(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 595 370**
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **86 03381**

(51) Int Cl⁴ : C 10 G 21/28.

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt** : 10 mars 1986.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de la mise à disposition du public de la demande** : BOPI « Brevets » n° 37 du 11 septembre 1987.

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

(71) **Demandeur(s)** : *Société anonyme dite : SOCIETE FRANCAISE DES PETROLES BP.* — FR.

(72) **Inventeur(s)** : André Chopinet.

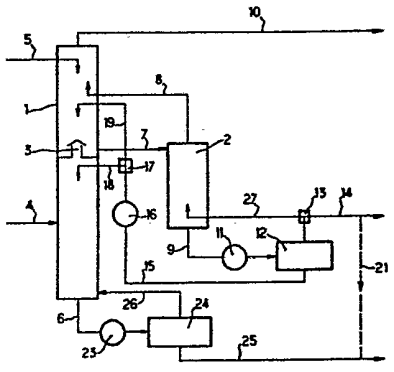
(73) **Titulaire(s) :**

(74) **Mandataire(s)** : Bureau D.A. Casalonga, Office Josse et Petit.

(54) Procédé à effets multiples avec recyclage et utilisation d'un plateau de soutirage pour l'extraction sélective par solvant de mélanges d'hydrocarbures.

(57) Procédé d'extraction sélective à effets multiples, avec recyclage, de mélanges d'hydrocarbures (introduite par la conduite 4) par un solvant (introduite par la conduite 5) circulant à contre-courant, comportant une colonne principale 1 séparée en deux par un plateau de soutirage 3 et une colonne de refractionnement 2 dans lesquelles circule le même solvant qui permet de séparer ledit mélange d'hydrocarbures en raffinat (sortant par la conduite 10), pseudo-raffinat (sortant par la conduite 14) et extrait (sortant par la conduite 25), le solvant renfermant de l'extrait frais et sortant de la colonne de refractionnement 2 est avant son recyclage dans la colonne principale 1 d'abord débarrassé par relargage à température plus basse (dans le décanteur 12) d'une grande partie de l'extrait puis rechauffé (dans le réchauffeur 16).

Le procédé permet d'augmenter la quantité de solvant utilisé pour l'extraction en recyclant dans la colonne principale en dessous et au dessus du plateau de soutirage le solvant utilisé, débarrassé de la majeure partie de l'extrait par relargage.



FR 2 595 370 - A1

Procédé à effets multiples avec recyclage et utilisation d'un plateau de soutirage pour l'extraction sélective par solvant de mélanges d'hydrocarbures.

L'invention a pour objet un procédé d'extraction sélective à effets multiples, avec recyclage, des mélanges d'hydrocarbures et en particulier des huiles lubrifiantes, par un solvant et plus spécialement un procédé d'extraction des huiles lubrifiantes par le furfurol, en utilisant un plateau de soutirage total de la phase riche en furfurol.

Un procédé connu d'extraction des huiles lubrifiantes par un solvant, et en particulier par le furfurol, consiste à faire circuler dans une colonne, à contre-courant, l'huile à raffiner et le solvant et à en soutirer deux phases : une phase raffinat, en tête de colonne, qui contient la plus grande partie de l'huile raffinée et une petite quantité de solvant, et une phase extrait, en fond de colonne, qui contient la plus grande partie du solvant et les hydrocarbures aromatiques, naphténiques et sulfurés.

Ces deux phases sont ensuite séparées en leurs constituants par distillation.

On connaît également un moyen de valoriser la phase extrait, consistant à la refroidir et à la séparer ainsi en deux phases : une phase contenant une huile naphténique appelée pseudo-raffinat et un peu de solvant, et une phase contenant l'extrait proprement dit avec les impuretés plus aromatiques et sulfurées de l'huile et beaucoup de solvant. Cette opération est appelée relargage. Le solvant est récupéré des différentes phases, par distillation, et le pseudo-raffinat peut être utilisé pour la fabrication des huiles de mouvement ou pour d'autres usages, notamment il peut être soumis au craquage.

