

ORGANISATION AFRICAINE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE
(O.A.P.I.)

19



11

N° 11060

51 Inter. Cl.⁶

C10M 175/00
B01D 1/02

12 BREVET D'INVENTION

21 Numéro de dépôt: 9900121

22 Date de dépôt: 11.06.1999

30 Priorité(s): FRANCE
13.12.1996 N° 96 15380

24 Délivré le: 29.12.1999

45 Publié le: 07 MARS 2003

73 Titulaire(s):

Société dite : SOCIETE TUNISIENNE DE
LUBRIFIANTS - SOTULUB
Les Berges du Lac -
Zone Nord, Lot. "A"
TUNIS (TN)

72 Inventeur(s):

1- BOUFAHJA Med Ali
8 rue Sabil - Ras Jabel 7070
GOUVERNORAT DE BIZERTE (TN)
2- JAAFAR Abdelhafidh (TN)
3- MEZIOU Salah (FR)
4- OUAZZANE Achour (TN)

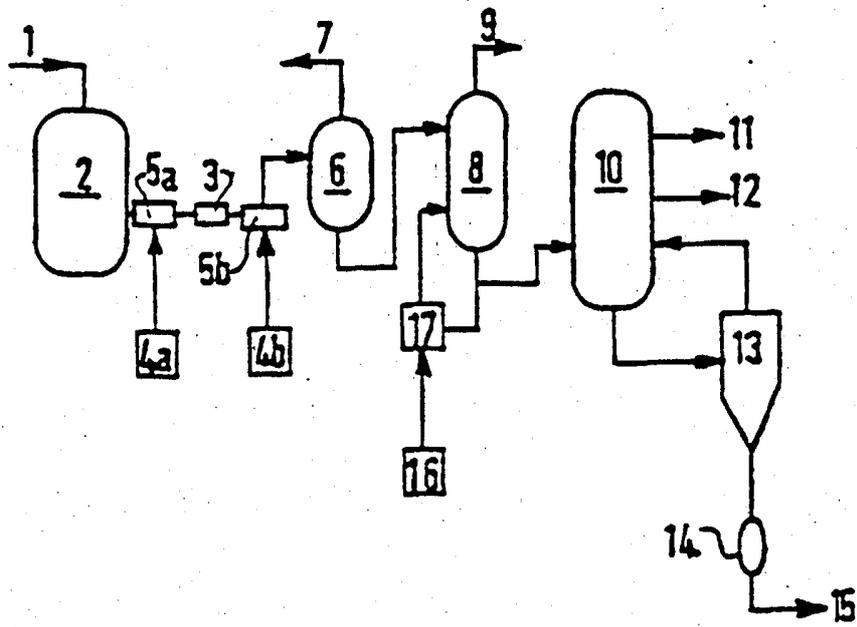
74 Mandataire:

CABINET CAZENAVE
B.P. 500
YAOUNDE - Cameroun

54 Titre: Procédé et installation de régénération d'huiles lubrifiantes à hautes performances.

57 Abrégé:

The invention concerns a method and a plant for regenerating lubricating waste oil with low content of fuel, fatty acids and chloric products. The lubricating waste oil is subjected to the following steps successively : adding strong bases in aqueous solution at the rate of 0,5 to 3 % of pure bases by mass of waste oil; dehydrating and extracting the light hydrocarbons, extracting and recuperating the gas oil (stripping); extracting the impurities. The invention is characterised in that a complementary addition of a strong base in aqueous solution at the rate of 0,1 to 1 % by mass of waste oil is carried out following the dehydrating and extracting of light hydrocarbons. The treated lubricating waste oil are rid of their impurities by distillation.



PROCÉDÉ ET INSTALLATION DE RÉGÉNÉRATION D'HUILES
LUBRIFIANTES À HAUTES PERFORMANCES

La présente invention concerne un procédé et une
5 installation de régénération d'huiles lubrifiantes
usagées à hautes performances.

On connaît déjà de tels procédés de régénération
et, en particulier, on se référera avantageusement à
celui décrit dans la demande de brevet WO-94/21761. Ce
10 document antérieur décrit un procédé de régénération
d'huiles lubrifiantes usagées dans lequel celles-ci
sont soumises aux étapes de traitement successives
suivantes :

a) préchauffage dans lequel les huiles à régénérer
15 sont portées à une température comprise entre 120 et
250°C ;

b) adjonction d'une base forte en solution aqueuse
à raison de 1 à 3 % en masse de bases pures ;

c) extraction des impuretés.

