least 20% by weight of which has a boiling point greater than or equal to 100 °C, for a period less than 500 minutes, at a temperature between 25 and 350 °C and a pressure less than 20 MPa, d) a step of physically separating sediments of the heavy fraction resulting from precipitation step c) in order to obtain said heavy fraction separated from sediments, e) a step of recovering a heavy fraction having a sediment content, measured according to the method of ISO 10307-2, less than or equal to 0.1% by weight.

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]



WO 2016/192893 A1



---

L'invention concerne un procédé de conversion d'une charge hydrocarbonée, ledit procédé comprenant les étapes suivantes : a) une étape de viscoréduction de la charge, b) une étape de séparation de l'effluent obtenu à l'issue de l'étape a), c) une étape de précipitation des sédiments dans laquelle la fraction lourde issue de l'étape de séparation b) est mise en contact avec une coupe de distillat dont au moins 20% poids présente une température d'ébullition supérieure ou égale à 100° C, pendant une durée inférieure à 500 minutes, à une température comprise entre 25 et 350° C, et une pression inférieure à 20 MPa, d) une étape de séparation physique des sédiments de la fraction lourde issue de l'étape c) de précipitation pour obtenir ladite fraction lourde séparée des sédiments, e) une étape de récupération d'une fraction lourde ayant une teneur en sédiments, mesurée selon la méthode ISO 10307-2, inférieure ou égale à 0,1% en poids.

**PROCÉDÉ DE CONVERSION DE CHARGES COMPRENANT UNE ETAPE DE  
VISCOREDUCTION, UNE ETAPE DE PRECIPITATION ET UNE ETAPE DE SEPARATION  
DES SEDIMENTS POUR LA PRODUCTION DE FIOULS**

La présente invention concerne le raffinage et la conversion des fractions lourdes  
5 d'hydrocarbures contenant entre autre des impuretés soufrées. Elle concerne plus  
particulièrement un procédé de conversion de charges lourdes pétrolières de type résidu  
atmosphérique et/ou résidu sous vide pour la production de fractions lourdes utilisables  
comme bases de fiouls, notamment de bases de fiouls de soute, à basse teneur en  
sédiments. Le procédé selon l'invention permet également de produire des distillats  
10 atmosphériques (naphta, kérosène et diesel), des distillats sous vide et des gaz légers (C1  
à C4).

Les exigences de qualité des combustibles marins sont décrites dans la norme ISO 8217. La  
spécification concernant le soufre s'attache désormais aux émissions de SO<sub>x</sub> (Annexe VI de  
la convention MARPOL de l'Organisation Maritime Internationale) et se traduit par une  
15 recommandation en teneur en soufre inférieure ou égale à 0,5% poids en dehors des Zones  
de Contrôle des Emissions de Soufre (ZCES ou Emissions Control Areas / ECA en anglais)  
à l'horizon 2020-2025, et inférieure ou égale à 0,1% poids dans les ZCES. Une autre  
recommandation très contraignante est la teneur en sédiments après vieillissement selon  
ISO 10307-2 (également connue sous le nom d'IP390) qui doit être inférieure ou égale  
20 à 0,1%. La teneur en sédiments après vieillissement est une mesure réalisée selon la  
méthode décrite dans la norme ISO 10307-2 (également connu de l'homme du métier sous  
le nom de IP390). Dans la suite du texte on entendra donc par « teneur en sédiments après  
vieillissement », la teneur en sédiment mesurée selon la méthode ISO 10307-2. La référence  
à IP390 indiquera également que la mesure de la teneur en sédiments après vieillissement  
25 est réalisée selon la méthode ISO 10307-2.

La teneur en sédiments selon ISO 10307-1 (également connue sous le nom d'IP375) est  
différente de la teneur en sédiments après vieillissement selon ISO 10307-2 (également  
connue sous le nom d'IP390). La teneur en sédiments après vieillissement selon  
ISO 10307-2 est une spécification beaucoup plus contraignante et correspond à la  
30 spécification s'appliquant aux fiouls de soute.

Selon l'Annexe VI de la convention MARPOL, un navire pourra donc utiliser un fioul soufré dès lors que le navire est équipé d'un système de traitement des fumées permettant de réduire des émissions d'oxydes de soufre.

5 Les procédés de viscoréduction de résidus permettent de convertir des résidus à faible valeur en des distillats à plus forte valeur ajoutée. La viscoréduction consiste à réaliser un craquage partiel du résidu, la conversion est donc toujours nettement inférieure (d'au moins 10 à 20%) à celle obtenue dans un procédé d'hydrocraquage de résidu en lit bouillonnant par exemple. Cependant, la fraction lourde qui en résulte correspondant à la coupe résiduelle non convertie est généralement instable. Elle contient des sédiments qui  
10 sont principalement des asphaltènes précipités. Cette coupe résiduelle instable ne peut donc pas être valorisée comme fioul, notamment en fioul de soute sans un traitement spécifique dès lors que la viscoréduction est opérée dans des conditions sévères conduisant à un taux de conversion élevé pour ce type de traitement. Toutefois la mise en œuvre d'un procédé de viscoréduction est beaucoup moins onéreuse qu'un procédé d'hydrocraquage de résidus. De  
15 plus, un grand nombre d'unités est déjà installé, il y a donc un intérêt à utiliser ces unités tout en leur permettant d'améliorer la qualité des effluents et ainsi leur permettre d'opérer à plus forte sévérité.

Le procédé de viscoréduction permet de convertir partiellement les charges lourdes afin de produire des distillats atmosphériques et/ou de distillats sous vide. Les charges de type  
20 résidus contiennent généralement des asphaltènes qui peuvent précipiter lors de la viscoréduction. Initialement dans la charge, les conditions de viscoréduction et notamment la température font que les asphaltènes subissent des réactions (déalkylation, polymérisation, polycondensation...) conduisant à leur précipitation dès lors que les conditions sont sévères et que le taux de conversion est élevé pour ce type de procédé. Par rapport à un procédé  
25 d'hydrocraquage de résidu, la mise en œuvre d'un procédé de viscoréduction en absence d'hydrogène et de catalyseur fait que les réactions sont uniquement thermiques. Ainsi le taux de conversion à partir duquel les sédiments apparaissent en viscoréduction est plus faible qu'en hydrocraquage de résidus. Les sédiments formés doivent être enlevés pour satisfaire une qualité de produit tel que le fioul de soute. Une telle séparation des sédiments évite  
30 notamment les risques d'encrassement des moteurs de bateaux et dans le cas d'éventuelles étapes de traitement mises en œuvre en aval de l'étape de viscoréduction, d'éviter un bouchage du ou des lit(s) catalytique(s) mis en œuvre.

La demanderesse dans ses recherches a mis au point un nouveau procédé intégrant une étape de précipitation et de séparation physique des sédiments en aval d'une étape de viscoréduction. Il a été trouvé qu'un tel procédé permettait d'obtenir des fractions lourdes présentant une basse teneur en sédiments après vieillissement selon ISO 10307-2, lesdites  
5 fractions lourdes pouvant avantageusement être utilisées totalement ou en partie comme fioul ou comme base de fioul répondant aux futures spécifications, à savoir une teneur en sédiments après vieillissement (mesurée selon la méthode ISO 10307-2) inférieure ou égale à 0,1% en poids.