On appellera ci-après "impuretés" l'ensemble des hydrocarbures naphténiques, aromatiques et sulfurés extraits par le solvant.

Dans tous les procédés d'extraction par solvant, la quantité de solvant mise en jeu est le facteur le plus important de l'économie du procédé.

Le brevet français 1 295 441 de la demanderesse décrit un procédé à double effet qui permet de réduire la quantité de solvant nécessaire pour l'extraction, en remplaçant la colonne unique utilisée par l'art antérieur par un système comportant deux colonnes et un décanteur intermédiaire, l'ensemble étant muni de réfrigérants et d'échangeurs de chaleur nécessaires. Ce procédé d'extraction à double effet décrit dans ce brevet utilise dans une première colonne, en même temps que la charge à traiter, un solvant qui a déjà travaillé dans une seconde colonne où il a servi à extraire les impuretés encore présentes dans le raffinat primaire sortant de la première colonne. Le solvant a été débarrassé entre temps d'une grande partie de son extrait par relargage à plus basse température. Les deux colonnes sont munies d'échangeurs de chaleur destinés à y maintenir un gradient de température.

Le procédé selon le brevet français qui utilise deux colonnes permet de réduire la quantité de solvant nécessaire par rapport au procédé à colonne unique. Toutefois, cette réduction est limitée. On a découvert qu'il était possible d'augmenter autant qu'on le veut le débit de solvant utilisé pour l'extraction sans augmenter le débit de solvant frais en adoptant, d'une part une autre disposition de l'installation d'extraction, et d'autre part en recyclant dans la première colonne la phase solvant renfermant de l'extrait sorti en bas de la seconde colonne après l'avoir débarrassé de la majeure partie de l'extrait par relargage à température plus basse, et après l'avoir rechauffé à la température qui convient à son utilisation.

La nouvelle disposition de l'installation d'extraction consiste à distinguer dans la deuxième colonne du brevet français (colonne 7) la partie qui est au-dessus de l'alimentation en raffinat primaire, et à empiler cette partie directement au-dessus de la colonne 1 en interposant un plateau de soutirage total de la phase riche en solvant, en formant ainsi la colonne principale; la partie de la seconde colonne qui était en dessous de l'alimentation en raffinat primaire étant installée latéralement à la colonne 1, sous forme de colonne de refractionnement du soutirage, comme les colonnes de refractionnement sur une tour de distillation. Ce schéma a en outre

l'avantage d'être moins coûteux en investissement, en particulier quand on veut modifier une installation existante dont la colonne principale est suffisante.

L'invention a pour objet un procédé d'extraction sélective de mélanges d'hydrocarbures, par solvant circulant à contre-courant, par un procédé à effets multiples comportant une colonne principale 1 séparée en deux par un plateau de soutirage et une colonne 2 de refractionnement du soutirage dans lesquelles circule un même solvant qui permet de séparer ledit mélange d'hydrocarbures en raffinat, pseudo-raffinat et extrait, caractérisé par le fait qu'on augmente la quantité de solvant utilisé pour l'extraction en réalisant cette extraction dans la colonne principale (1), d'une part par du solvant frais, et d'autre part par du solvant renfermant de l'extrait, sorti en bas de la colonne de refractionnement et débarrassé de la majeure partie de l'extrait par relargage effectué à température plus basse, puis rechauffé dans un dispositif de rechauffage approprié jusqu'à la température nécessaire à son utilisation, ce solvant qui renferme encore un peu d'extrait étant recyclé dans la colonne principale en partie en dessous du plateau de soutirage et en partie nettement au-dessus du plateau de soutirage.

La partie du recyclage effectué au-dessus du plateau de soutirage est introduite suffisamment haut pour que les impuretés contenues dans la phase raffinat primaire montant dans la colonne principale puissent au moins partiellement y être extraites par la phase solvant renfermant de l'extrait qui y est recyclé.