20 Ce document antérieur décrit également différents
modes de réalisation préférés de ce procédé qui donnent
généralement satisfaction. Toutefois, on a cherché à
obtenir des huiles régénérées de qualité encore
améliorée.

25 Le but de l'invention est donc de proposer un tel
procédé et l'installation correspondante.

A cet effet, l'invention concerne un procédé de
régénération d'huiles lubrifiantes usagées ayant une
faible teneur en fuel, acides gras et produits chlorés,
30 dans lequel les huiles lubrifiantes usagées sont
soumises aux étapes de traitement successives suivantes
dans l'ordre :

a) sélection des huiles usagées aptes au
traitement ;

b) adjonction d'une première quantité d'une base forte en solution aqueuse ;

c) chauffage du mélange à une température comprise entre 120 et 250°C ;

5 d) adjonction d'une deuxième quantité de la base forte en solution aqueuse, la première et la deuxième quantités de base forte en solution aqueuse représentant ensemble de 0,5 à 3 % de bases pures en masse d'huiles lubrifiantes usagées ;

10 e) déshydratation et extraction des hydrocarbures légers ;

f) extraction et récupération de gasoil (stripping) ;

g) extraction des impuretés.

15 Selon l'invention, une adjonction complémentaire d'une base forte en solution aqueuse en raison de 0,1 à 1 % de bases pures en masse d'huiles lubrifiantes est réalisée postérieurement à l'étape e).

20 Dans différents modes de réalisation, l'invention peut aussi présenter les caractéristiques ci-après considérées isolément ou selon toutes leurs combinaisons techniquement possibles :

- l'adjonction complémentaire de bases fortes est réalisée au cours de l'étape d'extraction et de
25 récupération de gasoil,

- l'adjonction complémentaire de bases fortes est réalisée postérieurement à l'étape d'extraction et de récupération de gasoil,

- après l'étape de déshydratation, d'extraction
30 des hydrocarbures légers et du stripping du gasoil, l'huile strippée est débarrassée de ses impuretés (résidus) dans une colonne sous vide munie d'un système de rebouillage, puis soumise à une étape d'oxydation avant l'adjonction complémentaire de bases fortes, puis
35 fractionnée,

- l'élimination des impuretés est obtenue par distillation sous vide assurant la séparation en huiles de bases lubrifiantes d'une part, et en un résidu concentrant toutes les impuretés d'autre part.

5 Lors de la première adjonction, la quantité de bases fortes en solution aqueuse apportée peut être comprise entre 0,5 à 3 % de bases pures en masse d'huiles lubrifiantes usagées. Cette adjonction peut se faire totalement ou partiellement à froid ou à chaud.

10 La température de chauffage des huiles usagées à régénérer comprise entre 120 et 250°C est une température à laquelle l'adjonction de la base à chaud est effectuée en totalité ou en partie.

L'invention sera décrite en détail en référence
15 aux dessins annexés dans lesquels :

- la Figure 1 est une représentation schématique d'un procédé et d'une installation de régénération d'huiles lubrifiantes usagées de l'art antérieur ;

20 - la Figure 2 est une représentation schématique d'un procédé et d'une installation de régénération d'huiles lubrifiantes usagées dans un premier mode de réalisation de l'invention ;

- la Figure 3 est une représentation schématique d'un procédé et d'une installation de régénération
25 d'huiles lubrifiantes usagées selon un deuxième mode de réalisation de l'invention ;

- la Figure 4 est une représentation schématique d'un procédé et d'une installation de régénération
30 d'huiles lubrifiantes usagées selon un troisième mode de réalisation de l'invention.

Les huiles usagées collectées peuvent avoir des origines diverses. Il peut s'agir, par exemple, d'huile de moteur, d'huile d'engrenage, d'huile hydraulique, d'huile de turbine, etc...

A l'arrivée de ces huiles dans l'unité de régénération, leur aptitude au traitement est vérifiée.

En effet, le procédé de régénération de l'invention vise l'élimination des composants légers, 5 tels que l'essence, le gasoil et l'eau, elle permet aussi l'élimination des produits de dégradation de l'huile et des additifs, mais ne permet pas d'éliminer certains composants aussi lourds que les huiles elles-mêmes et ayant des propriétés physiques différentes. Il 10 pourrait s'agir, par exemple, de fuel dont l'élimination ou le traitement ne pourrait être obtenu que par un procédé de raffinage complet.

