

(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
15 mai 2003 (15.05.2003)

PCT

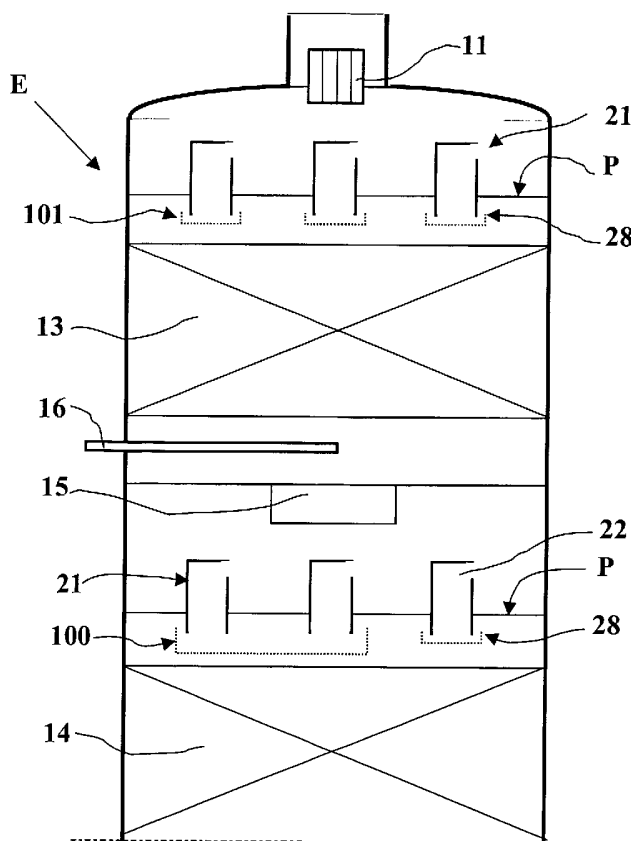
(10) Numéro de publication internationale
WO 03/039733 A1

- (51) Classification internationale des brevets⁷ : B01J 8/02, 8/04, B01D 3/00
- (21) Numéro de la demande internationale : PCT/FR02/03672
- (22) Date de dépôt international : 25 octobre 2002 (25.10.2002)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité : 01/14533 9 novembre 2001 (09.11.2001) FR
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE [FR/FR]; 1 et 4, avenue du Bois Préau, F-92852 Rueil Malmaison Cedex (FR).
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : HARTER, Isabelle [FR/FR]; 24, rue du Chateau, F-69003 Lyon (FR). AGOERO, Robert [FR/FR]; 8 rue Ernest Bizot, F-38200 Vienne (FR).
- (74) Mandataire : ELMALEH, Alfred; Institut Francais du Petrole, 1 et 4, avenue de Bois Préau, F-92852 Rueil Malmaison Cedex (FR).

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: DEVICE FOR DISTRIBUTING A POLYPHASE MIXTURE ON A GRANULAR SOLID BED COMPRISING A POROUS ANTI-SPLASH NOZZLE ELEMENT WITH FLANGES

(54) Titre : DISPOSITIF DE DISTRIBUTION D'UN MELANGE POLYPHASIQUE SUR UN LIT DE SOLIDE GRANULAIRE COMPORTANT UN ELEMENT BRISE JET POREUX A REBORDS



(57) Abstract: The invention relates to a device for distributing a polyphase mixture in a downflow manner on at least one granular solid bed. The inventive device comprises (A) at least one plate (P) which is disposed above one of the granular solid beds. Moreover, the device comprises (B) numerous mixing channels (21) which are used to produce the polyphase mixture. Each of said channels comprises at least one upper flow section (22) which is used for the passage of most of the gaseous phase and at least one lower flow section (23) which is used to communicate the mixture formed inside said mixing channels with a bed of granular solids. The aforementioned channels are provided, along at least part of the height thereof, with one or more lateral sections (26) which enable the passage of the liquid phase inside the mixing channels and, optionally, a minor part of the gaseous phase. Said device also comprises (C) an assembly of anti-splash nozzle-type distribution systems (28) which can each be associated with each mixing tube or shared by several or all of the mixing tubes. Each distribution system has a controlled porosity and at least one part of the perimeter thereof is provided with flanges (100) which can also be porous (101).

(57) Abrégé : Dispositif pour distribuer un mélange polyphasique en écoulement descendant sur au moins un lit de solide granulaire comportant: 1) au moins un plateau (P) situé au dessus d'un des lits de solide granulaire, 2) une pluralité de canaux mélangeurs (21) permettant de réaliser le mélange polyphasique,

[Suite sur la page suivante]

WO 03/039733 A1



(81) **États désignés (national)** : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **États désignés (régional)** : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasiatique (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet

européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

chacun desdits canaux comportant au moins une section de passage supérieure (22) permettant de faire passer la majorité de la phase gaz, au moins une section de passage inférieure (23) permettant la mise en communication du mélange formé à l'intérieur desdits canaux mélangeurs avec un lit de solides granulaires et lesdits canaux étant pourvus sur au moins une partie de leur hauteur d'une ou de plusieurs sections latérales (26) permettant le passage de la phase liquide à l'intérieur des canaux mélangeurs et éventuellement d'une mineure partie de la phase gaz. 3) un ensemble de systèmes dispersifs de type bris-jet (28), chaque système dispersif pouvant être associé à chaque tube mélangeur ou commun à plusieurs tube mélangeurs, voire à la totalité des tubes mélangeurs. Chaque système dispersif a une porosité contrôlée et est muni, au moins pour une partie d'entre eux, de rebords (100), ces rebords pouvant eux mêmes être poreux (101).

DISPOSITIF DE DISTRIBUTION D'UN MELANGE POLYPHASIQUE SUR UN LIT DE SOLIDE GRANULAIRE COMPORTANT UN ELEMENT BRISE JET POREUX A REBORDS

La présente invention concerne un dispositif permettant d'optimiser la distribution d'un fluide comportant au moins une phase gazeuse et au moins une phase liquide à travers au moins un lit de solide granulaire, les dites phases étant introduites séparément ou dans un état plus ou moins mélangé et les dites phases étant en écoulement globalement descendant à travers le ou les lits de solide granulaire. L'invention s'applique à toute enceinte ou réacteur comportant dans sa zone supérieure une entrée d'un premier fluide liquide, une entrée distincte ou non de la précédente, d'un deuxième fluide gazeux et au moins un lit de solide granulaire situé à une distance suffisante de la zone supérieure pour permettre l'installation du dispositif selon la présente invention tel que décrit ci après.