Le débit du solvant recyclé qui passe en dessous du plateau de soutirage correspond approximativement au débit du solvant frais introduit, tandis que le débit du solvant recyclé au dessus du plateau de soutirage peut être réglé à volonté.

On peut aussi, suivant une technique connue, équiper le plateau de soutirage de trop-pleins permettant (i) l'envoi préférentiel vers la conduite 7 de la phase solvant + extrait débordant du haut de la colonne, (ii) le débordement vers la partie inférieure de la colonne d'un excédent éventuel de la phase solvant au cas où le débit renvoyé dans la colonne par la conduite 18 serait trop faible ou nul (panne de pompe).

Le procédé selon l'invention permet en outre de faire remonter dans les colonnes les parties les moins aromatiques de la phase extrait afin d'enrichir la phase raffinat. Ceci peut être réalisé selon une première variante en munissant les colonnes d'un échangeur de chaleur permettant de maintenir dans chacune des colonnes un gradient de température appropriée et selon une deuxième variante en renvoyant par reflux en bas des colonnes une phase extrait sortie de la même colonne après l'avoir débarrassée, par relargage à température réduite, de la majeure partie de l'extrait. Selon la deuxième variante, on renverra dans la colonne principale, munie du plateau de soutirage, une phase riche en hydrocarbures aromatiques produite par relargage, à température réduite, de la phase extrait sortant en bas de ladite colonne principale et on renverra dans le fond de la colonne de refractionnement du soutirage, une partie du pseudo-raffinat produite par relargage, à température réduite, de la phase extrait sortant en bas de ladite colonne de refractionnement.

Les autres objets de l'invention apparaîtront à la lecture de la description et des exemples. Les modes de réalisation de l'invention se révèlent plus clairement en se référant aux figures.

La figure 1 illustre la mise en oeuvre du procédé de l'invention selon une variante dans laquelle les deux colonnes sont équipées d'échangeurs de chaleur destinés à maintenir dans les colonnes un gradient de température.

La figure 2 illustre la mise en oeuvre du procédé de l'invention selon une variante dans laquelle au lieu d'échangeurs de chaleur, les deux colonnes sont équipées de reflux pour permettre de renvoyer dans le fond des colonnes une phase riche en hydrocarbures peu aromatiques produite par relargage à température réduite de la phase extrait.

En se référant à la figure 1, on extrait à contre-courant une huile lubrifiante minérale dans une colonne 1 séparée en deux parties par un plateau de soutirage 3. On fait arriver la charge d'huile par la conduite 4 à la partie inférieure de la colonne 1, en dessous du plateau de soutirage 3. Le solvant d'extraction est introduit en haut de la colonne 1 par la conduite 5. L'huile soumise à l'extraction est séparée dans la colonne 1 en solvant renfermant l'extrait et en

raffinat primaire. Le solvant renfermant l'extrait sort par le bas de la colonne 1 par la conduite 6. L'extrait primaire qui contient du raffinat passe par la conduite 7 dans la colonne 2 de refractionnement où il est fractionné en raffinat secondaire qui passe par le haut de la colonne 2 par la conduite 8 vers la partie supérieure de la colonne 1 et une phase extrait qui sort en bas de la colonne de fractionnement 2 par la conduite 9. Le raffinat secondaire est amené par la conduite 8 vers le haut de la colonne 1 où les petites quantités d'impuretés qu'il contient sont dissoutes par le solvant descendant de la conduite 5 et la phase raffinat contenant l'huile finie débarrassée des impuretés sort à la partie supérieure de la colonne 1 par la conduite 10 d'où elle va à la distillation du solvant.

La phase extrait sortie de la partie inférieure de la colonne de fractionnement 2, par la conduite 9, passe par un réfrigérant 11, puis dans le décanteur 12 où elle est séparée en deux couches, à savoir une couche pseudo-raffinat et une couche de solvant renfermant encore un peu d'extrait. Le pseudo-raffinat sort du décanteur 12 par une conduite 14 qui le dirige sur la distillation du solvant, tandis que le solvant renfermant de l'extrait sort par une conduite 15 et après passage dans une pompe non représentée, passe par un réchauffeur 16 d'où il arrive à un distributeur 17 qui partage le courant de solvant renfermant de l'extrait entre la conduite 18 qui débouche vers le milieu de la colonne 1 en dessous du plateau de soutirage et la conduite 19 qui débouche vers le milieu de la partie supérieure de la colonne 1 à mi-distance environ entre le plateau de soutirage et le haut de la colonne 1.