Une teneur en chlore excessive des mélanges pourrait être susceptible de provoquer une usure 15 prématurée de l'installation.

Des huiles collectées contenant donc un pourcentage trop élevé de fuel, d'acides gras ou de chlore sont éliminées. Ce sont, de manière générale, les huiles ne satisfaisant pas les tests de 20 régénéralité. Afin d'évaluer les concentrations en ces différents composés, on pratique les tests de régénéralité bien connus en eux-mêmes en usage dans le domaine.

Les tests de régénéralité sont les suivants :

25 - Le "Chlor test" permet de détecter la présence des chlorures. Un fil de cuivre trempé dans l'huile usagée est présenté à la flamme. Une flamme verdâtre indique la présence de chlorures.

30 - Le "Drop test" permet de détecter la présence de fuel. Une goutte d'huile est déposée sur un papier chromatographique. Une tache concentrique avec une auréole jaunâtre indique la présence de fuel.

35 - Le "Fat test" permet de détecter la présence des acides gras dans les huiles. On chauffe 2 ml d'huile usagée en présence d'une pastille de soude : lorsque

l'huile se fige, après refroidissement, cela signifie que des acides gras sont présents.

- La détermination de la concentration en PCB (polychlorobiphényle). Ce test est réalisé et ses limites sont fixées en fonction de la réglementation en vigueur.

Les huiles usagées collectées 1 ayant subi avec succès l'ensemble des tests sont réunies dans un réservoir 2.

10 Elles sont alors mélangées, soit à l'intérieur même du réservoir 2, soit lors de leur extraction par des moyens classiques non représentés sur les Figures.

Une base ou un mélange de bases stocké par ailleurs dans un réservoir 4a est apporté et mélangé 15 par des moyens 5a aux huiles usagées à la température ambiante comprise entre 10 et 40°C.

Des moyens de chauffage 3 portent les huiles prélevées du réservoir 2 et éventuellement mélangées à la base, à une température comprise entre 120 et 250°C 20 et de préférence entre 140 et 160°C.

Une base ou un mélange de bases stocké par ailleurs dans un réservoir 4b est apporté et mélangé par des moyens 5b aux huiles usagées chauffées.

De préférence, une quantité de bases pures 25 comprise entre 0,5 et 3 % en masse est ajoutée aux huiles usagées.

Ce taux, ainsi que sa répartition entre les deux points d'injection à froid et à chaud, peuvent être avantageusement précisés en fonction de la qualité des 30 huiles usagées et de la nature de la base utilisée.

La base utilisée est une base forte, de préférence de l'hydroxyde de sodium ou de potassium. On peut également envisager d'utiliser un mélange de ces bases.

Les huiles usagées, portées à une température 35 élevée, additionnées de base forte, alimentent une

unité 6 d'extraction de l'eau et des hydrocarbures légers par détente (flash). Dans une telle unité 6, l'évaporation de l'eau est produite par l'expansion brutale du mélange dans un ballon.

5 L'eau et les hydrocarbures légers sont extraits et évacués vers la sortie 7. Le mélange restant est dirigé vers une unité 8 d'extraction de gasoil (stripping). Cette élimination est réalisée par distillation dans une colonne.

10 Le gasoil 9 est alors évacué et le mélange restant est conduit vers une colonne de distillation 10 permettant le fractionnement du mélange en coupes d'huiles de base lubrifiantes 11, 12 et la séparation du résidu 15 où se concentrent toutes les impuretés.

15 Les huiles de base peuvent être séparées à différents niveaux selon le nombre de coupes recherché.

On a obtenu de bons résultats en séparant, d'une part, une huile de base de 150 Neutral 11 et, d'autre part, une huile de base de 400 à 500 Neutral 12.

20 La colonne de distillation 10 est une colonne traditionnelle sous vide qui permet la dissociation et l'extraction des résidus qui sont dirigés vers un ballon d'accumulation 14.

25 Les résidus 15 sont alors évacués et sont susceptibles d'être utilisés, par exemple, comme goudron ou bitume pour la réalisation des routes. Ils peuvent être également utilisés comme combustible.

La colonne de distillation sous vide 10 est de préférence associée à un évaporateur d'épuisement de fond de colonne 13 permettant d'améliorer son efficacité. Une partie de l'énergie nécessaire à l'élévation de la température des huiles usagées avant le flash provient de préférence de la récupération d'énergie effectuée sur les coupes d'huiles de base
35 lubrifiantes 11, 12 de la sortie de colonne 10.