Le dispositif peut être disposé :

15 -soit en tête de l'enceinte ou du réacteur, au dessus d'un premier lit de solide granulaire

-soit, entre deux lits granulaires successifs dans le cas où la dite enceinte comporte plusieurs lits de solide granulaire, disposés en série le long de l'enceinte et séparés d'une distance suffisante pour permettre l'installation du dit dispositif.

20 La présente invention trouve en particulier une application dans tous les cas où :

- la phase gazeuse est largement majoritaire par rapport à la phase liquide, c'est à dire dans les cas où le rapport volumique entre la phase gazeuse et la phase liquide est supérieur à 3 :1 et habituellement inférieur à 400 :1.

25 - la réaction mise en jeu est fortement exothermique et nécessite l'introduction d'un fluide auxiliaire, gazeux ou liquide, pour refroidir le mélange réactionnel. On parle souvent dans ce cas de fluide de « trempe » ou de « quench » pour désigner un tel fluide auxiliaire.

- la réaction mise en jeu nécessite un contact étroit entre les phases pour permettre la dissolution d'un composé, par exemple l'hydrogène, dans la phase liquide.

30

La présente invention s'applique en particulier dans le domaine des réactions d'hydrocraquage, d'hydrotraitement, d'hydrodésulfuration, d'hydrodéazotation, d'hydrogénations sélectives ou totales des coupes C2 à C5. Elle concerne l'hydrogénation sélective des essences de vapocraquage, l'hydrogénation des

composés aromatiques dans les coupes aliphatiques et/ou naphthéniques, l'hydrogénation des oléfines dans les coupes aromatiques. Elle peut trouver également des applications dans les réactions nécessitant un bon mélange des phases gazeuse et liquide, par exemple les réactions d'oxydation partielle ou totale, 5 les réactions d'amination, d'acétyloxydation, d'ammoxydation et d'halogénéation en particulier de chloration.

Dans le domaine spécifique des réactions d'hydrodésulfuration, d'hydrodézotation, d'hydrocraquage pour atteindre des conversions poussées, par exemple pour 10 obtenir un produit contenant moins de 30 ppm (partie par million) de soufre, comme cela est requis par les nouvelles spécifications sur l'essence et le gazole, il est nécessaire d'avoir une très bonne distribution du liquide sachant qu'on se trouve avec des rapports volumétriques gaz sur liquide qui peuvent varier de 3/1 à 400 :1 et le plus souvent de 10 :1 à environ 200 :1. Dans le cas de l'utilisation d'un fluide de 15 trempage ou de « quench », il est particulièrement important d'assurer un très bon contact entre ce fluide de trempage, généralement gazeux, et les fluides du procédé. Compte tenu de la faible proportion de liquide par rapport au gaz, une des possibilités utilisées dans l'art antérieur consiste par exemple à utiliser des plateaux distributeurs comportant une pluralité de trous dédiés au passage du liquide et une 20 pluralité de cheminées dédiées au passage du gaz. On trouvera par exemple des descriptions de tels dispositifs dans les brevets US 3 353 924, US 4 385 033, US 3 855 068.

Ces solutions posent cependant des problèmes en termes de souplesse d'utilisation des plateaux, et peuvent également conduire à des irrégularités d'alimentation des 25 différents orifices en cas de non-horizontalité parfaite des plateaux et/ou de remous provoqués par la chute massive des flux liquide et gazeux sur les plateaux. Pour pallier ces inconvénients, l'homme de l'art est conduit à utiliser un agencement spécifique de plusieurs plateaux dont le dernier est pourvu de moyens de collecte et de distribution des phases liquide et gazeuse, soit sous forme séparée tel que décrit 30 par exemple dans le brevet US 5 232 283 ou soit sous forme de mélange tel que décrit par exemple dans les brevets US 4 126 539, US 4 126 540, US 4 836 989, US 5 462 719. L'inconvénient majeur de ces systèmes provient du fait que compte tenu de la faible quantité de liquide par rapport au gaz, l'homme de l'art est conduit pour tenter d'arroser correctement toute la surface dudit lit de solides granulaires à utiliser 35 une densité de cheminées importante souvent supérieure à 80 cheminées au mètre carré tel que mentionné dans le brevet FR 2 745 202. La vitesse du gaz dans les

cheminées varie généralement de 0,5 à 5 centimètres par seconde (cm/s) et la vitesse du liquide varie généralement de 0,05 à 1 cm/s. Ces vitesses sont cependant trop faibles pour permettre à la fois le mélange et la dispersion du gaz et du liquide.

5 Du fait de cette absence de dispersion du liquide en sortie des cheminées l'homme de l'art est souvent contraint d'installer des systèmes type plaque de déflexion en sortie d'orifices ou de cheminées comme cela est par exemple décrit dans les documents de brevets FR 2 654 952, WO9746303 et US 5 799 877. Tous les systèmes type brise-jet décrits dans l'art antérieur sont associés à un trou et/ou une cheminée. Leur forme est soit de type plaque d'impact pleine tel que décrit dans les
10 brevets US 5 799 877, FR 2 654 952 et US 4 140 625 en aval d'un venturi, soit celle d'un réceptacle avec cloisons de très faible hauteur tel que décrit dans le brevet WO 9746303. Les inconvénients de ce type de système proviennent du fait que le brise-jet ne couvre pas toute la surface du réacteur et que la partie de solides granulaires située en dessous dudit système de brise-jet aura très peu de chance d'être arrosée
15 par du liquide.

L'art antérieur peut aussi être illustré par les brevets US 3 524 731 et US 3 431 084 et par le brevet US 3 824 080, qui décrit un système de mélange d'une phase gaz et d'une phase liquide présentant un plateau collecteur de la phase liquide, qui les fait converger vers une zone centrale de mélange dans laquelle la phase liquide va
20 entrer en collision avec la phase vapeur. Aucun de ces brevets n'enseigne ou ne suggère un système dispersif permettant une totale utilisation du lit de solide granulaire.

La présente invention constitue une amélioration du dispositif de distribution d'un
25 mélange polyphasique décrit dans la demande de brevet FR 2 807673 qui permet d'alimenter au moins un lit de solide granulaire par au moins une phase gazeuse et au moins une phase liquide, les deux phases étant en écoulement descendant à travers ledit lit de solide granulaire. Pour clarifier les différentes appellations, nous parlerons de dispositif de distribution sans autre qualificatif pour désigner le dispositif
30 de distribution décrit dans le brevet FR 2 807673 et nous parlerons de dispositif de distribution amélioré pour désigner le dispositif de distribution décrit dans le brevet FR 2 807673 et comportant l'amélioration décrite dans la présente demande.