Plus particulièrement, l'invention concerne un procédé de conversion d'une charge  
10 hydrocarbonée contenant au moins une fraction d'hydrocarbures ayant une teneur en soufre d'au moins 0,1 % poids, une température initiale d'ébullition d'au moins 340°C et une température finale d'ébullition d'au moins 440°C, l'edit procédé comprenant les étapes suivantes :

- a) une étape de viscoréduction de la charge dans au moins une chambre de maturation,
- 15 b) une étape de séparation de l'effluent obtenu à l'issue de l'étape a) en au moins une fraction légère d'hydrocarbures contenant des bases carburants et une fraction lourde contenant des composés bouillant à au moins 350°C,
- c) une étape de précipitation des sédiments dans laquelle la fraction lourde issue de l'étape de séparation b) est mise en contact avec une coupe de distillat dont au  
20 moins 20% poids présente une température d'ébullition supérieure ou égale à 100°C, pendant une durée inférieure à 500 minutes, à une température comprise entre 25 et 350°C, et une pression inférieure à 20 MPa,
- d) une étape de séparation physique des sédiments de la fraction lourde issue de l'étape c) de précipitation pour obtenir ladite fraction lourde séparée des sédiments,
- 25 e) une étape de récupération d'une fraction lourde ayant une teneur en sédiments, mesurée selon la méthode ISO 10307-2, inférieure ou égale à 0,1% en poids consistant à séparer la fraction lourde issue de l'étape d) de la coupe de distillat introduite lors de l'étape c).

Afin de constituer le fioul répondant aux recommandations de la viscosité, les fractions  
30 lourdes obtenues par le présent procédé peuvent être mélangées avec des bases fluxantes de manière à atteindre la viscosité cible du grade de fioul désiré.

Un autre point d'intérêt du procédé est la conversion partielle de la charge permettant de produire, notamment par viscoréduction, des distillats atmosphériques ou des distillats sous vide (naphta, kérosène, diesel, distillat sous vide), valorisables comme bases dans les pools carburants directement ou après passage dans un autre procédé de raffinage tel que  
5 l'hydrotraitement, le reformage, l'isomérisation-hydrocraquage ou le craquage catalytique.

### **Description sommaire de la figure 1**

La figure 1 illustre une vue schématique du procédé selon l'invention faisant apparaître une zone de viscoréduction, une zone de séparation, une zone de précipitation, une zone de séparation physique des sédiments et une zone de récupération de la fraction d'intérêt.

### 10 **Description détaillée**

#### **La charge**

Les charges traitées dans le procédé selon l'invention sont avantageusement choisies parmi les résidus atmosphériques, les résidus sous vide issus de distillation directe, des pétroles bruts, des pétroles bruts étêtés, les huiles désasphaltées, des résines de désasphaltage, les  
15 asphaltes ou brais de désasphaltage, les résidus issus des procédés de conversion ou de procédés d'hydrotraitement, des extraits aromatiques issus des chaînes de production de bases pour lubrifiants, des sables bitumineux ou leurs dérivés, des schistes bitumineux ou leurs dérivés, pris seuls ou en mélange.

Ces charges peuvent avantageusement être utilisées telles quelles ou encore diluées par  
20 une fraction hydrocarbonée ou un mélange de fractions hydrocarbonées pouvant être choisies parmi les produits issus d'un procédé de craquage catalytique en lit fluide (FCC selon les initiales de la dénomination anglo-saxonne de « Fluid Catalytic Cracking »), une huile de coupe légère (LCO), une huile de coupe lourde (HCO), une huile décantée (DO selon les initiales de la dénomination anglo-saxonne de « Decanted Oil »), un résidu de  
25 FCC, ou pouvant venir de la distillation, les fractions gazoles notamment celles obtenues par distillation atmosphérique ou sous vide, comme par exemple le gazole sous vide. Les charges lourdes peuvent aussi avantageusement comprendre des coupes issues du procédé de liquéfaction du charbon ou de la biomasse, des extraits aromatiques, ou toutes autres coupes hydrocarbonées ou encore des charges non pétrolières comme de l'huile de pyrolyse  
30 de biomasses lignocellulosiques.

Les charges selon l'invention ont généralement une teneur en soufre d'au moins 0,1 % poids, une température initiale d'ébullition d'au moins 340°C et une température finale d'ébullition d'au moins 440°C, de manière préférée une température finale d'ébullition d'au moins 540°C. Avantageusement, la charge peut contenir au moins 1% d'asphaltènes C7 et au moins 5 ppm de métaux, de préférence au moins 2% d'asphaltènes C7 et au moins 25 ppm de métaux.

Les charges selon l'invention sont de préférence des résidus atmosphériques ou des résidus sous vide, ou des mélanges de ces résidus.

### **Etape a) : Viscoréduction**

10 La charge selon l'invention est soumise à une étape de viscoréduction dans au moins une chambre de maturation.

Cette étape consiste à réaliser un craquage partiel de la charge afin de réduire sa viscosité.

L'étape de viscoréduction (visbreaking selon la terminologie anglo-saxonne) est un procédé de craquage doux dans lequel des hydrocarbures lourds sont chauffés dans une chambre appelée soaker selon la terminologie anglo-saxonne. L'étape de viscoréduction est réalisée à une température généralement comprise entre 370°C et 500°C, de préférence entre 420 et 480°C, pendant une durée généralement comprise entre 1 et 60 minutes, de préférence entre 10 et 45 minutes, une pression totale généralement inférieure à 10 MPa, de préférence inférieure à 5 MPa et de manière plus préférée inférieure à 2 MPa. Le taux de craquage est contrôlé en réglant le temps de résidence des hydrocarbures dans la chambre de maturation. Une trempe (quench selon la terminologie anglo-saxonne) de l'effluent est ensuite généralement réalisée et les produits craqués sont séparés par une distillation rapide (flash distillation selon la terminologie anglo-saxonne) et éventuellement par un stripage à la vapeur. Un tel procédé est par exemple décrit dans les brevets US 7,220,887 B2 et US 7,193,123 B2 ou dans la revue "Le raffinage du Pétrole" volume 3, chapitre 11, Éditions Technip. Un tel procédé de viscoréduction de résidus est par exemple le procédé TERVAHL commercialisé par la société Axens.

Il est possible de réaliser l'hydrotraitement de la charge en amont de l'étape de viscoréduction afin d'obtenir des produits de meilleur qualité, notamment à basse teneur en soufre. Il est donc préférable d'ajouter une étape d'hydrotraitement (par exemple une étape de d'hydrodesulfuration et/ou d'hydrodézazotation) juste avant l'étape a) de viscoréduction

afin d'augmenter le taux de saturation des hydrocarbures, tout en éliminant en partie les composés soufrés ou azotés. Un tel procédé d'hydrotraitement de résidus est par exemple le procédé HYVAHL commercialisé par la société Axens.

5 Dans une variante du procédé selon l'invention, l'étape de viscoréduction est opérée en présence d'hydrogène (hydrovisbreaking selon la terminologie anglo-saxonne), ce qui permet simultanément une saturation et un craquage des hydrocarbures. En effet, la viscoréduction d'une charge hydroprocessée (c'est-à-dire dans laquelle la teneur en hydrocarbures saturés est plus importante), permet d'obtenir des taux de conversion plus élevés lors de l'étape de viscoréduction. De telles technologies de viscoréduction en  
10 présence d'hydrogène sont donc préférées dans le cadre du présent procédé, dans la mesure où elles évitent l'addition d'une étape d'hydrotraitement supplémentaire, tout en permettant d'obtenir une qualité des effluents de cette étape très satisfaisante. Il est également possible d'opérer un procédé de viscoréduction en présence d'hydrogène à l'aide d'un solvant donneur d'hydrogène, comme cela est par exemple décrit dans le brevet  
15 US 4,592,830.

Les conditions opératoires utilisables dans des procédés de viscoréduction en présence d'hydrogène sont par exemple cités dans le brevet de la société Philips Petroleum US 4,708,784 et dans les brevets US 4,533,462, EP 0 113 284 B et EP 0 649 896 B.