Les huiles usagées sont avantageusement filtrées lors de leur récupération et lors de leur sortie du réservoir de stockage 2, de manière à éliminer les particules solides qu'elles peuvent contenir.

5 Différentes pompes non représentées assurent la circulation du mélange et des produits extraits à travers l'installation décrite.

Un ajout de solution de base complémentaire se fait à des proportions plus faibles que les adjonctions
10 initiales, avant le flash, l'adjonction complémentaire étant à des proportions de l'ordre de 0,1 à 1 % en masse de bases pures par rapport aux huiles lubrifiantes usagées. Elle peut être réalisée en différents points de l'installation correspondant dans
15 chacun des cas à un mode de réalisation.

Cette adjonction complémentaire donne au procédé une flexibilité qui lui permet de s'adapter aux différentes exigences physico-chimiques demandées aux huiles de base régénérées, c'est-à-dire de fournir des
20 huiles dont la qualité est adaptée aux résultats recherchés.

Ce procédé permet d'assurer une meilleure stabilité des huiles de base régénérées et de fluidifier les impuretés, ce qui permet une
25 exploitation plus aisée du procédé.

Dans un premier mode de réalisation représenté sur la Figure 2, cette adjonction complémentaire est faite après la déshydratation et l'extraction des hydrocarbures légers. Une base stockée dans un
30 réservoir 16 est apportée et mélangée par des moyens 17 aux huiles usagées à la partie de l'huile strippée recirculée.

La température de l'huile est alors avantageusement comprise entre 270 et 310°C.

Dans un autre mode de réalisation représenté sur la Figure 3, l'adjonction de base complémentaire est réalisée dans les mêmes conditions de concentration et de température que dans le premier mode de réalisation, 5 mais postérieurement à l'opération d'extraction de gasoil (stripping). Une base stockée dans un réservoir 18 est apportée et mélangée par des moyens 19 à l'huile strippée réchauffée dirigée vers la colonne de fractionnement.

10 Dans le troisième mode de réalisation représenté sur la Figure 4, à la suite de l'opération d'extraction de gasoil (stripping), un évaporateur 13, de préférence à couches minces, couplé à une colonne sous vide 10, permet d'éliminer la majeure partie des impuretés. 15 L'huile obtenue est alors soumise à une oxydation accélérée dans un bac 22, avant qu'une quantité complémentaire de bases pures lui soit adjointe. A cet effet, une base stockée dans un réservoir 23b est apportée et mélangée à l'huile par des moyens de 20 mélange 24.

L'huile est alors fractionnée dans la colonne de distillation 20.

La température de l'huile lors de l'adjonction de la base est avantageusement comprise entre 200 et 300°C 25 pour une injection à partir du réservoir 23b juste avant la colonne 20 et est comprise entre 120 et 200°C pour un ajout à partir d'un réservoir 23a directement dans le bac d'oxydation 22.

L'évaporateur 13 est avantageusement un 30 évaporateur à couches minces. Il est également possible de mettre en oeuvre plusieurs évaporateurs successivement.

Les résidus 21 de la colonne 20 sont, selon l'efficacité de cette colonne et les exigences imposées 35 aux huiles régénérées, soit recirculés et injectés à

l'entrée de la colonne 10, soit acheminés vers le stockage des résidus comme les résidus 15 provenant de la colonne de distillation 10 et l'évaporateur 13.

5 Ce choix est fonction de la concentration des résidus 21 en huile lubrifiante. Il se fait régulièrement en fonction des exigences imposées aux huiles régénérées.

10 La stabilité de la couleur de l'huile de base régénérée 150N est représentée sur le tableau en annexe N° 1 ci-après. L'échantillon 2 a été obtenu par un procédé conforme à l'invention mise en oeuvre selon l'une des Figures 2 et 3. L'échantillon 3 a été obtenu par un procédé conforme à l'invention mise en oeuvre selon la Figure 4. Ces échantillons sont comparés à
15 l'échantillon 1 obtenu avec une seule injection de base selon l'art antérieur.

De manière analogue, pour l'huile de base régénérée 400-500 N, les échantillons 5 et 6 obtenus selon l'invention sont à comparer avec l'échantillon 4
20 obtenu selon l'art antérieur.

La stabilité de la couleur et l'aspect des coupes obtenues par ce procédé sont meilleurs et traduisent une qualité supérieure de l'huile obtenue par rapport à celle obtenue par les procédés antérieurs.