Plus précisément, l'invention concerne un dispositif pour distribuer un mélange
35 polyphasique constitué d'au moins une phase gazeuse et au moins une phase

liquide, ledit mélange étant en écoulement descendant à travers au moins un lit de solides granulaires, et le dit dispositif comportant :

- au moins un plateau (P) situé au-dessus d'un desdits lits de solides granulaires,
- une pluralité de canaux mélangeurs (21) desdites phases liquide et gazeuse, 5 chacun desdits canaux comportant au moins une section de passage supérieure (22) laissant passer la majorité de la phase gazeuse, et au moins une section de passage inférieure (23) permettant la communication du mélange formé à l'intérieur desdits canaux mélangeurs avec un lit de solides granulaires, et lesdits canaux mélangeurs (21) étant pourvus sur au moins une partie de leur hauteur d'une ou de 10 plusieurs sections de passage latérale (26) permettant le passage de la phase liquide et éventuellement d'une mineure partie de la phase gazeuse à l'intérieur des canaux mélangeurs,
- un système dispersif (28) de type brise-jet ayant une porosité contrôlée disposé au 15 dessous de la section de passage inférieure (23) et au-dessus du lit de solides granulaires, on dispose au moins un système dispersif (28) de type brise-jet ayant une porosité contrôlée, le dit dispositif de distribution étant caractérisé en ce que le système dispersif est muni sur une partie au moins de son périmètre de rebords (100) ou (101).

20 L'invention sera mieux comprise au vu des figures parmi lesquelles :

- la figure 1 représente une coupe axiale du dispositif selon l'invention,
- la figure 2 illustre une vue d'ensemble d'un plateau distributeur associé à des tubes de mélange et à un élément dispersif poreux,
- les figures 3 et 4 montrent une vue schématique des systèmes dispersifs poreux 25 munis de rebords associés à un ou plusieurs tubes de mélange percés de fentes ou d'orifices,
- les figures 5, 6, 7 visualisent les zones de faible et forte présence de liquide selon l'art antérieur et selon l'invention.

30 Le ou les lits de solide granulaire seront contenus dans une enceinte réactionnelle , appelé par la suite réacteur, qui comporte de manière générale en suivant le sens d'écoulement des phases, un système d'introduction des phases (non représenté sur la figure1), un dispositif (11) servant à prémélanger les dites phases, un dispositif de distribution amélioré du mélange polyphasique, supporté par un plateau 35 (P), et comportant les éléments (21), (28) et (100) ou (101) situé dans la partie

supérieure de la dite enceinte (E) ou entre deux lits de solide granulaire (13) et (14) de la dite enceinte. Le dispositif de distribution amélioré permet d'alimenter un ou plusieurs lits granulaires (13) et (14). Dans le cas où l'enceinte réactionnelle comporte plusieurs lits granulaires disposés en série le long de la dite enceinte, 5 chacun d'entre eux peut être alimenté par un dispositif de distribution amélioré. Dans le cas le plus général, l'enceinte pourra comporter entre deux lits granulaires consécutifs et en amont du dispositif de distribution amélioré, un système d'introduction d'une fluide auxiliaire gaz ou liquide (16) et un système de mélange (15) dudit fluide auxiliaire avec les phases gaz et liquide issues du lit immédiatement 10 supérieur (13). Un système de mélange (15), souvent appelé dans le contexte de l'invention « boîte de quench », fait l'objet de description détaillée dans d'autres brevets, et notamment la demande de brevet FR 01/06213 de la demanderesse pour sa forme la plus évoluée. Ce système de mélange (15) est entièrement compatible avec le dispositif décrit dans la présente demande. Le dispositif de 15 distribution amélioré de la présente demande, dont la figure 2 donne une illustration schématique sans montrer les rebords, comprend dans sa forme la plus générale :

- 1) au moins un plateau (P) situé au dessus d'un desdits lits de solide granulaire
- 2) une pluralité de canaux mélangeurs (21) de forme sensiblement cylindrique et orientés selon un axe sensiblement vertical, alimentés par lesdites phases liquide 20 et gazeuse, permettant de réaliser leur mélange. Chacun des canaux comporte au moins une section de passage supérieure (22) et au moins une section de passage inférieure (23) permettant la communication du mélange formé à l'intérieur des dits canaux mélangeurs avec un lit de solides granulaires, les dits canaux mélangeurs étant pourvus sur au moins une partie de leur hauteur d'une 25 ou de plusieurs sections de passage latérales (26). La dite section de passage supérieure (22) laisse passer la majorité de la phase gazeuse et les dites sections de passage latérales (26) permettent respectivement le passage de la phase liquide à l'intérieur des canaux mélangeurs et éventuellement d'une mineure partie de la phase gazeuse.
- 3) au moins un système dispersif de type brise-jet (28) situé au dessous de la 30 section de passage inférieure (23) et au dessus du lit de solides granulaires, ce système pouvant être associé à chaque canal mélangeur comme représenté sur la figure 4, être commun à plusieurs canaux mélangeurs comme représenté figure 3, ou encore être commun à l'ensemble des canaux mélangeurs issu d'un plateau 35 (P) comme représenté sur la figure 2. Chaque système dispersif a une géométrie sensiblement plane et horizontale, mais peut avoir un périmètre de forme

quelconque. Il possède une porosité contrôlée et il peut être muni sur une portion au moins de son périmètre de rebords (100) (figure 3) de forme également quelconque, ces rebords pouvant éventuellement avoir eux mêmes une porosité (101) (figure 3).

5

Le système dispersif peut être suspendu au plateau P ou l'extrémité inférieure des canaux mélangeurs.

Les canaux mélangeurs, de forme sensiblement cylindrique et à section
10 pratiquement constante, auront des diamètres compris entre 0,3 et 10 cm et préférentiellement compris entre 1 et 5 cm. Leur hauteur sera comprise entre 100 et 500 millimètres et de préférence entre 250 et 400 millimètres. Le nombre de canaux mélangeurs par unité de section du plateau sera compris entre 1 et 80 canaux par mètre carré, et préférentiellement compris entre 5 et 50 canaux par mètre carré.
15 Dans certains cas, il pourra être intéressant d'aménager au niveau du plateau (P) des orifices de drainage de la phase liquide. La section de passage de l'ensemble de ces orifices sera telle que la fraction de débit de la phase liquide passant par ces orifices de drainage sera inférieure à 10% du débit total de la phase liquide en circulation et de préférence inférieur à 5% du débit total.