20 Le taux de conversion des composés bouillant au-delà de 540°C dans la charge lors de l'étape de a) de viscoréduction est généralement inférieur à 60%, de préférence inférieur à 50% et de manière plus préférée inférieur à 45%.

### **Etape b) : Séparation de l'effluent de viscoréduction**

L'effluent obtenu à l'issue de l'étape a) de viscoréduction peut subir au moins une étape de séparation, éventuellement complétée par d'autres étapes de séparation supplémentaires,  
25 permettant de séparer au moins une fraction légère d'hydrocarbures contenant des bases carburants et une fraction lourde contenant des composés bouillants à au moins 350°C.

L'étape de séparation peut avantageusement être mise en œuvre par toute méthode connue de l'homme du métier telle que par exemple la combinaison d'un ou plusieurs séparateurs haute et/ou basse pression, et/ou d'étapes de distillation et/ou de stripage haute et/ou basse  
30 pression, et/ou d'étapes d'extraction liquide/liquide. De préférence, l'étape de séparation b) permet d'obtenir une phase gazeuse, au moins une fraction légère d'hydrocarbures de type

naphta, kérosène et/ou diesel, une fraction distillat sous vide et une fraction résidu sous vide et/ou une fraction résidu atmosphérique. Dans un tel cas, la fraction lourde envoyée dans l'étape c) de précipitation correspond au moins en partie à une fraction résidu atmosphérique.

- 5 La complexité de l'étape de séparation dépend de la complexité de l'étape a) de viscoréduction, notamment si cette étape de viscoréduction opère en pression et/ou en présence d'hydrogène.

Dans le cas d'une mise en œuvre de l'étape de viscoréduction en absence d'hydrogène et à basse pression (inférieure à 2 MPa), l'effluent de l'étape a) de viscoréduction est introduit  
10 dans une colonne de distillation permettant de récupérer au moins une fraction gazeuse et une fraction liquide de type résidu atmosphérique. Le plus souvent cette colonne permet également de soutirer une coupe de type naphta non stabilisé (qui sera éventuellement traité ultérieurement dans une colonne de stabilisation) en tant que distillat liquide au niveau du ballon de reflux. Le plus souvent cette colonne permet aussi de soutirer latéralement une  
15 fraction de type gazole, éventuellement à l'aide d'un stripper latéral. La fraction liquide de type résidu atmosphérique peut éventuellement être traitée dans une colonne sous vide pour récupérer un distillat sous vide et un résidu sous vide.

Dans le cas d'une mise en œuvre de l'étape de viscoréduction en présence d'hydrogène, l'effluent issu de l'étape de viscoréduction est à haute pression et contient au moins une  
20 phase gaz et une phase liquide. Ainsi, la séparation peut être effectuée dans une section de fractionnement qui peut d'abord comprendre un séparateur haute pression haute température (HPHT), et éventuellement un séparateur haute pression basse température (HPBT), et/ou une distillation atmosphérique et/ou une distillation sous vide. Lors de l'étape b), l'effluent obtenu à l'issue de l'étape a) est avantageusement séparé dans un  
25 séparateur haute pression haute température HPHT en une fraction légère et une fraction lourde contenant majoritairement des composés bouillants à au moins 350°C. Le point de coupe de la séparation se situe avantageusement entre 200 et 400°C.

Dans une variante du procédé de l'invention mettant en œuvre de l'hydrogène lors de l'étape de viscoréduction, l'effluent issu de l'étape a) de viscoréduction peut, lors de l'étape b),  
30 également subir une succession de séparation instantanée (ou flash selon la terminologie anglo-saxonne) comprenant au moins un ballon haute pression haute température (HPHT) et un ballon basse pression haute température (BPHT) pour séparer une fraction lourde qui est

envoyée dans une étape de stripage à la vapeur permettant d'éliminer de ladite fraction lourde au moins une fraction légère riche en hydrogène sulfuré. La fraction lourde récupérée en fond de colonne de stripage contient des composés bouillants à au moins 350°C mais aussi des distillats atmosphériques. Selon le procédé de l'invention, ladite fraction lourde  
5 séparée de la fraction légère riche en hydrogène sulfuré est ensuite envoyée dans l'étape de précipitation c) puis dans l'étape de séparation physique de sédiments d).

Dans une variante, au moins une partie de la fraction dite lourde issue de l'étape b) est fractionnée par distillation atmosphérique en au moins une fraction distillat atmosphérique contenant au moins une fraction légère d'hydrocarbures de type naphta, kérosène et/ou  
10 diesel et une fraction résidu atmosphérique. Au moins une partie de la fraction résidu atmosphérique, correspondant au moins en partie à la fraction lourde issue de l'étape b), peut être envoyée dans l'étape de précipitation c) puis dans l'étape de séparation physique de sédiments d).

Le résidu atmosphérique peut également au moins en partie être fractionné par distillation  
15 sous vide en une fraction distillat sous vide contenant du gazole sous vide et une fraction résidu sous vide. Ladite fraction résidu sous vide, correspondant à la fraction lourde issue de l'étape b), est avantageusement envoyée au moins en partie dans l'étape de précipitation c) puis dans l'étape de séparation physique de sédiments d).

Au moins une partie du distillat sous vide et/ou du résidu sous vide peut également être  
20 recyclée dans l'étape de viscoréduction a).

Quelle que soit la méthode de séparation mise en œuvre, la ou les fraction(s) légère(s) obtenue(s) peut(peuvent) subir d'autres étapes de séparation. Avantageusement, elle(s) est(sont) soumise(s) à une distillation atmosphérique permettant d'obtenir une fraction gazeuse, au moins une fraction légère d'hydrocarbures de type naphta, kérosène et/ou  
25 diesel et une fraction distillat sous vide.

Une partie du distillat atmosphérique et/ou du distillat sous vide peut constituer une partie d'un fioul comme fluxant. Ces coupes peuvent également constituer des combustibles marins à faible viscosité (MGO ou MGO, Marine Diesel Oil ou Marine Gas Oil selon les terminologies anglo-saxonnes). Une autre partie du distillat sous vide peut encore être  
30 valorisée par hydrocraquage et/ou par craquage catalytique en lit fluidisé.

Les fractions gazeuses issues de l'étape de séparation subissent de préférence un traitement de purification pour récupérer éventuellement l'hydrogène et le recycler. Une partie de l'hydrogène purifié peut être utilisée lors de l'étape de précipitation.

5 La valorisation des différentes coupes de bases carburants (GPL, naphta, kérosène, diesel et/ou gazole sous vide) obtenues de la présente invention est bien connue de l'Homme du métier. Les produits obtenus peuvent être intégrés à des réservoirs carburants (aussi appelé "pools" carburants selon la terminologie anglo-saxonne) ou subir des étapes de raffinage supplémentaires. La(les) fraction(s) naphta, kérosène, gazole et le gazole sous vide peut(vent) être soumise(s) à un ou plusieurs traitements (hydrotraitement, hydrocraquage, 10 alkyltion, isomérisation, reformage catalytique, craquage catalytique ou thermique ou autres) pour les amener aux spécifications requises (teneur en soufre, point de fumée, octane, cétane, etc...) de façon séparée ou en mélange.

Avantageusement, le distillat sous vide sortant de la viscoréduction après séparation peut subir un hydrotraitement. Ce distillat sous vide hydrotraité peut être utilisé comme fluxant au 15 pool fioul ayant une teneur en soufre inférieure ou égale à 0,5 % poids ou être valorisé directement comme fioul ayant une teneur en soufre inférieure ou égale à 0,1 % pds.

Une partie du résidu atmosphérique, du distillat sous vide et/ou du résidu sous vide peut subir d'autres étapes de raffinage supplémentaires, telles qu'un hydrotraitement, un hydrocraquage, ou un craquage catalytique en lit fluidisé.

