

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 4.

N° 963.758

Synthèse des hydrocarbures.

Société dite : STANDARD OIL DEVELOPMENT COMPANY résidant aux États-Unis d'Amérique.

Demandé le 23 mars 1948, à 13^h 53^m, à Paris.

Délivré le 12 janvier 1950. — Publié le 20 juillet 1950.

(Demande de brevet déposée aux États-Unis d'Amérique le 12 juin 1947, au nom de M. William J. Marrow. — Déclaration du déposant.)

La présente invention a trait à la transformation catalytique d'oxydes de carbone et d'hydrogène pour constituer des produits synthétiques de valeur. Elle a plus particulièrement trait à un procédé perfectionné d'utilisation et de conditionnement de catalyseurs finement divisés possédant une activité et une sélectivité élevées pour la formation d'hydrocarbures normalement liquides dans la transformation catalytique d'oxyde de carbone et d'hydrogène par application de la technique dite des solides-fluides.

La production synthétique d'hydrocarbures liquides à partir de mélanges gazeux renfermant des proportions diverses d'oxyde de carbone et d'hydrogène est déjà connue et on a décrit de nombreux catalyseurs renfermant généralement un métal du groupe du fer qui sont particulièrement actifs pour provoquer les réactions désirées dans certaines conditions opératoires préférées. Par exemple, le cobalt, porté sur un support inerte, est utilisé lorsqu'on applique des pressions relativement basses (atmosphériques jusqu'à environ 5 atmosphères) et de basses températures (environ 190-218° C.) dans la fabrication d'un produit hydrocarboné sensiblement saturé, alors qu'aux températures plus

élevées (environ 232-400° C.) et aux pressions plus élevées (environ 5-25 atmosphères et davantage) nécessaires pour la production de produits non saturés et à chaîne ramifiée ayant une grande valeur anti-détonnante des catalyseurs du type au fer conviennent mieux.

Dans les deux cas, la réaction est fortement exothermique et l'efficacité du catalyseur décroît graduellement au cours de la réaction surtout à cause du dépôt de produits de transformation non volatils, tels que le carbone, la paraffine et similaires, sur le catalyseur.

La nature extrêmement exothermique et la sensibilité aux hautes températures de la réaction de synthèse et la désactivation relativement rapide du catalyseur ont abouti, dans ces dernières années, à l'application de la technique dite des fluides-solides dans laquelle le gaz de synthèse est mis en contact avec un lit turbulent de catalyseur finement divisé fluidifié par les produits et réactifs gazeux. Cette technique permet de renouveler le catalyseur d'une manière continue et a beaucoup amélioré la dissipation de la chaleur et le réglage de la température.

Toutefois, l'adaptation de la synthèse des

hydrocarbures à la technique des solides-fluides a rencontré des difficultés sérieuses, surtout en ce qui concerne les dépôts sur le catalyseur, et leurs efforts néfastes sur les caractéristiques de fluidification et la résistance mécanique du catalyseur.

Comme on l'a dit plus haut, pour réaliser la synthèse des hydrocarbures, il est nécessaire d'utiliser des catalyseurs du type au fer. Ces catalyseurs sont typiques d'un groupe de catalyseurs qui combinent une forte activité de synthèse et une sélectivité élevée à l'égard de produits normalement liquides et qui présentent une forte tendance à carboniser pendant la réaction de synthèse, c'est-à-dire, à former des dépôts fixes de carbone ou ressemblant au coke sur le catalyseur, lesquels ne peuvent pas être facilement retirés par les procédés classiques de régénération de catalyseurs de synthèse, tels que l'extraction, la réduction, le traitement à la vapeur ou similaires.

Ces dépôts de carbone, si on les laisse s'accumuler, affaiblissent la structure du catalyseur et amènent une désagrégation rapide du catalyseur surtout dans l'opération fluide. La réduction de la densité réelle du catalyseur résultant de sa forte teneur en carbone à faible densité, conjointement avec la désagrégation rapide des particules du catalyseur, fait dilater le lit fluidifié du catalyseur, réduisant ainsi la concentration du catalyseur et il en résulte finalement la perte du lit de catalyseur étant donné qu'il devient impossible de maintenir le catalyseur en une phase dense dans des conditions de fluidification par ailleurs semblables. Avec ces changements dans les caractéristiques du lit fluide, le transfert de chaleur dans le lit diminue nettement, ce qui favorise ainsi la progression de la carbonisation et accélère la détérioration des caractéristiques de fluidité du lit.