25 Les signes de référence insérés après les caractéristiques techniques mentionnées dans les revendications, ont pour seul but de faciliter la compréhension de ces dernières, et n'en limitent aucunement la portée.

ANNEXE N° 1

TEST OXYDATION SELON LA NORME IP 306/79

	Unité	Norme	1	2	3	4	5	6
Nature huile		ASTM	Ech. 1	Ech. 2	Ech. 3	Ech. 4	Ech. 5	Ech. 6

Caractéristiques d'origine à la date de production

Couleur	-----	D-1500	< 2	< 1,5	< 1,5	< 3	< 2	1,5
---------	-------	--------	-----	-------	-------	-----	-----	-----

Caractéristiques avant le test d'oxydation et après un stockage industriel de 6 (six) mois

Couleur	-----	D-1500	< 3,5	< 2,5	< 1,5	< 3,5	2,5	2
---------	-------	--------	-------	-------	-------	-------	-----	---

Test oxydation selon la norme IP 306/79

Couleur	-----	D-1500	< 4,5	< 3,5	2,5	< 6	4	< 3,5
S	%	-----	0,1	0,052	0,0094	0,167	0,15	0,087
TOP	%	-----	0,141	0,09	0,041	0,215	0,227	0,183
S/TOP	%	-----	70,92	57,78	22,93	77,67	66,08	47,54

S = Total Sludge (Dépôt total)

TOP = Total Oxidation Products (Produits Totaux d'Oxydation)

Echantillon N° = 1 : Coupe 150 N régénérée obtenue à l'unité de régénération selon l'art antérieur conformément à la Figure 1

Echantillon N° = 2 : Coupe 150 N régénérée obtenue à l'unité de régénération selon l'invention conformément aux Figures 2 ou 3

Echantillon N° = 3 : Coupe 150 N régénérée obtenue à l'unité de régénération selon l'invention conformément à la Figure 4

Echantillon N° = 4 : Coupe 400-500 N régénérée obtenue à l'unité de régénération selon l'art antérieur conformément à la Figure 1

Echantillon N° = 5 : Coupe 400-500 N régénérée obtenue à l'unité de régénération selon l'invention conformément aux Figures 2 ou 3

Echantillon N° = 6 : Coupe 400-500 N régénérée obtenue à l'unité de régénération selon l'invention conformément à la Figure 4

Remarque : Plus le rapport S/TOP est élevé, plus l'huile est instable.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées ayant une faible teneur en fuel, acides gras et produits chlorés, dans lequel les huiles lubrifiantes usagées sont soumises aux étapes de traitement successives suivantes dans l'ordre :

a) sélection des huiles usagées aptes au traitement satisfaisant les tests de régénérabilité ;

b) adjonction d'une première quantité d'une base forte en solution aqueuse ;

c) chauffage des huiles usagées à régénérer à une température comprise entre 120 et 250°C ;

d) adjonction d'une deuxième quantité de la base forte en solution aqueuse, la première et la deuxième quantités de base forte en solution aqueuse représentant ensemble de 0,5 à 3 % de bases pures en masse d'huiles lubrifiantes usagées ;

e) déshydratation et extraction des hydrocarbures légers ;

f) extraction et récupération de gasoil (stripping) ;

g) extraction des impuretés, caractérisé en ce qu'une adjonction complémentaire d'une base forte en solution aqueuse en raison de 0,1 à 1 % de bases pures en masse d'huiles usagées est réalisée postérieurement à l'étape e).

2. Procédé de régénération selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'adjonction complémentaire de bases fortes est réalisée au cours de l'étape d'extraction et de récupération de gasoil.

3. Procédé de régénération selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'adjonction complémentaire de bases fortes est réalisée postérieurement à l'étape d'extraction et de récupération de gasoil.

4. Procédé de régénération selon la revendication 1, caractérisé en ce que, après l'étape de déshydratation, d'extraction des hydrocarbures légers et du stripping du gasoil, l'huile strippée est
5 débarrassée de ses impuretés dans une colonne sous vide munie d'un système de rebouillage, puis soumise à une étape d'oxydation avant l'adjonction complémentaire de bases fortes, puis fractionnée.

5. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes
10 usagées selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'élimination des impuretés est obtenue par distillation sous vide assurant la séparation en huiles de bases lubrifiantes, d'une part, et en un résidu concentrant toutes les impuretés,
15 d'autre part.