## 20 **Etape c) : Précipitation des sédiments**

La fraction lourde obtenue à l'issue de l'étape b) de séparation contient des sédiments organiques qui résultent des conditions de viscoréduction. Une partie des sédiments est constituée d'asphaltènes précipités dans les conditions de viscoréduction et sont analysés comme des sédiments existants (IP375).

25 En fonction des conditions de viscoréduction, la teneur en sédiments dans la fraction lourde varie. D'un point de vue analytique, on distingue les sédiments existants (IP375) et les sédiments après vieillissement (IP390) qui incluent les sédiments potentiels. Or, en fonction de la nature de la charge et des conditions de viscoréduction plus ou moins sévères, c'est-à-dire lorsque le taux de conversion (des composés bouillant au-delà 540°C dans la charge) 30 est par exemple supérieur à 40 ou 50%, il y a formation de sédiments existants et de sédiments potentiels.

Afin d'obtenir un fioul ou une base de fioul répondant aux recommandations d'une teneur en sédiments après vieillissement (mesurée selon la méthode ISO 10307-2) inférieure ou égale à 0,1% poids, le procédé selon l'invention comprend une étape de précipitation permettant d'améliorer l'efficacité de séparation des sédiments et ainsi d'obtenir des fiouls ou des bases  
5 de fiouls stables, c'est à dire avec une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids.

L'étape de précipitation selon l'invention permet de former l'ensemble des sédiments existants et potentiels (en convertissant les potentiels en existants) de manière à les séparer plus efficacement et ainsi respecter la teneur en sédiments après vieillissement (mesurée  
10 selon la méthode ISO 10307-2) de 0,1% poids maximum.

L'étape de précipitation selon l'invention comprend la mise en contact de la fraction lourde issue de l'étape de séparation b) avec une coupe de distillat dont au moins 20% poids présente une température d'ébullition supérieure ou égale à 100°C, de préférence supérieure ou égale à 120°C, de manière plus préférée supérieure ou égale à 150°C. Dans  
15 une variante selon l'invention, la coupe de distillat se caractérise en ce qu'elle comprend au moins 25% poids ayant une température d'ébullition supérieure ou égale à 100°C, de préférence supérieure ou égale à 120°C, de manière plus préférée supérieure ou égale à 150°C.

De manière avantageuse, au moins 5% poids, voire 10% poids de la coupe de distillat selon  
20 l'invention présente une température d'ébullition d'au moins 252°C.

De manière plus avantageuse, au moins 5% poids, voire 10% poids de la coupe de distillat selon l'invention présente une température d'ébullition d'au moins 255°C.

L'étape c) de précipitation selon l'invention est avantageusement mise en œuvre pendant un temps de séjour inférieur à 500 minutes, de préférence inférieur à 300 minutes, de manière  
25 plus préférée inférieur à 60 minutes, à une température entre 25 et 350°C, de préférence entre 50 et 350°C, de préférence entre 65 et 300°C et de manière plus préférée entre 80 et 250°C. La pression de l'étape de précipitation est avantageusement inférieure à 20 MPa, de préférence inférieure à 10 MPa, plus préférentiellement inférieure à 3 MPa et encore plus préférentiellement inférieure à 1,5 MPa.

30 La coupe de distillat selon l'invention comprend avantageusement des hydrocarbures ayant plus de 12 atomes de carbones, de préférence des hydrocarbures ayant plus de 13 atomes

de carbones, de manière plus préférée des hydrocarbures ayant entre 13 et 40 atomes de carbones.

Ladite coupe de distillat peut en partie, voire en totalité, provenir de l'étape b) de séparation de l'invention ou d'un autre procédé de raffinage ou encore d'un autre procédé chimique.

5 Ladite coupe de distillat peut être utilisée en mélange avec une coupe de type naphta et/ou une coupe de type gazole sous vide et/ou résidu sous vide. Ladite coupe de distillat peut être utilisée en mélange avec la fraction légère obtenue à l'issue de l'étape b), la fraction distillat atmosphérique issue de l'étape b) et/ou la fraction distillat sous vide provenant de l'étape b) de séparation. Dans le cas où la coupe de distillat selon l'invention est mélangée avec une  
10 autre coupe, une fraction légère et/ou une fraction lourde telle que indiquée ci-dessus, les proportions sont choisies de telle sorte que le mélange résultant respecte les caractéristiques de la coupe de distillat selon l'invention.

L'utilisation de la coupe de distillat selon l'invention présente l'avantage de s'affranchir de l'utilisation majoritaire de coupes à fortes valeurs ajoutées telles que les coupes  
15 pétrochimiques, naphta...

Le ratio massique entre la coupe de distillat selon l'invention et la fraction lourde obtenue à l'issue de l'étape b) de séparation est compris entre 0,01 et 100, de préférence entre 0,05 et 10, de manière plus préférée entre 0,1 et 5, et de manière encore plus préférée entre 0,1 et 2. Lorsque la coupe de distillat selon l'invention est au moins tirée du procédé, il est  
20 possible d'accumuler cette coupe pendant une période de démarrage de manière à atteindre le ratio désiré.

L'étape de précipitation peut être réalisée à l'aide d'un échangeur ou d'un four de chauffe suivi d'une ou plusieurs capacité(s) en série ou en parallèle telle(s) qu'un ballon horizontal ou vertical, éventuellement avec une fonction de décantation pour éliminer une partie des  
25 solides les plus lourds, et/ou un réacteur piston. Une cuve agitée et chauffée peut également être utilisée, et peut être munie d'un soutirage en fond pour éliminer une partie des solides les plus lourds. Avantagusement, l'étape de précipitation peut être réalisée en ligne, sans capacité tampon, éventuellement à l'aide d'un mélangeur statique.

Selon une variante, l'étape c) de précipitation de la fraction lourde issue de l'étape b) est  
30 réalisée en présence d'un gaz inerte et/ou d'un gaz oxydant et/ou d'un liquide oxydant et/ou

de l'hydrogène, de préférence issu des étapes de séparation du procédé de l'invention, notamment de l'étape de séparation b).

L'étape c) de précipitation peut être réalisée en présence d'un gaz inerte tel que le diazote, ou en présence d'un gaz oxydant tel que le dioxygène, l'ozone ou les oxydes d'azotes, ou en présence d'un mélange contenant un gaz inerte et un gaz oxydant tel que l'air ou l'air appauvri par de l'azote, ou en présence d'un liquide oxydant permettant d'accélérer le processus de précipitation. On entend par « liquide oxydant » un composé oxygéné, par exemple un peroxyde tel que l'eau oxygénée, ou encore une solution oxydante minérale telle qu'une solution de permanganate de potassium ou un acide minéral tel que l'acide sulfurique. Selon cette variante, le liquide oxydant est alors mélangé avec la fraction lourde issue de l'étape b) de séparation et la coupe de distillat selon l'invention lors de la mise en œuvre de l'étape c).

A l'issue de l'étape c) de précipitation, on obtient au moins une fraction hydrocarbonée à teneur enrichie en sédiments existants qui est envoyée dans l'étape d) de séparation des sédiments.

#### **Etape d) : Séparation des sédiments**

Le procédé selon l'invention comprend en outre une étape d) de séparation physique des sédiments.

La fraction lourde obtenue à l'issue de l'étape c) de précipitation contient des sédiments organiques de type asphaltènes précipités qui résultent des conditions de viscoréduction et de précipitation.