D'habitude, ces conditions deviennent suffisamment sérieuses pour qu'il soit nécessaire d'arrêter l'opération afin de renouveler le catalyseur, à moins que la distribution des dimensions particulières du catalyseur carbonisé puisse être maintenue environ comme suit :

0-20 microns, moins de 20 %;

20-40 microns, moins de 20 %;

40-80 microns, moins de 25 %;

80 + microns, moins de 35 %.

55

(Toute matière de dimensions inférieures à 150 microns.)

Quand la quantité des fines de catalyseur de moins de 20 microns s'élève sensiblement à plus de 20 %, et se rapproche de 40-50 % environ, les difficultés indiquées ci-dessus se produisent. Par contre, on peut rétablir des conditions convenables de fluidification en ajoutant à la masse du catalyseur se fluidifiant médiocrement une proportion appropriée de particules de catalyseur à dimensions convenables, afin de se rapprocher davantage d'une distribution à dimensions favorables du type indiqué ci-dessus.

La présente invention, dans son aspect plus particulier, a trait à un procédé perfectionné pour maintenir des conditions favorables de fluidification en réglant convenablement la distribution des dimensions particulières dans une réaction de synthèse utilisant des catalyseurs fluidifiés de synthèse à forte tendance à se carboniser, en particulier, les catalyseurs de ce type, à base de fer.

Suivant la présente invention, les particules de catalyseur de petites dimensions indésirables, en particulier les fines de dimension de moins de 20 microns, sont séparées de la masse du catalyseur, agglomérées par des moyens mécaniques, de préférence, une vis de compression à grande vitesse, et on leur donne des dimensions telles, qu'après frittage ou une fusion légère, ces particules aient des dimensions et une résistance structurale qui soient éminemment propres à la fluidification. On obtient les dimensions voulues des particules par éutriation, tamisage, etc. Les particules de catalyseur reconstituées de cette façon sont alors renvoyées à l'appareil de réaction de synthèse en proportions appropriées pour permettre de maintenir la distribution particulière de dimensions désirées.

Les fines de catalyseur, destinées à être reconditionnées suivant cette invention, peuvent être soit retirées de l'appareil de réaction de synthèse et/ou de stades quelconques de décarbonisation et de réactivation utilisées dans le procédé. On peut pratiquer l'agglomération en présence ou en l'absence

de dépôts carbonés de catalyseur. D'une manière tout à fait générale, on peut dire, toutefois, que l'agglomération mécanique des fines de catalyseur est grandement facilitée par la présence de matières carbonées et il peut être même désirable d'ajouter de petites quantités de liants carbonés, tels que du noir de carbone, de la poix, de l'asphalte, ou similaires, dans les cas où l'agglomération des fines récupérées ne s'effectue pas facilement.

Chaque fois que l'agglomérat renferme des quantités sensibles de matières carbonées, soit sous forme de dépôts de carbone produits au cours de la réaction de synthèse, soit sous forme de liants ajoutés, il peut être désirable de soumettre l'agglomérat calibré à un traitement d'oxydation à haute température à l'aide d'un gaz oxydant relativement faible tel que l'air, dilué de préférence avec du CO₂, de la vapeur ou similaire, afin de brûler la matière carbonée en excédent. Ce traitement d'oxydation peut simultanément aider le frittage et/ou la fusion qui est désirable pour augmenter la résistance structurale des particules reconstituées. On peut faire suivre le traitement d'oxydation par un traitement de réduction, de préférence avec de l'H₂, si on le désire.