20

Il convient de noter que conformément aux figures 3 et 4 l'ensemble des tubes mélangeurs est solidaire du plateau (P) et se prolonge au dessous du plateau (P) d'une distance (z) correspondant à la zone notée (25) sur la figure 4 la valeur de cette distance (z) étant inférieure ou égale à la distance (d) qui sépare l'extrémité
25 inférieure d'un tube mélangeur (23) du système dispersif (28) auquel il est associé. La distance (d) est généralement comprise entre 5 mm et 500 mm.

De plus la distance (D) séparant le système dispersif type brise-jet du lit de solides granulaires situé immédiatement au dessous, est choisie de manière à conserver l'état de mélange des phases gazeuse et liquide autant que possible tel qu'il est en
30 sortie du tube de mélange. Dans la pratique, cette distance (D) sera comprise entre 0 et 500 mm. Les tubes mélangeurs sont surmontés à leur partie supérieure de chapeaux (24) destinés à briser les jets provenant soit de la canalisation d'entrée du liquide dans le réacteur (non représentée sur les figures), soit du lit de solides granulaires supérieur, c'est à dire situé immédiatement au dessus du dispositif de
35 distribution considéré, et à permettre la séparation du gaz et du liquide. Ces chapeaux (24) pourront avoir des formes quelconques, bien connues en soi de l'homme de l'art.

L'entrée de chacune des phases gaz et liquide dans les tubes de mélange peut se faire autant que possible de manière séparée, la phase gaz entrant par les sections supérieures (22) protégées de l'entrée de liquide par les chapeaux (24) et la phase liquide entrant par les sections latérales (26) avec éventuellement une faible fraction de la phase gaz.

5 Les canaux mélangeurs (21) sont munis de sections de passage latérale (26) qui sont des orifices (figure 3) ou des fentes (30 figure 4) de forme quelconque percés à la périphérie des tubes de mélange sur un ou plusieurs niveaux et de préférence sur au moins trois niveaux. Il est important de respecter une distance minimale (h) entre
10 la face supérieure du plateau (P) qui reçoit le liquide, et les orifices situés sur le niveau le plus proche de la dite face supérieure ou, dans le cas de fentes, entre le bas de cette fente et la face supérieure du plateau (P). Cette hauteur (h) sera souvent comprise entre 5 et 250 millimètres et de préférence entre 50 et 100 millimètres. De plus les orifices ou fentes seront percés à la périphérie des tubes de
15 mélange de manière à former dans l'épaisseur de la paroi desdits tubes de mélange, un angle alpha par rapport à l'horizontale dont la valeur pourra varier entre 0 et 60° et de préférence entre 0 et 45°. Cet angle sera avantageusement dirigé vers le bas de manière à favoriser le contact entre la phase liquide entrant par les orifices (26) et la phase gaz entrant par les sections supérieures (22), en imprimant une
20 composante verticale descendante à la dite phase gaz.

Au niveau de l'entrée des phases dans l'enceinte réactionnelle, celle ci peut se faire de manière séparée ou déjà à l'état de prémélange. De manière plus précise, la partie supérieure de l'enceinte réactionnelle (E) schématisée sur la figure 1, peut comporter en amont du lit de solide granulaire (13) un pré-distributeur (11) qui permet
25 d'effectuer un premier mélange imparfait des phases gaz et liquide. Le prémélange des phases gaz et liquide distribué par le dispositif (11) s'écoule de manière descendante jusqu'au premier plateau distributeur (P).

Il convient également de noter que le système dispersif type brise-jet peut être selon les cas associé à chaque tube de mélange (figure 4) individuellement, associé à
30 plusieurs tubes de mélange (figure 3), voire à l'ensemble des tubes de mélange contenus sur un plateau (P). De plus, ces systèmes dispersifs peuvent être étagés selon plusieurs niveaux comme cela est schématisé sur la figure 4.

Dans la demande de brevet FR 2 807673, il a été précisé que la porosité du
35 système dispersif de type brise-jet, définie par le rapport de la surface vide à la surface totale, varie dans un rapport de 2% à 80 %, de préférence d'environ 5% à

50% et le plus souvent d'environ 5% à environ 30%. La gamme de porosité du système dispersif selon l'invention est identique à celle de la demande de brevet FR 2 807 673 et est choisie en fonction des vitesses superficielles des phases gaz et liquide, des masses volumiques et des viscosités de chacune des phases, et de la tension superficielle en relation avec la nature de la surface du système dispersif.

Lorsque les systèmes dispersifs ne se trouvent pas nécessairement dans les mêmes plans horizontaux, la projection sur une section du réacteur des systèmes dispersifs appartenant à des plans différents est telle qu'elle ne fait sensiblement pas apparaître de zone de recouvrement importante et couvre sensiblement la totalité de la section du réacteur. La distance séparant deux plans différents est généralement comprise entre 1 et 250 mm, de préférence entre 5 et 180 mm et plus particulièrement entre 10 et 80 mm. Cette disposition des systèmes dispersifs s'étageant sur plusieurs plans, permet un meilleur écoulement du gaz et une meilleure homogénéisation de ce dernier sur l'ensemble de la section du réacteur. En cas de débit fluctuant de la phase gaz, cet étagement permet aussi une évacuation sans à coup d'un éventuel excédent momentané de ce gaz.

Les systèmes dispersifs peuvent avoir une forme géométrique quelconque, mais seront le plus souvent de forme sensiblement circulaire, rectangulaire ou triangulaire. Ils seront préférentiellement situés dans des plans horizontaux, ou le plus proche possible de plans horizontaux, car cette condition est difficile à réaliser sur des enceintes industrielles dont le diamètre peut atteindre 5 mètres ou plus. L'amélioration proposée permet d'être plus tolérant sur cette contrainte d'horizontalité comme il sera développé plus loin.

Les avantages du dispositif de distribution amélioré par rapport à l'art antérieur peuvent se résumer de la manière suivante :

- a) La relativement faible densité des canaux mélangeurs, préférentiellement de 5 à 50 à canaux par mètre carré, et leur diamètre, préférentiellement compris entre 1 cm et 5 cm, permet d'augmenter les vitesses des phases gaz et liquide à l'intérieur du canal mélangeur et favorise donc le contact et le bon mélange des phases.
- b) Le système dispersif couvrant la quasi totalité de la section du réacteur, permet de répartir ce mélange sur l'ensemble de la section, y compris, compte tenu de la porosité propre du système dispersif, sur les zones de la dite section correspondant à la projection du système dispersif qui ne seraient pas irriguées en l'absence de ladite porosité.