Ainsi, au moins une partie de la fraction lourde issue de l'étape c) de précipitation est soumise à une séparation des sédiments, au moyen d'au moins un moyen de séparation physique choisi parmi un filtre, une membrane de séparation, un lit de solides filtrant de type organique ou inorganique, une précipitation électrostatique, un système de centrifugation, une décantation, un soutirage par vis sans fin. Une combinaison, en série et/ou en parallèle, de plusieurs moyens de séparation du même type ou de type différent peut être utilisée lors de cette étape d) de séparation des sédiments. Une de ces techniques de séparation solide-liquide peut nécessiter l'utilisation périodique d'une fraction légère de rinçage, issue du procédé ou non, permettant par exemple le nettoyage d'un filtre et l'évacuation des sédiments.

A l'issue de l'étape d) de séparation physique des sédiments, on obtient la fraction lourde (à teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids) comprenant une partie de la coupe de distillat selon l'invention introduite lors de l'étape c).

#### **Etape e) Récupération de la fraction lourde à l'issue de l'étape d) de séparation**

5 Selon l'invention, le mélange issu de l'étape d) est avantageusement introduit dans une étape e) de récupération de la fraction lourde ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids, ladite étape consistant à séparer la fraction lourde issue de l'étape d) de la coupe de distillat introduite lors de l'étape c).

10 L'étape e) est une étape de séparation similaire à l'étape de séparation b). L'étape e) peut être mise œuvre au moyen d'équipements de type ballons séparateurs et/ou colonnes de distillations de manière à séparer d'une part au moins une partie de la coupe de distillat introduite lors de l'étape c) de précipitation et d'autre part la fraction lourde ayant une teneur en sédiments après vieillissement (mesurée selon la méthode ISO 10307-2) inférieure ou égale à 0,1% en poids.

15 Avantageusement, une partie de la coupe de distillat séparée de l'étape e) est recyclée dans l'étape c) de précipitation.

Ladite fraction lourde récupérée peut avantageusement servir comme base de fioul ou comme fioul, notamment comme base de fioul de soute ou comme fioul de soute, ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure à 0,1% poids.

20 Avantageusement, ladite fraction lourde est mélangée avec une ou plusieurs bases fluxantes choisies dans le groupe constitué par les huiles de coupe légère d'un craquage catalytique, les huiles de coupe lourde d'un craquage catalytique, le résidu d'un craquage catalytique, un kérosène, un gazole, un distillat sous vide et/ou une huile décantée.

25 Selon un mode de réalisation particulier, une partie de la coupe de distillat selon l'invention peut être laissée dans la fraction lourde à teneur réduite en sédiments de manière à ce que la viscosité du mélange soit directement celle d'un grade de fioul souhaité, par exemple 180 ou 380 cSt à 50°C et de manière à ce que la teneur en sédiments après vieillissement (mesurée selon la méthode ISO 10307-2) soit inférieure à 0.1% en poids.

**Etape f) : Etape optionnelle d'hydrotraitement**

La teneur en soufre de la fraction lourde issue de l'étape d) ou e) et contenant majoritairement des composés bouillant à au moins 350°C est fonction des conditions opératoires de l'étape de viscoréduction mais aussi et surtout de la teneur en soufre de la charge d'origine.

Ainsi, pour les charges à faible teneur en soufre, généralement inférieure à 1% poids, de préférence inférieure à 0,5% poids, il est possible d'obtenir directement une fraction lourde avec moins de 0,5% poids en soufre telle qu'exigée pour les navires dépourvus de traitement des fumées et opérant en dehors des ZCES à l'horizon 2020-2025.

Pour les charges plus soufrées, dont la teneur en soufre est généralement supérieure à 1% poids, de préférence supérieure à 0,5% poids, la teneur en soufre de la fraction lourde peut excéder 0,5% poids. Dans un tel cas, une étape f) d'hydrotraitement en lit fixe est rendue nécessaire dans le cas où le raffineur souhaite diminuer la teneur en soufre, notamment pour une base de fioul de soute ou un fioul de soute destiné à être brûlé sur un navire dépourvu de traitement de fumées.

L'étape f) d'hydrotraitement en lit fixe est mise en œuvre sur une partie au moins de la fraction lourde issue de l'étape d) ou e).

Selon l'invention, l'étape d'hydrotraitement décrite dans l'étape f) est identique à l'étape d'hydrotraitement de la charge avantageusement mise en œuvre avant l'étape de viscoréduction. Dans le cas où une étape d'hydrotraitement de la charge est mise en œuvre préalablement à l'étape de viscoréduction, les conditions décrites ci-dessous dans l'étape f) sont donc transposables à cette étape d'hydrotraitement.

La fraction lourde issue de l'étape f) peut avantageusement servir comme base de fioul ou comme fioul, notamment comme base de fioul de soute ou comme fioul de soute, ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure à 0,1% poids. Avantageusement, ladite fraction lourde est mélangée avec une ou plusieurs bases fluxantes choisies dans le groupe constitué par les huiles de coupe légère d'un craquage catalytique, les huiles de coupe lourde d'un craquage catalytique, le résidu d'un craquage catalytique, un kérosène, un gazole, un distillat sous vide et/ou une huile décantée.

La fraction lourde issue de l'étape d) ou e) est envoyée dans l'étape f) d'hydrotraitement comprenant une ou plusieurs zones d'hydrotraitement en lits fixes. L'envoi dans un lit fixe d'une fraction lourde dépourvue de sédiments constitue un avantage de la présente invention puisque le lit fixe sera moins sujet au bouchage et à l'augmentation de la perte de charge.

On entend par hydrotraitement (HDT) notamment des réactions d'hydrodésulfuration (HDS), des réactions d'hydrodésazotation (HDN) et des réactions d'hydrodémétallation (HDM), mais aussi d'hydrogénation, d'hydrodéoxygénation, d'hydrodéaromatisation, d'hydroisomérisation, d'hydrodéalkylation, d'hydrocraquage, d'hydrodéasphaltage et de réduction du carbone Conradson.

Un tel procédé d'hydrotraitement de coupes lourdes est largement connu et peut s'apparenter au procédé connu sous le nom de HYVAHL-F<sup>TM</sup> décrit dans le brevet US 5417846.

L'homme du métier comprend aisément que dans l'étape d'hydrodémétallation, on effectue majoritairement des réactions d'hydrodémétallation mais parallèlement aussi une partie des réactions d'hydrodésulfuration. De même, dans l'étape d'hydrodésulfuration, on effectue majoritairement des réactions d'hydrodésulfuration mais parallèlement aussi une partie des réactions d'hydrodémétallation.

Selon une variante, une co-charge peut être introduite avec la fraction lourde dans l'étape d'hydrotraitement f). Cette co-charge peut être choisie parmi les résidus atmosphériques, les résidus sous vide issus de distillation directe, les huiles désasphaltées, des extraits aromatiques issus des chaînes de production de bases pour lubrifiants, des fractions hydrocarbonées ou un mélange de fractions hydrocarbonées pouvant être choisies parmi les produits issus d'un procédé de craquage catalytique en lit fluide : une huile de coupe légère (LCO), une huile de coupe lourde (HCO), une huile décantée, ou pouvant venir de la distillation, les fractions gazoles notamment celles obtenues par distillation atmosphérique ou sous vide, comme par exemple le gazole sous vide.

L'étape d'hydrotraitement peut avantageusement être mise en œuvre à une température comprise entre 300 et 500°C, de préférence 350°C à 420°C et sous une pression partielle d'hydrogène avantageusement comprise entre 5 MPa et 25 MPa, de préférence entre 10 et 20 MPa, une vitesse spatiale horaire globale (VVH) se situant dans une gamme allant

de 0,1 h<sup>-1</sup> à 5 h<sup>-1</sup> et de préférence de 0.1 h<sup>-1</sup> à 2 h<sup>-1</sup>, une quantité d'hydrogène mélangée à la charge habituellement de 100 à 5000 Nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> (normaux mètres cube (Nm<sup>3</sup>) par mètre cube (m<sup>3</sup>) de charge liquide), le plus souvent de 200 à 2000 Nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> et de préférence de 300 à 1500 Nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>.