Le frittage ou la fusion, en présence ou en l'absence d'un gaz oxydant, est effectué de préférence à des températures suffisamment élevées pour provoquer au moins une déformation superficielle des agglomérés calibrés. Des températures de l'ordre de 760-871° C. conviennent dans ce but dans le cas de la plupart des catalyseurs de synthèse du type au fer. De cette façon, on produit des particules de catalyseur robustes convenablement calibrées et sensiblement débarrassées de carbone, qu'il est possible de renvoyer à l'appareil de réaction de synthèse afin d'y régler à nouveau la distribution des dimensions particulières.

Le traitement d'oxydation et/ou de frittage peut s'effectuer dans des appareils classiques tels que des fours rotatifs, dans des lits fixes ou en mouvement, en forçant les particules agglomérées et calibrées à travers une flamme telle qu'une flamme O²-CH₄, ou en forçant un gaz oxydant à travers une masse fluidifiée des particules agglomérées.

Le re-conditionnement selon l'invention peut être réalisé par intermittence ou d'une manière continue suivant la vitesse de désaggrégation du catalyseur et de détérioration du lit fluide dans l'appareil à réaction.

L'objet et la nature de l'invention ayant été exposés, elle sera mieux comprise par la description qui va en être faite avec le dessin annexé à l'appui, la figure unique étant un diagramme d'une installation propre à réaliser une forme d'exécution préférée de l'invention.

Sur le dessin, l'installation représentée comprend essentiellement un appareil classique de réaction de synthèse fluide 10, un régénérateur de catalyseur 70, une vis de compression à grande vitesse 30, une zone de frittage 40 et une zone de réduction 60 dont les fonctions et l'action conjointe vont être expliquées ci-après en tant que s'appliquant au re-conditionnement d'un catalyseur de synthèse à base de fer se carbonisant fortement. Il doit être entendu, toutefois, que d'autres catalyseurs de synthèse susceptibles de se carboniser fortement peuvent être traités d'une manière sensiblement analogue.

En fonctionnement, l'appareil de réaction de synthèse 10 renferme un catalyseur de synthèse finement divisé à base de fer d'une composition quelconque connue dans la technique de la synthèse des hydrocarbures, par exemple une cendre de pyrites activée avec environ 1,5 % de fluorure de potassium. Au début de l'opération, la masse du catalyseur fluidifié présente, de préférence, une distribution de dimensions particulières bien fluidifiées, comme indiqué plus haut. Le mélange de gaz de synthèse présentant un rapport molaire d'hydrogène à oxyde de carbone qui peut varier dans les limites approximatives de 0,5 à 3 : 1 est introduit par la conduite 7 sous une pression de synthèse de, par exemple, environ 5-50 atmosphères, de préférence environ 10-20 atmosphères, et pénètre dans l'appareil de réaction 10 de synthèse par un dispositif de distribution tel qu'une grille 3 disposée dans le fond de l'appareil à réaction. La vitesse superficielle du gaz qui entre dans l'appareil de réaction 10 est réglée entre les limites approximatives de 9 cm. à 3 m., de préférence de 15 cm. à 90 cm. par seconde, afin de maintenir le ca-

5 talyseur dans l'appareil de réaction 10 sous forme d'une masse dense, fortement turbulente, fluidifiée, présentant un niveau supérieur (L 10) bien défini, dont la hauteur
 10 est surtout fonction de la quantité et de la densité du catalyseur et de la vitesse et de la viscosité du gaz synthétique. Dans ces conditions, la zone de catalyseur en dessous du niveau (L 10) peut présenter une densité
 15 apparente d'environ 240 à 2.400 kg./m³, tandis que la densité du catalyseur dans la zone au-dessus du niveau (L 10), qui sert de zone de dégagement du catalyseur, peut présenter une valeur aussi faible que
 0,8 kg./m³.

Grâce à l'échange et au transfert de chaleur excellents qui s'effectuent dans la masse du catalyseur fluidifié maintenue dans l'appareil de réaction 10 dans les conditions indiquées, la température de la réaction peut
 20 généralement être réglée à quelques degrés centigrades près au niveau de température désiré. Pour les catalyseurs à base de fer du type indiqué, ce niveau de température est
 25 compris entre environ 260 et 426° C., de préférence, entre environ 288 et 370° C. On peut retirer la chaleur en excédent de la réaction exothermique, et ajouter la chaleur nécessaire pour mettre le procédé en train par
 30 n'importe quel moyen classique (non représenté).