6. Installation de régénération d'huiles usagées comportant :

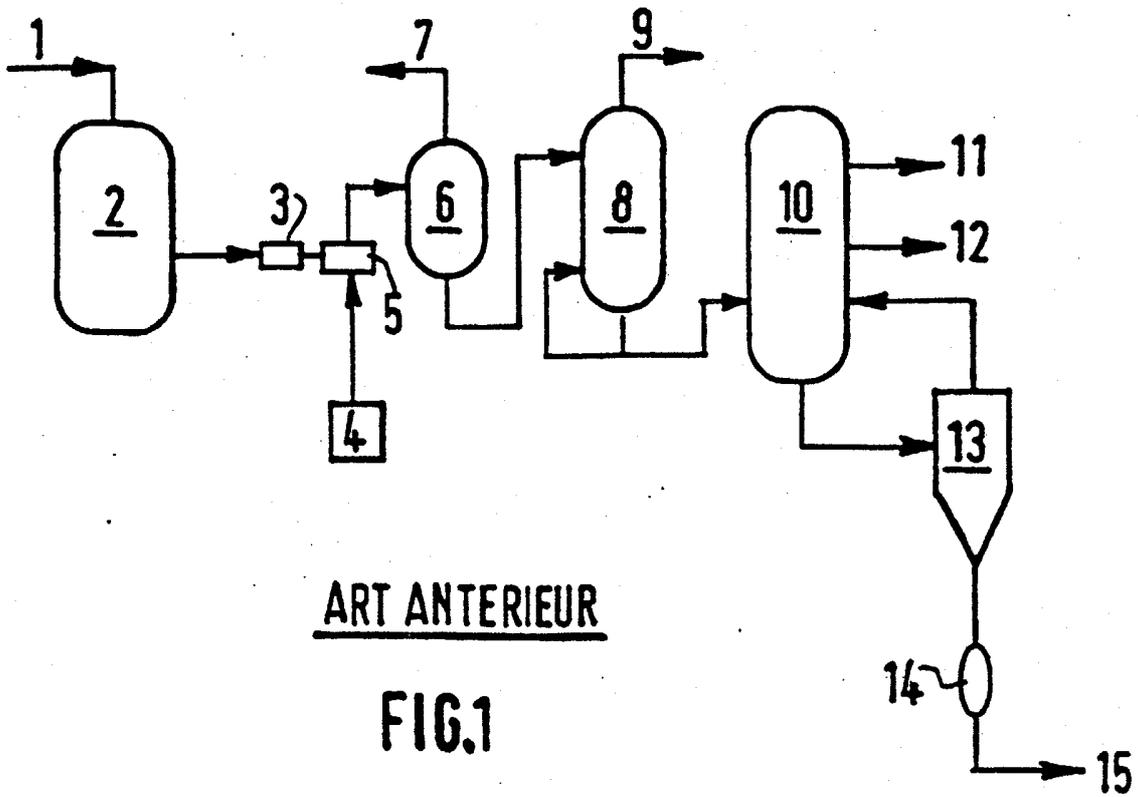
- un réservoir (2) de stockage des huiles usagées,
- des moyens de chauffage (3) des huiles usagées,
- 20 - des moyens de stockage (4) d'une base forte,
- des moyens de mélange (5) de la base forte en une proportion déterminée aux huiles usagées,
- des moyens d'élimination des impuretés (10, 13, 14),

25 les moyens de mélange (5) de la base forte aux huiles usagées et les moyens d'élimination des impuretés (10, 13, 14), une unité d'extraction de l'eau par détente (6) (flash) et une unité d'extraction du gasoil (8) (stripping) et les moyens d'extraction des impuretés
30 (10, 13, 14) comportent une unité de distillation sous vide (10) associée à un évaporateur (13) d'épuisement de fond de colonne,

caractérisée en ce qu'elle comporte des moyens d'adjonction complémentaire d'une base forte après les
35 moyens de mélange (5) de la base forte.

7. Installation selon la revendication 6, caractérisée en ce qu'elle comporte un évaporateur (13) au moins placé après l'unité d'extraction du gazoil.