- c) Il a été découvert depuis la date de dépôt de la demande FR 2,807673, que l'adjonction de rebords à une partie au moins des systèmes dispersifs permet d'assurer de manière plus homogène la bonne répartition du mélange des phase gaz et liquide issu des tubes de mélange. En effet, ces rebords vont permettre la
- 5 création d'une certaine rétention du mélange gaz et liquide et garantir que l'ensemble de la porosité du système dispersif soit bien alimentée. Ceci sera particulièrement intéressant sur de grosses unités industrielles dont le diamètre peut atteindre 5 mètres et plus, pour lesquelles il est toujours difficile de garantir une parfaite horizontalité des plateaux (P) et donc des systèmes dispersifs associés.
- 10 Sans de tels rebords, le mélange gaz et liquide arrivant sur un système dispersif pourrait préférentiellement s'écouler sur une certaine portion dudit système, laissant l'autre portion non irriguée.

Les rebords peuvent avoir des hauteurs comprises entre 0,2 et 1 fois le diamètre

15 des canaux et par exemple entre 2 et 50 mm. Ils peuvent avoir eux mêmes une porosité comprise entre 0 et 80 %. Ils peuvent être inclinés ou non par rapport à la verticale, et leur inclinaison sera généralement comprise entre -40° et $+60^\circ$ et préférentiellement entre -30° et $+45^\circ$, ces valeurs d'angle étant repérées par rapport à la verticale, les valeurs positives correspondant à des rebords inclinés vers

20 l'extérieur du système dispersif, et les valeurs négatives correspondant à des rebords rentrant vers l'intérieur du système dispersif. Bien entendu, lorsque des systèmes dispersifs appartenant à des plans horizontaux différents seront munis de rebords, il faudra que la distance séparant ces plans horizontaux soit supérieure à la hauteur des rebords.

- 25 Les rebords pourront concerner une partie seulement des systèmes dispersifs, l'autre partie n'ayant pas de tels rebords. On préférera souvent équiper de rebords les systèmes dispersifs situés sur les plans les plus proches du lit de solide granulaire. Dans certains cas, il pourra même être avantageux qu'un système dispersif donné possède des rebords sur une partie seulement de son périmètre. La
- 30 forme géométrique précise de ces rebords pourra varier, en particulier l'extrémité supérieure des rebords pourra être incurvée. Au voisinage du rebord d'un système dispersif, la porosité du système dispersif sera avantageusement nulle. On entend par voisinage du rebord d'un système dispersif, la zone située à une distance inférieure ou égale à 30 mm du rebord et préférentiellement inférieure ou égale à 20
- 35 mm du rebord.

Une des fonctions de ces rebords et de leur voisinage à porosité nulle, est d'effectuer une retenue vis à vis de certaines impuretés éventuellement contenues dans la charge liquide, particulièrement lorsque celle-ci est constituée d'hydrocarbures lourds tels que des coupes à point d'ébullition supérieur à 350°C, 5 comme cela est le cas dans les unités d'hydrotraitement de coupes lourdes type gazole.

Dans ce cas, la zone de voisinage des rebords se charge progressivement en ces impuretés en évitant de la sorte la contamination du lit de solides granulaires.

10 L'exemple comparatif suivant permettra de bien apprécier les avantages procurés par la présence de rebords. Les mesures réalisées sont des mesures de répartition liquide effectuées dans une section d'un réacteur de diamètre de 600 mm. Elles sont réalisées à l'aide d'un appareil tomographe à rayon gamma qui permet de visualiser les zones de forte présence liquide, en noir sur les figures et les zones de faible 15 présence liquide en blanc ou gris sur les figures 5, 6, 7 (vue de dessous).

Les trois systèmes comparés sont les suivants :

- 1) un système de distribution selon l'art antérieur comportant 7 tubes de mélange de diamètre intérieur 50 millimètres et de hauteur 300 millimètres, mais sans système dispersif.
- 20 2) Un système de distribution selon la demande FR 2,807673 comportant 7 tubes de mélange associé à 3 systèmes dispersifs de type brise jet poreux ayant une porosité comprise entre 10 et 40% et disposés sur un même plan sensiblement horizontal. Le diamètre de chaque système dispersif est environ un tiers du diamètre de l'enceinte.
- 25 3) Un système de distribution amélioré comportant 7 tubes de mélange identiques à ceux du cas précédent, associés à 3 systèmes dispersifs de type brise jet poreux ayant une porosité comprise entre 10 et 40%, et muni de rebords non poreux de hauteur 20 millimètres, sensiblement verticaux selon l'invention.

La phase liquide est constituée d'une coupe hydrocarbure majoritairement en C7 et 30 la phase gaz est constituée par de l'azote. Le rapport volumique des débits de gaz sur le débit de liquide est peut être compris entre 20 et 100 .

Sur la figure 5 (correspondant au système de distribution selon l'art antérieur), on voit très nettement que la répartition du liquide est mauvaise : La trace des 7 tubes de mélange est visible, ce qui indique une forte présence de liquide au droit des 35 sections de sortie de ces tubes de mélange. Sur la figure 6 (correspondant au système de distribution selon la demande FR 2 807 673), le liquide est mieux

distribué puisque l'on ne distingue plus la trace des tubes de mélange. Par contre on note un léger débordement du liquide au niveau des trois systèmes dispersifs dont la trace est encore visible. Sur la figure 7, correspondant à la présente invention, la trace des trois systèmes dispersifs a complètement disparu, ce qui indique une

5 répartition homogène du liquide sur l'ensemble de la section du réacteur. Cette répartition est conservée dans la plage des rapports volumiques des débits de gaz et de liquide exemplifiés.