Des produits gazeux et vaporeux de la réaction ainsi que des gaz n'ayant pas réagi et renfermant de petites proportions de particules de catalyseur entraînées, dans les
 35 gammes de dimension plus petites, sont retirés par en haut du niveau (L 10) et peuvent passer dans un séparateur de gaz et de solides d'efficacité modérée tel qu'un séparateur cyclone 12 dans lequel sont séparées les
 40 particules entraînées de catalyseur de, par exemple, 20 à 40 microns. Ces particules peuvent être renvoyées par la conduite 14 au lit fluidifié en dessous du niveau (L 10). Les gaz et les vapeurs ne contenant maintenant
 45 que des fines de catalyseur de dimensions non fluidifiables quittent le séparateur 12 par le conduit 16, sont débarrassés, dans le séparateur de grande efficacité 18, des fines de catalyseur et passent de là dans un dispositif classique (non représenté) de récupération des produits. Les fines séparées dans

le séparateur 18 subissent un traitement ultérieur conforme à la présente invention, ainsi qu'il apparaîtra ci-après. 55

Revenant maintenant à l'appareil de réaction 10, de grandes quantités de carbone se forment pendant la réaction qui, comme déjà dit, se déposent sur le catalyseur et le font se désagréger rapidement pour former des
 60 fines de catalyseur de dimensions non fluidifiables, par exemple, en dessous de 20 microns. Par exemple, après 100 heures de fonctionnement, pas moins de 50 kg. de carbone peuvent se déposer sur chaque 100 kg. de catalyseur et la concentration de fines de catalyseur de dimensions de moins de 20 microns peut dépasser environ 40 % en poids. La présente invention est destinée à surmonter cette difficulté. 70

Afin de maintenir les fines de moins de 20 microns dans des proportions moindres qu'environ 10-20 % en poids du catalyseur total, au moins une quantité prépondérante de fine de catalyseur de dimension de moins
 75 de 20 microns, formées par désagrégation, passe d'une façon continue par la partie supérieure au niveau (L 10) avec les gaz et vapeurs de réaction aux vitesses d'écoulement préférées indiquées plus haut, et est
 80 séparée dans le séparateur 18 à grande efficacité. Les fines carbonisées, séparées, sont retirées de la partie inférieure du séparateur 18 par la conduite 22 qui peut affecter la forme d'un tuyau montant classique aéré
 85 par un ou plusieurs branchements 23. Les fines passent sous la pression du tuyau montant 23, dans la conduite 25 et, de là, dans une vis du type à compression à grande vitesse où les fines peuvent être agglomérées
 90 et être amenées à des dimensions particulières convenables à sensiblement la température à laquelle elles sont retirées de l'appareil à réaction 10, de la façon suivante : on fait passer les fines de catalyseur par une
 95 vis du type à compression à grande vitesse qui, de préférence, affecte la forme d'une pompe hélicoïdale classique. Les conditions opératoires de la pompe à vis peuvent être comme suit : vitesse d'environ 500-1.500
 100 tours minute, de préférence 1.000-1.300 tours, température jusqu'à environ 482° C, de préférence la température de l'appareil à réaction 10, et une différence de pression

entre l'entrée et la sortie de la pompe d'environ 1,7 à 7 kg/cm². Dans ces conditions, il est possible d'agglomérer les fines en particules d'environ 100-500 microns, suivant leur teneur en carbone. Les particules de moins de 50 microns peuvent être séparées par élutriation ou tamisage dans un appareil classique approprié indiqué schématiquement en 31.