8. Installation selon la revendication 7, caractérisée en ce que l'évaporateur (13) est à couches minces.



ART ANTERIEUR

FIG. 1

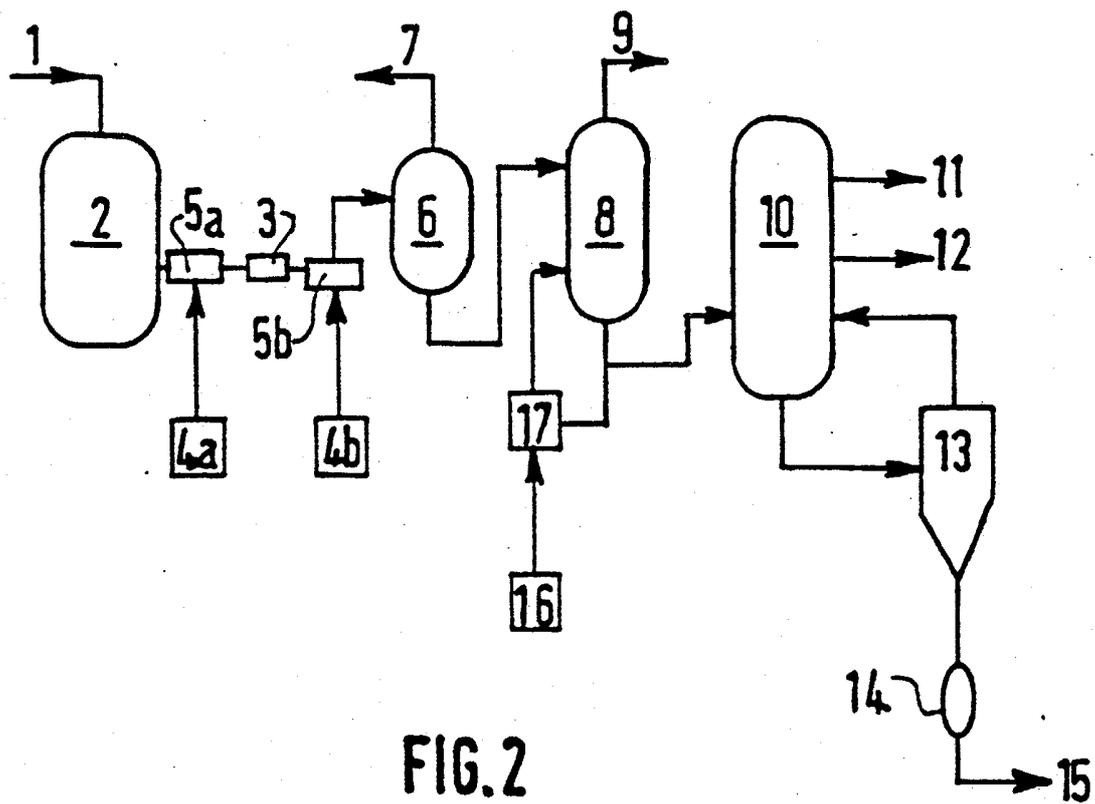


FIG. 2

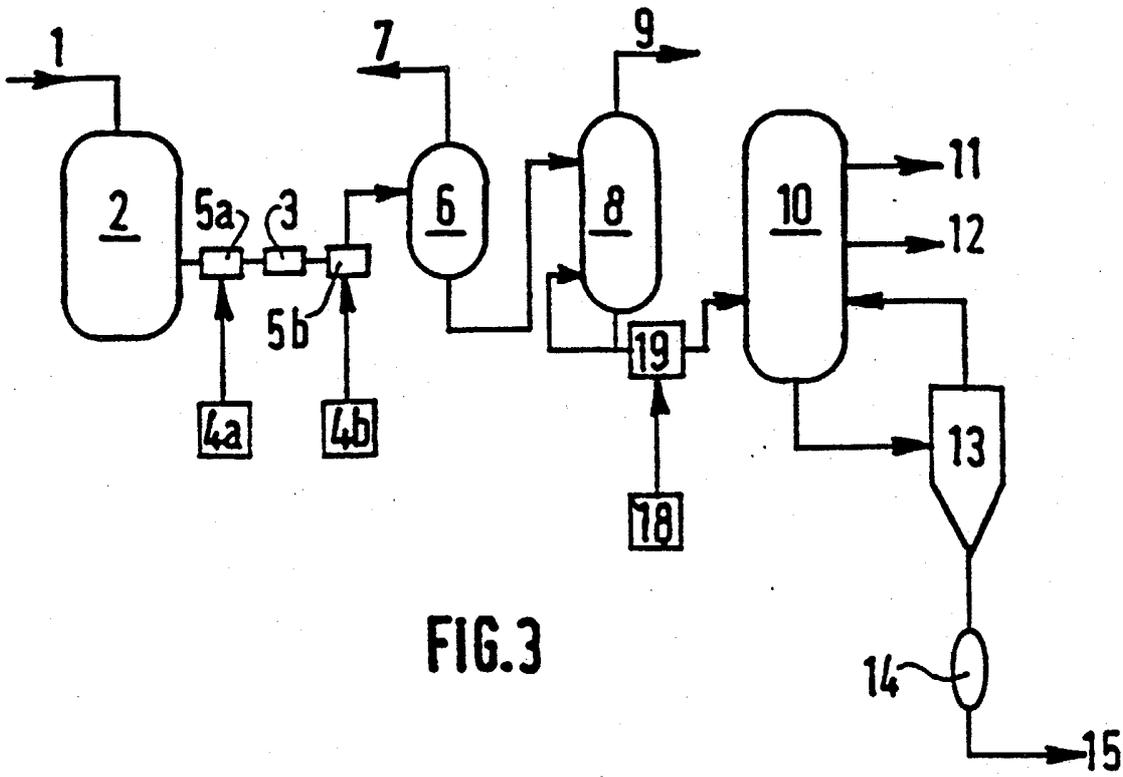


FIG.3

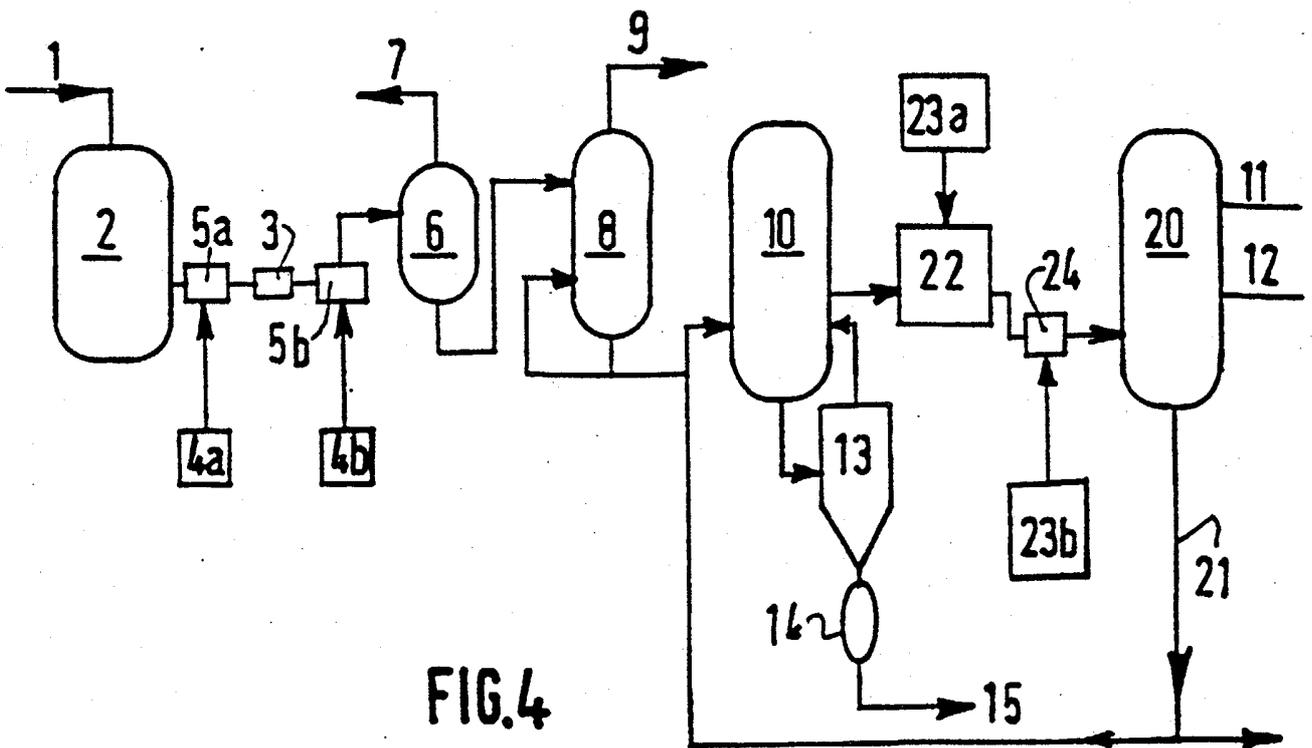


FIG.4