REVENDICATIONS

- 1- Dispositif pour distribuer un mélange polyphasique constitué d' au moins une phase gazeuse et au moins une phase liquide, ledit mélange étant en écoulement descendant à travers au moins un lit de solides granulaires, et le dit dispositif comportant :
- au moins un plateau (P) situé au-dessus d'un desdits lits de solides granulaires,
 - une pluralité de canaux mélangeurs (21) desdites phases liquide et gazeuse, chacun desdits canaux comportant au moins une section de passage supérieure (22) laissant passer la majorité de la phase gazeuse, et au moins une section de passage inférieure (23) permettant la communication du mélange formé à l'intérieur desdits canaux mélangeurs avec un lit de solides granulaires, et lesdits canaux mélangeurs (21) étant pourvus sur au moins une partie de leur hauteur d'une ou de plusieurs sections de passage latérale (26) permettant le passage de la phase liquide et éventuellement d'une mineure partie de la phase gazeuse à l'intérieur des canaux mélangeurs,
 - un système dispersif (28) de type brise-jet ayant une porosité contrôlée disposé au dessous de la section de passage inférieure (23) et au-dessus du lit de solides granulaires, le dit dispositif de distribution étant caractérisé en ce que le système dispersif est muni sur une partie au moins de son périmètre de rebords (100) ou (101).
- 2- Dispositif selon la revendication 1 dans lequel le système dispersif type brise-jet a une porosité d'environ 2% à environ 80% , de préférence comprise entre 5 et 50 %, et de manière encore préférée comprise entre 5 et 30%.
- 3- Dispositif selon la revendication 1 ou 2 dans lequel on associe un système dispersif type brise-jet à chaque canal mélangeur.
- 4- Dispositif selon la revendication 1 ou 2 dans lequel on associe un système dispersif type brise-jet à plusieurs canaux mélangeurs voisins les uns des autres.

- 5- Dispositif selon la revendication 1 ou 2 dans lequel on associe un système dispersif type brise-jet à l'ensemble des canaux mélangeurs du dispositif de distribution.
- 5 6- Dispositif selon l'une des revendications 1 à 5 dans lequel l'extrémité inférieure des canaux mélangeurs est située à une distance (d) d'environ 5 à 500 millimètres du système dispersif type brise-jet.
- 10 7- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 dans lequel le système dispersif type brise-jet est situé à une distance (D) du lit de solide granulaire, qui est choisie de manière à conserver le mélange formé à l'intérieur des canaux mélangeurs (21) et sortant des dits canaux mélangeurs par les sections de passage inférieures (23), sensiblement dans le même état jusqu'à sa distribution sur le lit granulaire situé en aval.
- 15 8- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 dans lequel la densité des canaux mélangeurs est de 1 à 80 canaux par mètre carré et de préférence de 5 à 50 canaux par mètre carré.
- 20 9- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 dans lequel la section des canaux mélangeurs est sensiblement constante.
- 25 10- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 dans lequel la hauteur des canaux mélangeurs est comprise entre 100 et 500 millimètres et de préférence entre 250 et 400 millimètres.
- 30 11- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 dans lequel les rebords ont un angle par rapport à la verticale compris entre -40° et $+60^\circ$, le signe - correspondant à des rebords rentrant vers l'intérieur du système dispersif et le signe + à des rebords orientés vers l'extérieur du système dispersif.
- 35 12- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 dans lequel la porosité du système dispersif est nulle au voisinage des rebords, voisinage correspondant à une distance du rebord comprise entre 30 et 0 millimètres et préférentiellement entre 20 et 0 millimètre.

- 13- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 12 dans lequel les rebords d'un ou plusieurs systèmes dispersif de type brise-jet ont une hauteur comprise entre 0,2 et 1 fois le diamètre des canaux mélangeurs et avantageusement comprise entre 2 et 50 millimètres et une porosité comprise entre 0 et 80 %.
- 14- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 13 dans lequel les systèmes dispersifs sont étagés sur au moins deux niveaux, ces niveaux étant distants d'une hauteur comprise entre 1 et 250 millimètres, de préférence entre 5 et 180 millimètres et de manière encore préférée entre 10 et 80 millimètres.
- 15- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 dans lequel les orifices ou fentes latérales (26) des canaux mélangeurs (21) sont découpés de manière à présenter dans l'épaisseur des canaux mélangeurs un angle alpha par rapport à l'horizontale dont la valeur est comprise entre 0° et 60° et préférentiellement entre 0° et 40°.
- 16- Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 15 dans lequel les systèmes dispersifs sont disposés sur plusieurs plans et dans lequel les systèmes dispersifs situés sur les plans les plus proches du lit de solide granulaire comprennent lesdits rebords.
- 17- Application du dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 16 à la distribution d'un mélange polyphasique dont la phase gazeuse contient au moins en partie de l'hydrogène.