10 Les particules agglomérées et calibrées sont retirées du dispositif 31 par la conduite 32 et on les fait passer par un moyen quelconque approprié, comme, par exemple, par un tuyau montant, un transporteur à vis

15 ou une trémie d'alimentation sous pression, dans une zone de frittage 40 dans laquelle elles sont soumises à une température élevée suffisante pour provoquer un frittage au moins superficiel des particules. Des températures d'environ 650-870° C conviennent au catalyseur au fer dont il est question ici. Comme il est indiqué dans le dessin, la zone de frittage 40 est établie sous la forme d'un

25 appareil de réaction « fluide » contenant une masse dense, turbulente de particules de catalyseur fluidifiées par un gaz pénétrant par la conduite 43 à travers la grille 45. Les conditions de fluidification peuvent être les mêmes que celles indiquées en relation avec l'appareil de réaction 10. Dans le cas de particules de catalyseur renfermant du carbone amenées par la conduite 32, la chaleur nécessaire au frittage peut être engendrée en fournissant un gaz oxydant tel que

30 de l'air ou de l'air dilué avec de l'oxyde de carbone ou de la vapeur, afin d'enlever le carbone sur les particules du catalyseur par brûlage et d'engendrer de la chaleur par combustion. En même temps, la teneur en

40 carbone des particules du catalyseur peut être réduite, de cette façon, à un niveau désiré, par exemple, sensiblement moins de 20 % en poids. Si la teneur en carbone des particules du catalyseur n'est pas suffisante pour fournir la chaleur nécessaire au frittage, un gaz combustible tel que des gaz d'hydrocarbures provenant du stade de synthèse, gaz de queue de synthèse ou similaires, peuvent être admis en proportions

50 convenables avec le gaz oxydant. Le gaz oxydant épuisé est enlevé à la partie supérieure et rejeté par la conduite 47.

Les particules concrétionnées de dimensions fluidifiables, par exemple, de dimensions moyennes d'environ 40-100 microns, sont retirées en direction descendante de la zone 40 par la conduite 49 qui peut affecter la forme d'un tuyau montant aéré par un ou plusieurs branchements 51. Les particules ainsi retirées, après avoir été refroidies, si on le désire, à la température de l'appareil de réaction 10 ou au-dessous de cette température, peuvent être suspendues directement dans le gaz frais de synthèse s'écoulant par la conduite 1 ou dans une

60 conduite de recyclage du gaz de queue (non représentée) et renvoyées au bas de l'appareil de réaction 10 en proportions convenables pour donner dans l'appareil de réaction 10 la distribution originale, ou toute

70 autre distribution appropriée, de dimensions fluidifiables.

Si on le désire, on peut faire passer par la conduite 53 une certaine proportion ou la totalité des particules de catalyseur, retirées de la zone de frittage 40, vers une chambre de réduction 60 dans laquelle on peut réduire les particules du catalyseur à n'importe quel

75 degré désiré et un procédé classique quelconque. Ainsi qu'il est représenté sur le dessin, la chambre 60 fonctionne comme

80 appareil de réaction fluide, semblable à celui de la zone de frittage 40, un gaz réducteur tel que l'hydrogène étant admis par la conduite 62. La chaleur nécessaire par la réaction de réduction, laquelle peut être effectuée à des températures d'environ 370-760° C, peut être fournie facilement sous

85 forme de chaleur sensible des particules de catalyseur retirées à la température de frittage plus élevée de la zone de frittage 40 et sous forme de chaleur de préchauffage du gaz réducteur, absorbée de préférence par

90 échange de chaleur avec les gaz perdus venant de la zone de frittage 40. Les gaz épuisés de réduction quittent l'installation par la conduite 65. Les particules réduites de catalyseur peuvent être retirées par la

95 conduite 67 d'une façon semblable à celle du tuyau montant 49 et être renvoyées par la conduite 1 ou suspendues dans le gaz de recyclage pour aller à l'appareil de réaction 10 de synthèse.

Dans l'opération de la synthèse d'hydro-

carbures utilisant la technique des solides fluides, il est habituellement désirable de soumettre toutes les particules de catalyseur à un traitement de régénération par des gaz oxydants, de l'hydrogène et/ou de la vapeur, d'une manière continue ou intermittente afin de régler la teneur en carbone et/ou l'activité du catalyseur. Dans ce but, on peut retirer du catalyseur fluidifié directement de la zone dense de l'appareil de réaction 10 et le faire passer, par la pesanteur, ou par tout autre moyen approprié, par la conduite 69 vers un régénérateur 70 que l'on peut faire fonctionner, comme indiqué sur le dessin, sous forme d'appareil à réaction « fluide » d'une façon semblable à celle indiquée au sujet des chambres 10 et 10. Un gaz régénérateur, tel que de l'air, peut être amené par la conduite 72 et la grille 71 vers la partie inférieure du régénérateur 70 afin de fluidifier et de régénérer le catalyseur.