- 5 Habituellement, l'étape d'hydrotraitement est effectuée industriellement dans un ou plusieurs réacteurs à courant descendant de liquide. La température d'hydrotraitement est généralement ajustée en fonction du niveau de conversion souhaité d'hydrotraitement.

Les catalyseurs d'hydrotraitement utilisés sont de préférence des catalyseurs connus et sont généralement des catalyseurs granulaires comprenant, sur un support, au moins un métal ou composé de métal ayant une fonction hydrodéshydrogénante. Ces catalyseurs sont  
10 avantageusement des catalyseurs comprenant au moins un métal du groupe VIII, choisi généralement dans le groupe formé par le nickel et/ou le cobalt, et/ou au moins un métal du groupe VIB, de préférence du molybdène et/ou du tungstène. On emploiera par exemple un catalyseur comprenant de 0,5 à 10 % en poids de nickel et de préférence de 1 à 5 % en  
15 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. 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. Avantageusement, ce support renferme d'autres composés dopants,  
20 notamment des oxydes choisis dans le groupe formé par l'oxyde de bore, la zircone, la cérine, l'oxyde de titane, l'anhydride phosphorique et un mélange de ces oxydes. On utilise le plus souvent un support d'alumine et très souvent un support d'alumine dopé avec du phosphore et éventuellement du bore. La concentration en anhydride phosphorique P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> est habituellement comprise entre 0 ou 0,1 % et 10% poids. La concentration en trioxyde de bore B<sub>2</sub>O<sub>5</sub> est habituellement comprise entre 0 ou 0,1 % et 10 % en poids. L'alumine utilisée  
25 est habituellement une alumine γ ou η. Ce catalyseur est le plus souvent sous forme d'extrudés. La teneur totale en oxydes de métaux des groupes VIB et VIII est souvent de 5 à 40 % en poids et en général de 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  
30 en général de 20 à 1 et le plus souvent de 10 à 2.

Dans le cas d'une étape d'hydrotraitement incluant une étape d'hydrodémétallation (HDM), puis une étape d'hydrodésulfuration (HDS), on utilise le plus souvent des catalyseurs spécifiques adaptés à chaque étape.

- Des catalyseurs utilisables dans l'étape d'hydrodémétallation (HDM) sont par exemple indiqués dans les brevets EP113297, EP113284, US5221656, US5827421, US7119045, US5622616 et US5089463. On utilise de préférence des catalyseurs d'hydrodémétallation (HDM) dans les réacteurs permutables. Des catalyseurs utilisables dans l'étape
- 5 d'hydrodésulfuration (HDS) sont par exemple indiqués dans les brevets EP113297, EP113284, US6589908, US4818743 ou US6332976. On peut également utiliser un catalyseur mixte étant actif en hydrodémétallation et en hydrodésulfuration à la fois pour la section hydrodémétallation (HDM) et pour la section hydrodésulfuration (HDS) tel que décrit dans le brevet FR2940143.
- 10 Préalablement à l'injection de la charge, les catalyseurs utilisés dans le procédé selon la présente invention sont de préférence soumis à un traitement de sulfuration *in-situ* ou *ex-situ*.

**Etape g) : Etape optionnelle de séparation de l'effluent d'hydrotraitement**

- Le procédé selon l'invention peut comprendre une étape g) de séparation des effluents de
- 15 l'étape f) d'hydrotraitement. L'étape g) optionnelle de séparation peut avantageusement être mise en œuvre par toute méthode connue de l'homme du métier telle que par exemple la combinaison d'un ou plusieurs séparateurs haute et/ou basse pression, et/ou d'étapes de distillation et/ou de strippage haute et/ou basse pression. Cette étape optionnelle g) de séparation est similaire à l'étape b) de séparation et ne sera pas décrite davantage.
- 20 Dans une variante de mise en œuvre de l'invention, l'effluent obtenu à l'étape f) est au moins en partie, et souvent en totalité, envoyé dans une étape de séparation g), comprenant une distillation atmosphérique et/ou une distillation sous vide. L'effluent de l'étape d'hydrotraitement est fractionné par distillation atmosphérique en une fraction gazeuse, au moins une fraction distillat atmosphérique contenant les bases carburants (naphta, kérosène
- 25 et/ou diesel) et une fraction résidu atmosphérique. Au moins une partie du résidu atmosphérique peut ensuite être fractionnée par distillation sous vide en une fraction distillat sous vide contenant du gazole sous vide et une fraction résidu sous vide.
- La fraction résidu sous vide et/ou la fraction distillat sous vide et/ou la fraction résidu atmosphérique peuvent constituer en partie au moins les bases de fiouls à basse teneur en
- 30 soufre ayant une teneur en soufre inférieure ou égale à 0,5 % poids et une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% poids. La fraction distillat sous

vide peut constituer une base de fioul ayant une teneur en soufre inférieure ou égale à 0,1 % poids.

Une partie du résidu sous vide et/ou du résidu atmosphérique peut également être recyclée dans l'étape de viscoréduction a).

## 5 **Fluxage**

Pour obtenir un fioul, les fractions lourdes issues des étapes d) et/ou e) et/ou f) et/ou g) peuvent être mélangées avec une ou plusieurs bases fluxantes choisies dans le groupe constitué par les huiles de coupe légère d'un craquage catalytique, les huiles de coupe lourde d'un craquage catalytique, le résidu d'un craquage catalytique, un kérosène, un gazole, un distillat sous vide et/ou une huile décantée, la coupe de distillat selon l'invention. De préférence, on utilisera du kérosène, du gazole et/ou du distillat sous vide produit dans le procédé de l'invention. Avantagement, on utilisera du kérosène, du gazole et/ou du distillat sous vide obtenu(s) dans les étapes de séparation b) ou g) du procédé.

### **Description de la figure 1**

15 La figure 1 décrit un exemple simplifié de mise en œuvre de l'invention sans en limiter la portée. La charge hydrocarbonée (1) est envoyée vers une zone a) (étape a)) de viscoréduction. L'effluent (2) issu de la zone a) de viscoréduction est envoyée dans une zone de séparation b) pour obtenir au moins une fraction gazeuse (3) et au moins une fraction liquide lourde (4). Cette fraction liquide (4) est mise en contact avec une coupe de distillat (5) lors d'une étape de précipitation c) dans la zone c). L'effluent (6) constitué d'une fraction lourde et de sédiments est traité dans une zone de séparation physique d) (étape d)) permettant d'éliminer une fraction comprenant des sédiments (8) et de récupérer une fraction hydrocarbonée liquide (7) à teneur réduite en sédiments. La fraction hydrocarbonée liquide (7) est ensuite traitée dans une zone e) de récupération d'une part de la fraction hydrocarbonée liquide (10) ayant une teneur en sédiments après vieillissement inférieure ou égale à 0,1% en poids, et d'autre part d'une fraction (9) contenant au moins une partie de la coupe de distillat introduite lors de l'étape c).

### **EXEMPLES :**

L'exemple suivant illustre l'invention sans toutefois en limiter la portée. La charge traitée est un résidu sous vide (RSV Oural) dont les caractéristiques sont indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1: Caractéristiques de la charge

Coupe	RSV Oural
Soufre (% masse)	2,7
Carbone Conradson	16
Asphaltènes C7 (% masse)	4,2
NI+V ppm	220
Viscosité à 100°C (cSt)	548
350°C+ (% masse de composés bouillant au-delà de 350°C)	99,0
540°C+ (% masse de composés bouillant au-delà de 540°C)	86,5

La charge est soumise à une étape de viscoréduction. Les conditions opératoires de la section viscoréduction sont données dans le tableau 2.