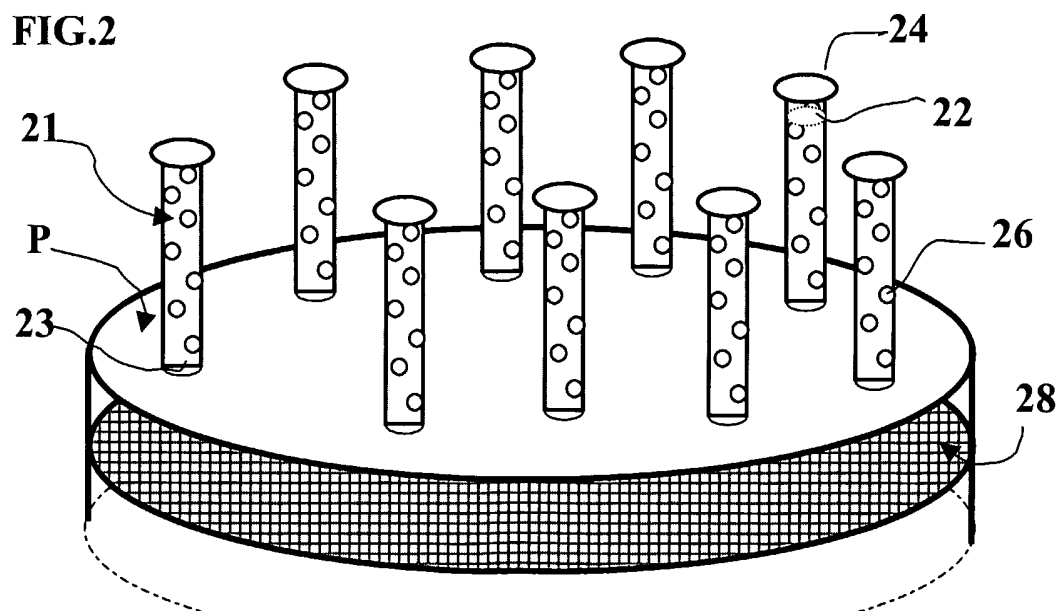
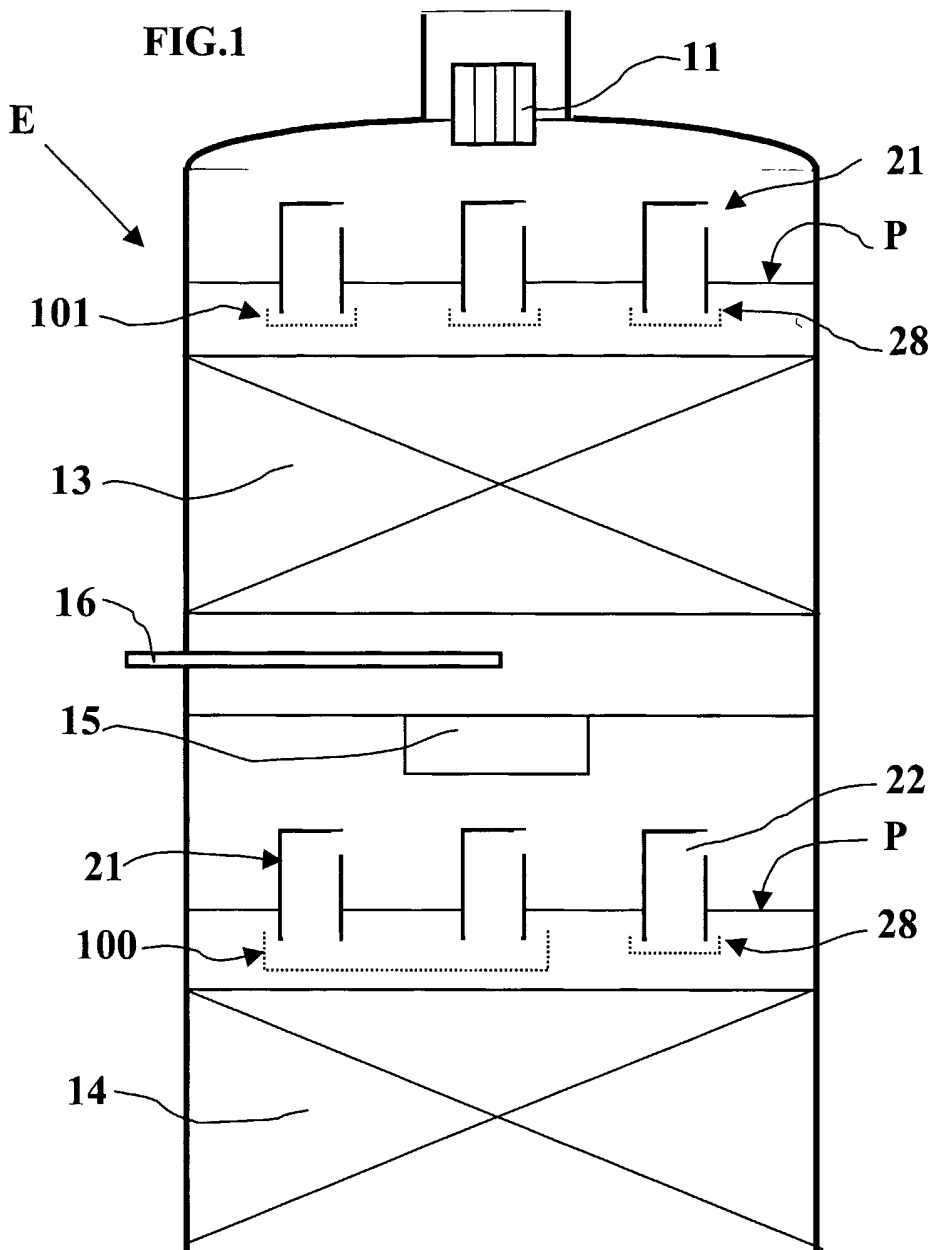


FIG.3

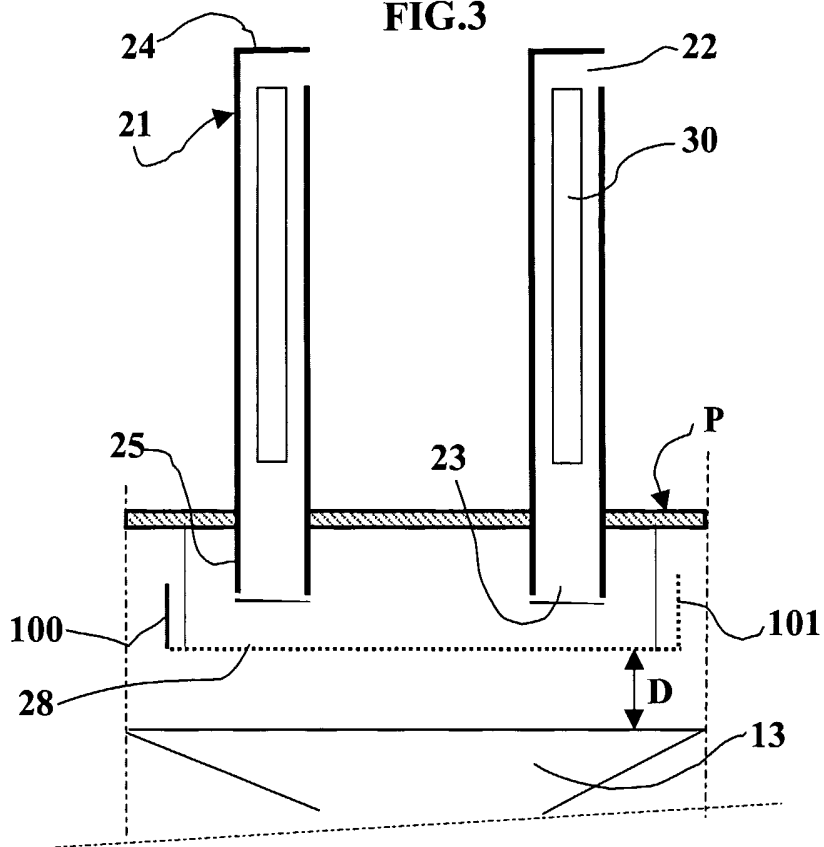
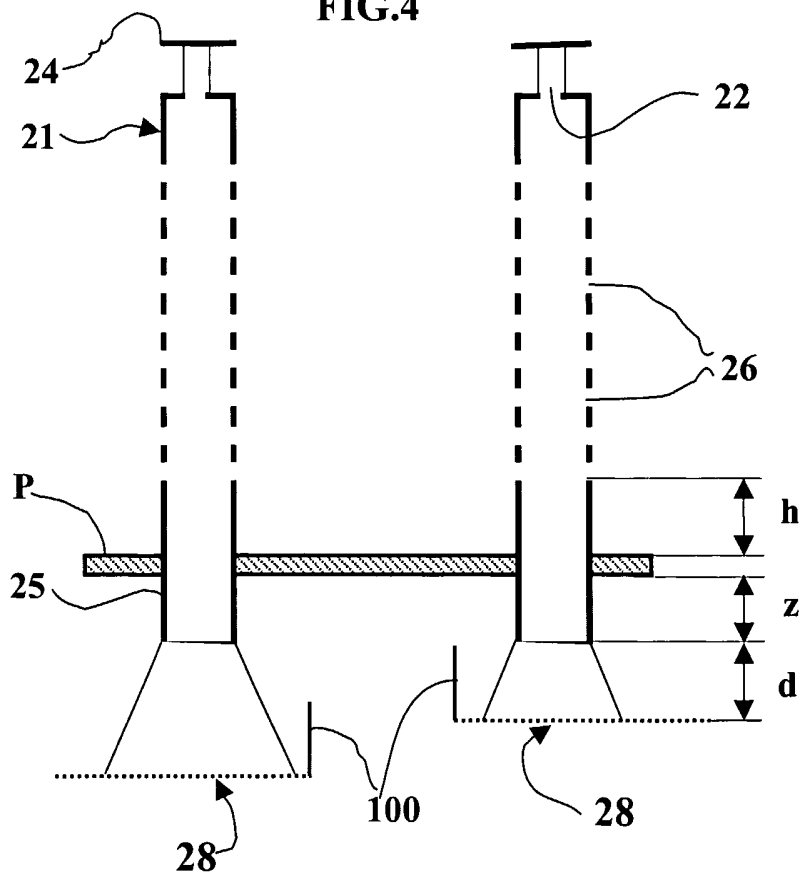