Le catalyseur régénéré peut être retiré du régénérateur 70 par la partie inférieure par un tuyau montant 76, aéré par un ou plusieurs branchements 78 et renvoyé directement, après refroidissement si on le désire, par la conduite 1, à l'appareil de réaction 10; on peut encore faire passer le catalyseur régénéré du tuyau montant 76 par la conduite 80 à la chambre de réduction 60 afin de le réduire, ainsi qu'il a été décrit précédemment et, de là, on peut le renvoyer à l'appareil de réaction 10, ainsi que décrit ci-dessus.

Le catalyseur, amené par la conduite 69 au régénérateur 70, contiendra une proportion sensible de fines de faibles dimensions particulières indésirables et des quantités nouvelles de telles fines peuvent se former dans le régénérateur 70. Afin de récupérer ces fines pour le procédé, le gaz de régénération usé portant ces fines est retiré à la partie supérieure à partir du niveau (L70) et on le fait passer, par la conduite 82, à un séparateur 84 de gaz-solides de grande efficacité. Les gaz de régénération épuisés, débarrassés des fines de catalyseur, quittent l'installation par la conduite 85.

Les fines de catalyseur séparées dans le séparateur 84 sont retirées en direction descendante par le tuyau montant 86 aéré par un ou plusieurs branchements 88, et on les

fait passer par la conduite 25 à la vis de compression 30. Ces fines sont traitées pratiquement de la même manière que celle qui a été indiquée pour les fines de catalyseur retirées du séparateur 18. Toutefois, la teneur en carbone des fines retirées du séparateur 84 est habituellement plutôt faible et il peut être désirable, dans ce cas, d'ajouter une petite proportion, par exemple environ 1 à 10 % en poids de ces fines, de liants carbonés tels que du noir de carbone ou de la poix, afin d'accélérer le procédé d'agglomération.

Comme indiqué précédemment, on peut effectuer le calibrage des agglomérats produits par la vis de compression 30, dans un dispositif séparé, par des moyens classiques indiqués sommairement en 31. Par exemple, l'agglomérat peut être élué en 31, les fines indésirables ainsi séparées étant, de préférence, renvoyées par la conduite 91 au cyclone 91 pour un traitement ultérieur.

L'installation représentée sur le dessin est susceptible d'être modifiée de plusieurs façons. Au lieu de se servir de tuyaux montants 92, 49, 67, 69, 76 et/ou 86, d'autres moyens classiques pour le transport des solides fluidifiés, tels que des transporteurs mécaniques, des trémies d'alimentation sous pression ou similaires, peuvent être utilisés. La vis de compression 30 peut être remplacée par d'autres moyens à pression mécanique appropriés, tel que des rouleaux de compression ou similaires. Au lieu de renvoyer les particules de catalyseur régénérées et/ou reconditionnées sous forme d'une suspension diluée par la conduite 1 d'alimentation de gaz de synthèse vers l'appareil à réaction 10, l'installation peut être prévue pour permettre le retour direct de ces catalyseurs, par exemple par la pesanteur. Il est entendu que, quand on opère comme indiqué sur le dessin, la pression au fond des tuyaux montants 49, 67 et 76 doit être au moins aussi élevée que la pression sur la conduite 1 de façon à permettre l'écoulement des solides. Si on le désire, et particulièrement dans un cas où la désagrégation du catalyseur est devenue excessive, le catalyseur peut être retiré de l'appareil à réaction 10 par la conduite 92 et on le fait passer directement par la conduite 25 à la vis de compression 30

afin d'y être reconstitué et être reconditionné dans les stades subséquents du système. D'autres variantes pourraient venir à l'idée de techniciens sans pour cela s'écarter de l'esprit de l'invention.