Tableau 2 : Conditions opératoires section viscoréduction

Température sortie four (°C)	457
Pression totale, MPa	0,8
Temps de séjour chambre de maturation (minutes)	35

- 5 Les effluents de viscoréduction sont ensuite soumis à une séparation comportant une distillation atmosphérique et permettant de récupérer une fraction gazeuse, des distillats et une fraction lourde (résidu atmosphérique, RA). Les rendements sont indiqués dans le tableau 3.

Tableau 3 : Rendements de la section viscoréduction

	Rendement (% poids /charge)
Gaz	4,2
Naphta (80-180°C)	2,8
Diesel (180-350°C)	7,5
Distillat sous vide (350-540°C)	39,4
Résidu sous vide (540+°C)	46,2

La fraction lourde (fraction 350°C+, c'est-à-dire: distillat sous vide (350-540°C) et résidu sous vide (540+°C)) est ensuite traitée selon deux variantes :

- A) Une variante 1 dans laquelle la fraction lourde ne subit aucun traitement supplémentaire (non-conforme à l'invention),
- 5 B) Une variante selon laquelle l'étape de précipitation des sédiments (conforme à l'invention) est mise en œuvre en mélangeant sous agitation à 100°C pendant 30 minutes la fraction lourde et une coupe de distillat, correspondant à un mélange 50%/50%poids. Le mélange est ensuite soumis à une étape de séparation des sédiments au moyen d'un filtre poreux métallique de marque Pall®. Cette étape de
- 10 séparation physique des sédiments est suivie d'une étape de récupération de la fraction lourde (distillation du mélange permettant de récupérer d'une part la fraction lourde à teneur réduite en sédiments, et d'autre part la coupe de distillat).

On utilise la coupe diesel obtenue (180°-350°C) comme coupe de distillat pour l'étape de précipitation. Cette coupe de distillat, caractérisée par la distillation simulée qui traduit le

15 pourcentage distillé en fonction de la température, contient plus de 5% poids des composés qui bouillent à plus de 255°C (tableau 4).

Tableau 4. Courbes de distillation simulée de la coupe de distillat

% en poids distillé	Température d'ébullition (°C)
5%	191
10%	202
20%	222
30%	240
40%	258
50%	276
60%	293
70%	309
80%	325
90%	340
95%	347

Les fractions lourdes des deux variantes précédentes A) et B) sont distillées en vue de connaître les qualités et les rendements en distillat sous vide et en résidu sous vide.

Les conditions opératoires de l'étape de viscoréduction couplées à une étape de précipitation et de séparation des sédiments selon l'invention réalisée sur la fraction lourde ont un impact sur la stabilité des effluents obtenus. Ceci est illustré par les teneurs en sédiments après vieillissement mesurées dans les résidus atmosphériques (coupe 350°C+).

5 Les performances sont résumées dans le tableau 5 ci-dessous.

Tableau 5 : Résumé des performances avec ou sans précipitation, séparation des sédiments et récupération de la fraction lourde

	Viscoréduction	
Taux Conversion des composés bouillant au-delà de 540°C (%)	46	
Précipitation (mélange avec la coupe de distillat)	Non	Oui
Séparation des sédiments selon l'invention	Non	Oui
Teneur en sédiments après vieillissement (IP390 <sup>b</sup> ) dans la fraction lourde (coupe 350°C+)	0,6 <sup>b</sup>	<0,1 <sup>b</sup>

10 Selon l'invention, il est possible d'obtenir des effluents stables et à faible teneur en sédiments dès lors qu'une étape de précipitation en mélange avec une coupe de distillat selon l'invention, une étape de séparation physique des sédiments sont mises en œuvre.

Il est également possible de soumettre les effluents issus des étapes de précipitation, de séparation physique des sédiments et de récupération de la fraction lourde (distillation) à une étape d'hydrotraitement en lit fixe. Les conditions opératoires de l'étape d'hydrotraitement sont indiquées dans le Tableau 6.

15 Tableau 6 : Conditions opératoires de l'étape d'hydrotraitement réalisée sur les coupes 350+ issues de l'étape de viscoréduction après leur passage à l'étape de précipitation, de séparation physique des sédiments et de distillation

Catalyseurs d'hydrodémétallation (HDM), de transition et d'hydrodésulfuration (HDS)	CoMoNi sur Alumine
Température début de cycle (°C)	370
Pression partielle H <sub>2</sub> (MPa)	15
VVH (h-1, Sm <sup>3</sup> /h charge fraîche /m <sup>3</sup> de catalyseur lit fixe)	0,16
H <sub>2</sub> / HC entrée section lit fixe hors consommation H <sub>2</sub> (Nm <sup>3</sup> / m <sup>3</sup> de charge fraîche)	1000

Les catalyseurs CoMoNi sur Alumine utilisés sont vendus par la société Axens sous les références HF858 (catalyseur de HDM), HM848 (catalyseur de transition) et HT438 catalyseur d'HDS).

5 Les effluents issus de l'étape d'hydrotraitement sont ensuite séparés et analysés. Les fractions distillats sous vide contiennent moins de 0,2% poids de soufre. Les fractions résidus sous vides contiennent moins de 0,5% poids de soufre. On obtient ainsi des fractions distillats sous vide et des résidus sous vide (ou des fractions résidus atmosphériques) à basse teneur en soufre et basse teneur en sédiments après vieillissement. Ces fractions constituent ainsi d'excellentes bases de fiouls et notamment d'excellentes bases de fiouls de

10 soute.