La colonne 1 est munie dans sa partie inférieure d'échangeurs de chaleur 20 qui y maintiennent un gradient de température (T1-T2). De même la colonne de fractionnement 2 est munie à sa partie inférieure d'échangeurs de chaleur 22 qui y maintiennent un gradient de température (T3-T4).

Selon une autre variante, les échangeurs de chaleur sont placés en dehors des colonnes et le mélange d'hydrocarbures qui y arrive d'une colonne est renvoyé après refroidissement dans la même colonne au moyen d'une pompe.

Il est également possible de mélanger ces deux variantes et équiper la colonne principale avec des échangeurs de chaleur placés à l'intérieur ou à l'extérieur de la colonne permettant de maintenir un gradient de température approprié dans ladite colonne principale afin de faire remonter dans ladite colonne les hydrocarbures les moins aromatiques et équiper la colonne de refractionnement du soutirage de moyens de reflux et de renvoyer dans le fond de la colonne de refractionnement du soutirage une phase riche en hydrocarbures peu aromatiques produite, par relargage à température réduite, de la phase extrait sortant de la même colonne.

Inversement, il est possible d'équiper la colonne de refroidissement du soutirage d'échangeurs de chaleur placés à l'intérieur ou à l'extérieur de la colonne, et d'équiper la colonne principale de moyens de reflux et de renvoyer dans le fond de la colonne principale une phase riche en hydrocarbures peu aromatiques produite par relargage à température réduite de la phase extrait sortant de la colonne principale.

Selon une autre variante de l'invention, le pseudo-raffinat sortant par la conduite 14 peut être réuni, par la conduite 21 avec l'extrait passant par la conduite 6, le pseudo-raffinat et l'extrait étant distillés ensemble pour récupérer le solvant. Cette façon d'opérer réduit le nombre d'installations de distillation à deux, raffinat d'une part, extrait et pseudo-raffinat, d'autre part.

La figure 2 représente un mode de mise en oeuvre de l'invention dans lequel le gradient de température obtenu au moyen d'échangeurs de chaleur installés dans le bas des colonnes, est remplacé par le reflux ou le renvoi dans le fond des colonnes d'une phase riche en huile produite soit par relargage à température réduite de la phase extrait soit par recyclage de la phase d'extrait plus ou moins débarrassée de solvant par distillation. Selon cette variante, la phase extrait sortant de la partie inférieure de la colonne 1 par la conduite 6 passe dans le réfrigérant 23 puis dans le décanteur 24 où elle abandonne les impuretés plus lourdes qui sortent par la conduite 25, tandis que la partie plus légère est renvoyée sous forme de reflux en bas de la colonne 1 par la conduite 26.

La phase extrait sortie de la colonne de refractionnement 2 par la conduite 9 est refroidie dans le réfrigérant 11 et est séparée dans le décanteur 12 en un pseudo-raffinat qui est envoyé dans un distributeur 13 d'où il est renvoyé en partie sous forme de reflux en bas de la colonne de refractionnement par la conduite 27 et en partie à la distillation par la conduite 14.

Il est possible de réunir par la conduite 21 le pseudo-raffinat arrivant par la conduite 14 à l'extrait passant par la conduite 25, ce qui permet de réduire ainsi à deux, comme dans le cas de la figure 1, le nombre de produits séparés (raffinat et extrait) et les installations de distillation nécessaires.

Selon une autre variante de l'invention, il est possible d'utiliser plus d'une colonne de refractionnement, par exemple deux ou trois colonnes de refractionnement par colonne principale, ces colonnes de refractionnement étant disposées à des hauteurs différentes de la colonne principale.