FIG.4



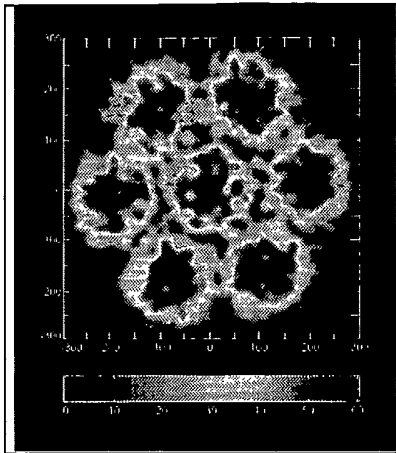


FIG.5

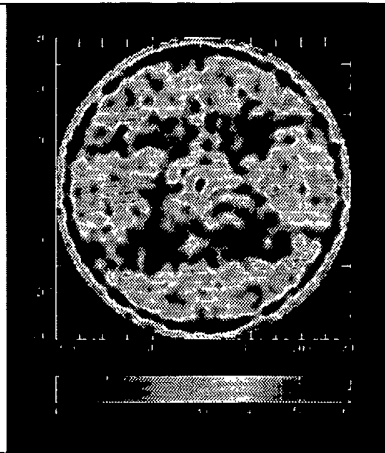


FIG.6

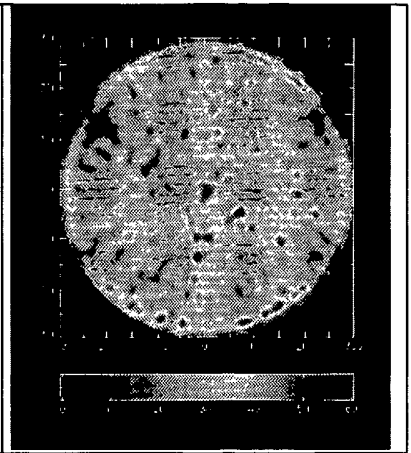


FIG.7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 02/03672

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B01J8/02 B01J8/04 B01D3/00

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)
IPC 7 B01J B01D

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 practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR 2 807 673 A (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 19 October 2001 (2001-10-19) cited in the application the whole document ---	1-17
A	WO 97 46303 A (FLUOR CORPORATION) 11 December 1997 (1997-12-11) cited in the application page 20, line 19 -page 21, line 19; claim 1; figure 6B -----	1

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in 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 document 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

13 February 2003

Date of mailing of the international search report

21/02/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Bertram, H

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 02/03672

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2807673	A	19-10-2001	FR 2807673 A1	19-10-2001
			CA 2343845 A1	17-10-2001
			EP 1147809 A1	24-10-2001
			JP 2001347158 A	18-12-2001
			US 2001055548 A1	27-12-2001

WO 9746303	A	11-12-1997	US 5989502 A	23-11-1999
			AU 3289997 A	05-01-1998
			EP 0907399 A1	14-04-1999
			KR 2000016285 A	25-03-2000
			US 2002039547 A1	04-04-2002
			WO 9746303 A1	11-12-1997
			US 6098965 A	08-08-2000
			US 6508459 B1	21-01-2003
US 6338828 B1	15-01-2002			

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Den : Internationale No

PCT/FR 02/03672

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 7 B01J8/02 B01J8/04 B01D3/00		
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) CIB 7 B01J B01D		
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 réalisable, termes de recherche utilisés)		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 807 673 A (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 19 octobre 2001 (2001-10-19) cité dans la demande le document en entier ---	1-17
A	WO 97 46303 A (FLUOR CORPORATION) 11 décembre 1997 (1997-12-11) cité dans la demande page 20, ligne 19 -page 21, ligne 19; revendication 1; figure 6B -----	1
<input 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	*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	
E document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date	*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	
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)	*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	
O document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens	*&* document qui fait partie de la même famille de brevets	
P document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale	
13 février 2003	21/02/2003	
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, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Fonctionnaire autorisé Bertram, H	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Derri Internationale No
PCT/FR 02/03672

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2807673	A	19-10-2001	FR 2807673 A1	19-10-2001
			CA 2343845 A1	17-10-2001
			EP 1147809 A1	24-10-2001
			JP 2001347158 A	18-12-2001
			US 2001055548 A1	27-12-2001
WO 9746303	A	11-12-1997	US 5989502 A	23-11-1999
			AU 3289997 A	05-01-1998
			EP 0907399 A1	14-04-1999
			KR 2000016285 A	25-09-2000
			US 2002039547 A1	04-04-2002
			WO 9746303 A1	11-12-1997
			US 6098965 A	08-08-2000
			US 6508459 B1	21-01-2003
			US 6338828 B1	15-01-2002