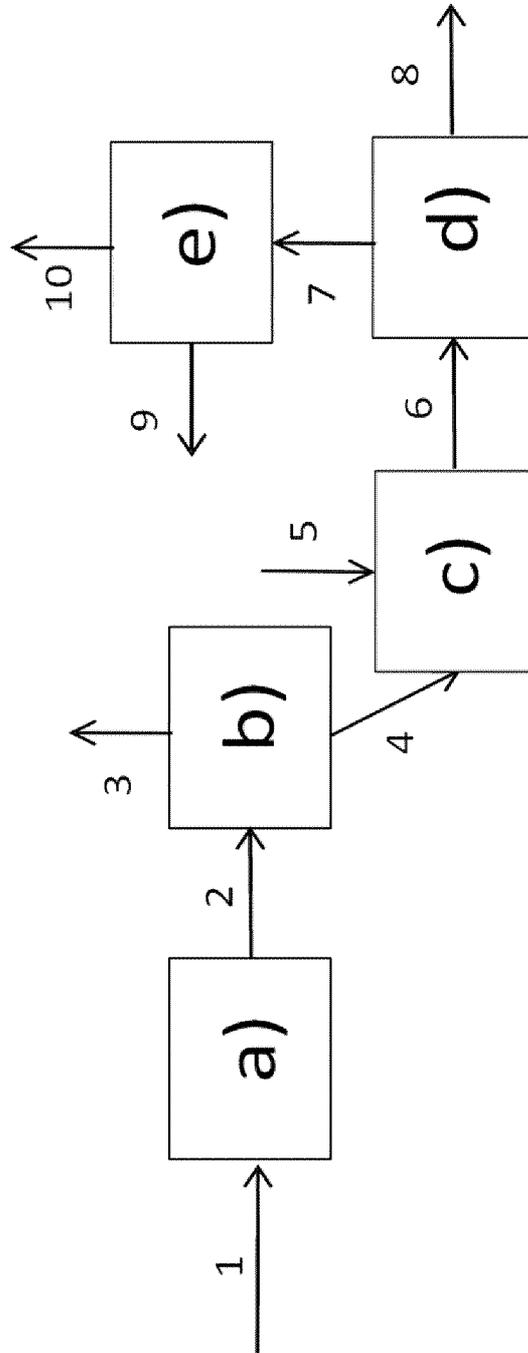
## REVENDEICATIONS

1. Procédé de conversion d'une charge hydrocarbonée contenant au moins une fraction d'hydrocarbures ayant une teneur en soufre d'au moins 0,1 % poids, une température initiale d'ébullition d'au moins 340°C et une température finale d'ébullition d'au moins 440°C, ledit procédé comprenant les étapes suivantes :
  - a) une étape de viscoréduction de la charge dans au moins une chambre de maturation,
  - b) une étape de séparation de l'effluent obtenu à l'issue de l'étape a) en au moins une fraction légère d'hydrocarbures contenant des bases carburants et une fraction lourde contenant des composés bouillant à au moins 350°C,
  - 10 c) une étape de précipitation des sédiments dans laquelle la fraction lourde issue de l'étape de séparation b) est mise en contact avec une coupe de distillat dont au moins 20% poids présente une température d'ébullition supérieure ou égale à 100°C, pendant une durée inférieure à 500 minutes, à une température comprise entre 25 et 350°C, et une pression inférieure à 20 MPa,
  - 15 d) une étape de séparation physique des sédiments de la fraction lourde issue de l'étape c) de précipitation pour obtenir ladite fraction lourde séparée des sédiments,
  - e) une étape de récupération d'une fraction lourde ayant une teneur en sédiments, mesurée selon la méthode ISO 10307-2, inférieure ou égale à 0,1% en poids consistant à séparer la fraction lourde issue de l'étape d) de la coupe de distillat  
20 introduite lors de l'étape c).
2. Procédé selon la revendication 1 comprenant une étape f) d'hydrotraitement en lit fixe mise en œuvre sur une partie au moins de la fraction lourde issue de l'étape d) ou e).
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel la coupe de distillat comprend au moins 25% poids ayant une température d'ébullition supérieure ou égale à 100°C.
- 25 4. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel au moins 5% poids de la coupe de distillat présente une température d'ébullition d'au moins 252°C.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la coupe de distillat provient en partie, voire en totalité des étapes b) et/ou d) de séparation ou d'un autre procédé de raffinage ou encore d'un autre procédé chimique.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel une partie de la coupe de distillat séparée de l'étape e) est recyclée dans l'étape c) de précipitation.
7. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'étape de viscoréduction est réalisée à une température comprise entre 370°C et 500°C, pendant  
5 une durée comprise entre 1 et 60 minutes, une pression totale inférieure à 10 MPa.
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel une étape d'hydrotraitement de la charge est réalisée en amont de l'étape de viscoréduction a).
9. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'étape de viscoréduction est opérée en présence d'hydrogène.
10. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'étape de précipitation de la fraction lourde issue de l'étape b) est réalisée en présence d'un gaz inerte et/ou d'un gaz oxydant et/ou d'un liquide oxydant et/ou de l'hydrogène, de préférence issu de l'étape de séparation b).
11. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'étape d) de  
15 séparation est réalisée au moyen d'au moins un moyen de séparation choisi parmi un filtre, une membrane de séparation, un lit de solides filtrant de type organique ou inorganique, une précipitation électrostatique, un système de centrifugation, une décantation, un soutirage par vis sans fin.
12. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la charge traitée est  
20 choisie parmi les résidus atmosphériques, les résidus sous vide issus de distillation directe, des pétroles bruts, des pétroles bruts étêtés, les huiles désasphaltées, des résines de désasphaltage, les asphaltes ou brais de désasphaltage, les résidus issus des procédés de conversion, des extraits aromatiques issus des chaînes de production de bases pour lubrifiants, des sables bitumineux ou leurs dérivés, des schistes  
25 bitumineux ou leurs dérivés, pris seuls ou en mélange.
13. Procédé selon la revendication 12 dans lequel la charge contient au moins 1% d'asphaltènes C7 et au moins 5 ppm de métaux.

14. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel les fractions lourdes issues des étapes d) et/ou f) sont mélangées avec une ou plusieurs bases fluxantes choisies dans le groupe constitué par les huiles de coupe légère d'un craquage catalytique, les huiles de coupe lourde d'un craquage catalytique, le résidu d'un craquage catalytique, un kérosène, un gazole, un distillat sous vide et/ou une huile décaantée la coupe de distillat selon les revendications 1 à 4 pour obtenir un fioul.
- 5

Figure 1



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No  
PCT/EP2016/058749

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
 INV. C10G55/04 C10G9/00 C10G31/06 C10G31/09 C10G55/02  
 ADD.  
 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED  
 Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
 C10G  
 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
 EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2010/004127 A2 (INST FRANCAIS DU PETROLE [FR]; LENGLET ERIC [FR]; SARRAZIN PATRICK [FR] 14 January 2010 (2010-01-14) page 1, lines 14-21 page 2, lines 6-24 page 3, lines 4-6 page 4, lines 1-24 page 5, lines 21-26 page 9, lines 5-6	1-14
A	US 2013/026074 A1 (KOSEOGLU OMER REFA [SA] ET AL) 31 January 2013 (2013-01-31) paragraphs [0003], [0014] - [0017], [0024], [0048]	1-14
	----- -/--	

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search <b>30 June 2016</b>	Date of mailing of the international search report <b>12/07/2016</b>
--	---

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer <b>Vaz, Miguel</b>
--	--

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/EP2016/058749

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2 988 501 A (INWOOD TEXAS V) 13 June 1961 (1961-06-13) column 1, lines 9-33 column 3, lines 6-41 schéma de principe; column 4, lines 44-54 -----	1-14

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2016/058749

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2010004127 A2	14-01-2010	FR 2933711 A1	15-01-2010
		WO 2010004127 A2	14-01-2010
-----			
US 2013026074 A1	31-01-2013	CN 103827267 A	28-05-2014
		EP 2737021 A2	04-06-2014
		JP 2014524483 A	22-09-2014
		KR 20140064802 A	28-05-2014
		US 2013026074 A1	31-01-2013
		WO 2013019418 A2	07-02-2013
-----			
US 2988501 A	13-06-1961	NONE	
-----			

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2016/058749

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C10G55/04 C10G9/00 C10G31/06 C10G31/09 C10G55/02 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C10G		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	WO 2010/004127 A2 (INST FRANCAIS DU PETROLE [FR]; LENGLET ERIC [FR]; SARRAZIN PATRICK [FR] 14 janvier 2010 (2010-01-14) page 1, lignes 14-21 page 2, lignes 6-24 page 3, lignes 4-6 page 4, lignes 1-24 page 5, lignes 21-26 page 9, lignes 5-6	1-14
A	----- US 2013/026074 A1 (KOSEOGLU OMER REFA [SA] ET AL) 31 janvier 2013 (2013-01-31) alinéas [0003], [0014] - [0017], [0024], [0048] ----- -/--	1-14
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents		
<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée	"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets	
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée  30 juin 2016	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale  12/07/2016	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Fonctionnaire autorisé  Vaz, Miguel	

1

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 2 988 501 A (INWOOD TEXAS V) 13 juin 1961 (1961-06-13) colonne 1, lignes 9-33 colonne 3, lignes 6-41 schéma de principe; colonne 4, lignes 44-54 -----	1-14

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2016/058749

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication	
WO 2010004127	A2	14-01-2010	FR 2933711 A1	15-01-2010
			WO 2010004127 A2	14-01-2010
-----				
US 2013026074	A1	31-01-2013	CN 103827267 A	28-05-2014
			EP 2737021 A2	04-06-2014
			JP 2014524483 A	22-09-2014
			KR 20140064802 A	28-05-2014
			US 2013026074 A1	31-01-2013
			WO 2013019418 A2	07-02-2013
-----				
US 2988501	A	13-06-1961	AUCUN	
-----				