L'invention est illustrée par les exemples non limitatifs ci-après.

On a traité au furfurol un distillat sous vide de brut Arab Medium, dont les caractéristiques étaient les suivantes :

densité à 15°C	0,9030
viscosité cinématique à 100°C	13,55 centistokes
soufre	3,11 %

Exemple 1

L'huile est traitée par le procédé du brevet français 1 295 441 sans recyclage, dans les conditions suivantes :

taux de solvant volume %	160
température tête/fond colonne 2	110/80°C
température tête/fond colonne 1	105/60°C
décanteur 13	60°C
rendement raffinat	59,40 % pds
pseudo-raffinat	6,82 % pds
extrait	33,78 % pds

Caractéristiques	Raffinat	Pseudo-raffinat	Extrait
densité	0,8494	0,9142	1,0133
viscosité (centistokes)	10,02	16,11	45,02
% soufre	1,22	3,59	5,71

Exemple 2

L'huile est traitée avec la même quantité de solvant : 160 % volume, mais avec recyclage selon la figure 1 de 250 % volume de phase extrait allant du réchauffeur 16 au mélangeur 7, puis à la conduite 8. Les températures sont les suivantes :

tête/fond colonne 2	110/80°C
colonne 1	65/45°C
décanteur 13	60°C
rendements raffinat	54,53 %
pseudo-raffinat	18,11 %
extrait	27,36 %

Caractéristiques	Raffinat	Pseudo-raffinat	Extrait
densité	0,8501	0,9134	1,0255
viscosité (centistokes)	10,07	15,52	49,85
% soufre	1,27	3,59	5,95

Dans les deux exemples, le raffinat déparaffiné a le même indice de viscosité de 94,7 centistokes.

On voit que, sans augmentation de la quantité de solvant frais mise en oeuvre, et sans avoir à multiplier le nombre de colonnes, la production de pseudo-raffinat a été fortement augmentée.

Un tel rendement en pseudo-raffinat pour une quantité donnée de solvant frais ne peut être obtenu selon le procédé antérieur même en faisant varier les différents paramètres opératoires (températures par exemple).

REVENDICATIONS

1. Procédé d'extraction sélective à effets multiples de mélanges d'hydrocarbures par un solvant circulant à contre-courant, comportant une colonne principale séparée en deux par un plateau de soutirage ainsi qu'une ou plusieurs colonnes de refractionnement du soutirage, le même solvant circulant dans toutes les colonnes, ledit solvant permettant de séparer ledit mélange d'hydrocarbures en raffinat, pseudo-raffinat et extrait, caractérisé par le fait qu'on augmente la quantité de solvant utilisé pour l'extraction, en réalisant cette extraction dans la colonne principale (1), d'une part par du solvant frais, et d'autre part par du solvant renfermant de l'extrait sorti en bas de la colonne de refractionnement (2) et débarrassé de la majeure partie de l'extrait par relargage effectué à température plus basse, puis réchauffé dans un dispositif de réchauffage (16) approprié jusqu'à la température nécessaire à son utilisation, ce solvant qui renferme encore un peu d'extrait étant recyclé dans la colonne principale en partie en dessous du plateau de soutirage (3) et en partie nettement au-dessus du plateau de soutirage.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le procédé comporte une seule colonne de refractionnement du soutirage.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le procédé comporte plus d'une colonne de refractionnement du soutirage disposées à des hauteurs différentes de la colonne principale.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que les colonnes comportent chacune un échangeur de chaleur permettant de maintenir dans chacune des colonnes un gradient de température approprié permettant de faire remonter dans les colonnes les parties les moins aromatiques du mélange d'hydrocarbures qui vont enrichir le raffinat.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par le fait que les échangeurs de chaleur destinés à créer un gradient de température sont disposés en dehors des colonnes.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait qu'on fait remonter dans les colonnes les parties les moins aromatiques du mélange d'hydrocarbures en renvoyant dans le fond des colonnes une phase riche en hydrocarbures peu aromatiques produite par relargage à température réduite de la phase extrait.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait qu'on fait remonter dans les colonnes les parties les moins aromatiques du mélange d'hydrocarbures en renvoyant dans le fond des colonnes la phase extrait plus ou moins débarrassée du solvant par distillation.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que la colonne principale est équipée d'échangeurs de chaleur placés à l'intérieur ou à l'extérieur de la colonne permettant d'y maintenir un gradient de température approprié et que la ou les colonnes de refractionnement du soutirage sont équipées de moyens de reflux permettant de renvoyer dans le fond de la ou des colonnes de refractionnement une phase riche en hydrocarbures produite, par relargage à température réduite, de la phase extrait sortant de la même colonne.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que la colonne de refractionnement ou que les colonnes de refractionnement sont équipées d'échangeurs de chaleur placés à l'intérieur ou à l'extérieur des colonnes permettant de maintenir un gradient de température approprié dans la ou les colonnes de refractionnement et que la colonne principale est équipée de moyens de reflux permettant de renvoyer dans le fond de la colonne principale une phase riche en hydrocarbures peu aromatiques, produite par relargage à température réduite de la phase extrait sortant de la colonne principale.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé par le fait qu'on réunit la phase pseudo-raffinat à la phase extrait pour les distiller ensemble.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé par le fait que le mélange d'hydrocarbures est constitué d'huile lubrifiante.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait qu'on utilise comme solvant le furfurol.