On a particulièrement décrit la présente invention, à titre d'exemple, comme s'appliquant au reconditionnement d'un catalyseur de synthèse déterminé au fer. Il sera entendu, toutefois, que l'invention n'est pas limitée à cette seule application. Des modes opératoires analogues à celui des exemples ci-dessus, peuvent être conçus; pour reconditionner d'autres catalyseurs de synthèse, tels que l'oxyde de fer rouge ou magnétite fritté, réduit, contenant environ 1,5 % d'alumine, tous deux activés avec de petites proportions d'activants à base de métal alcalin ou d'autres types de catalyseurs ayant tendance à se carboniser et à se désagréger; pour produire des matières de dimensions appropriées, d'une manière tout à fait générale, à partir de substances naturelles ou artificielles; pour provoquer une distribution améliorée d'agents activants, stabilisants ou autres agents d'addition dans les matières de base; et pour produire ou maintenir d'une manière tout à fait générale des particules du type sphérique, etc.

Quoique la description ci-dessus et les opérations données à titre d'exemple aient servi à expliquer des applications particulières et des résultats de l'invention, d'autres formes de réalisations, évidentes pour les spécialistes de cette technique, sont comprises dans la portée de la présente invention.

RÉSUMÉ.

Procédé de production ou de conditionnement de particules solides ou de catalyseurs de dimensions propres à la fluidification et de résistance structurale suffisante pour la fluidification à partir de fines solides de dimensions inférieures aux dimensions propres à la fluidification, caractérisé par les points suivants, séparément ou en combinaisons :

1° On agglomère lesdites fines au moyen d'une compression mécanique, on sépare l'agglomérat par dimensions de particules, et on concrétionne les particules ainsi calibrées

à la température voulue pour effectuer la concrétion et former des particules de dimensions fluidifiables;

2° La compression mécanique est effectuée par une vis de compression à grande vitesse;

3° Les fines sont agglomérées en présence d'un liant carboné;

4° On maintient une distribution de particules solides ou de catalyseur de dimensions fluidifiables dans un lit fluidifié, dense, turbulent, de solides finement divisés, en retirant de ce lit les fines solides présentant des dimensions particulières en dessous de la gamme fluidifiable, en agglomérant lesdites fines par pression mécanique, en calibrant l'agglomérat, en concrétionnant les particules calibrées à une température appropriée pour former des particules de dimensions fluidifiables, et en renvoyant les particules concrétionnées audit lit selon des proportions propres à établir ladite distribution de particules de dimensions fluidifiables;

5° Le catalyseur est un catalyseur à base de fer;

6° Le catalyseur est un catalyseur de synthèse fortement actif et sélectif, présentant une forte tendance à la carbonisation;

7° Les fines renferment du carbone et les particules calibrées sont soumises à un traitement oxydant destiné à retirer le carbone avant leur retour audit lit;

8° On soumet les particules retirées du lit fluidifié à un traitement de régénération avant l'agglomération;

9° Les particules oxydées sont soumises à un traitement de réduction;

10° Le traitement d'oxydation est effectué à une température de frittage afin de combiner les traitements d'oxydation et de frittage en un seul procédé;

11° La séparation des particules par dimensions suit le traitement par agglomération;

12° Ladite séparation consiste en une élimination ou un passage au tamis;

13° La distribution des dimensions particulières est réglée de telle sorte que le lit contient moins de 20 % de fines de catalyseur présentant des dimensions particulières de moins de 20 microns;

14° On fait fonctionner la vis de compression à une vitesse d'environ 500-1500 tours/

minute, à une température semblable à celle dudit lit, et avec une différence de pression entre l'entrée et la sortie de la vis, d'environ 1,7-7 kg/cm² ;

- 5 15° L'agglomérat présente des dimensions particulières prédominantes d'environ 100-500 microns avant le frittage, et d'environ 40-100 microns après le frittage ;

16° Les constituants de l'agglomérat pré-

sentant des dimensions particulières de 10 moins d'environ 50 microns sont séparés de l'agglomérat avant le frittage et renvoyés auxdits moyens à pression mécanique.

Société dite :
STANDARD OIL DEVELOPMENT COMPANY.

Par procuration :
SIMONNOT, RENUX, BLENDILL et POIR.