5

FIG.1

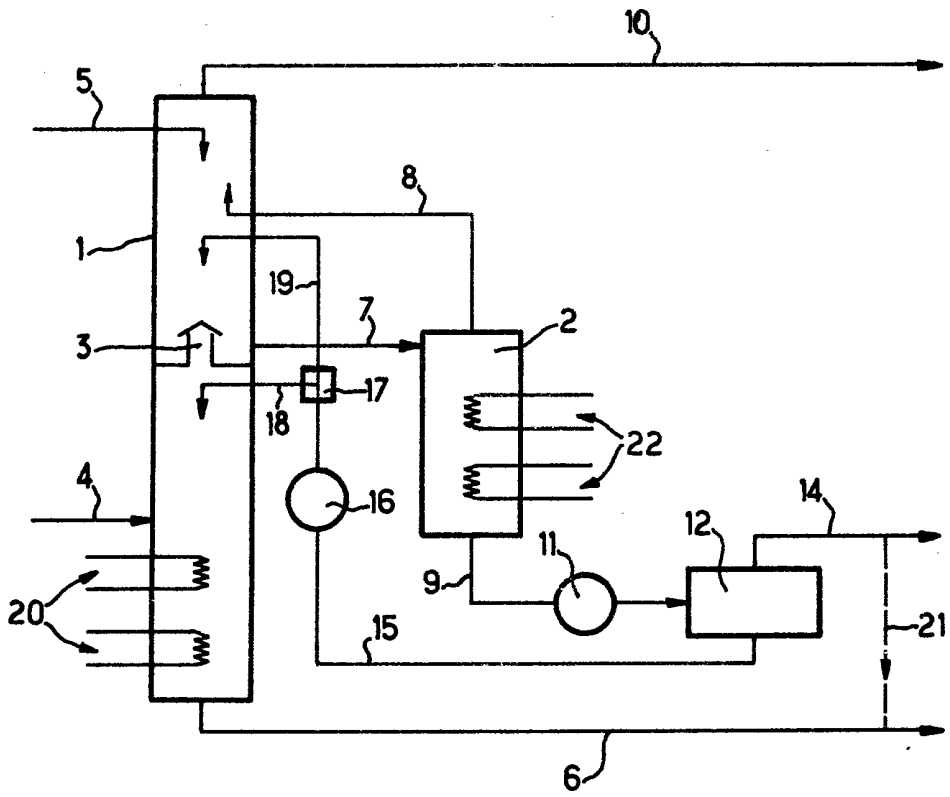


FIG.2

