

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 552 098

②1 N° d'enregistrement national :

84 13862

⑤1 Int Cl⁴ : C 10 M 175/02.

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 10 septembre 1984.

③0 Priorité : CH, 21 septembre 1983, n° 5 122/83-0.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 12 du 22 mars 1985.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : Société dite : BUSS AG, BASEL — CH.

⑦2 Inventeur(s) : Felix Walter Hauri.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Netter.

⑤4 Procédé et dispositif pour le retraitement d'huiles usées.

⑤7 Après élimination de l'eau et des constituants volatils
l'huile usée est soumise à un traitement à l'alcali, et, éventuel-
lement, après séparation d'une fraction gazole, elle est distillée.
Lors de cette distillation, l'huile pure est séparée en une
opération sous forme de distillat, de la fraction goudron conte-
nant les impuretés.

FR 2 552 098 - A1

D

Procédé et dispositif pour le retraitement d'huiles usées.

L'invention concerne un procédé pour le retraitement ou régénération d'huiles usées par traitement par l'alcali, élimination de l'eau et des constituants volatils, séparation d'une fraction goudron et distillation de l'huile purifiée, ainsi qu'un dispositif
5 pour fractionner l'huile et les matières analogues à l'huile, notamment l'huile usée.

Le retraitement d'huile usée, notamment d'huile de lubrification, prend une importance économique et écologique de
10 plus en plus grande. On a déjà fait des efforts considérables pour développer des procédés satisfaisants pour le retraitement de l'huile usée. Un tel procédé doit donner satisfaction en ce qui concerne l'écologie, l'économie et la qualité de l'huile retraitée. Il faut que les substances
15 solides formant avec l'huile usée une suspension stable soient séparées et que les impuretés dissoutes soient retirées.

Les procédés connus comportent toujours plusieurs phases
20 de distillation jusqu'à l'obtention de l'huile purifiée, qui sont toujours liées à d'autres opérations de traitement, telles qu'addition d'acides, coagulation, adsorption et filtration et éventuellement traitement avec du sodium métal ou de l'hydrure de sodium pour la déshalogénation. Ces pro-
25 cédés sont coûteux en appareillages et en consommation

d'énergie; ils sont liés à la production de résidus volumineux et polluants, et/ou à l'utilisation de produits chimiques hautement réactifs exigeant des mesures de sécurité particulières.

5

Pour éviter l'utilisation de produits chimiques hautement réactifs et la production de résidus volumineux, le brevet DE-OS 30 42 094 propose un procédé dans lequel l'huile usée, après avoir traversé un bassin de sédimentation dans lequel

- 10 les impuretés grossières et une partie de l'eau sont séparées, est traitée avec une lessive alcaline pour retirer les composants acides de l'huile et les restes d'additifs à une température comprise entre 120°C et 150°C; dans une première distillation en couches minces, elle est débarrassée du
- 15 reste de l'eau et de constituants volatils; dans une seconde distillation en couches minces, la suspension est détruite et le condensat obtenu, qui contient encore des particules solides en suspension qui ont été entraînées, est amené à une troisième distillation en couches minces
- 20 du raffinage de retraitement proprement dit pour obtenir l'huile purifiée. Ce procédé connu exige, après destruction de la suspension par distillation, une autre opération de distillation pour obtenir un produit purifié, ce qui est très coûteux aussi bien en appareillage qu'en énergie.
- 25 En outre, l'huile purifiée obtenue n'est pas absolument satisfaisante en ce qui concerne la pureté, notamment en ce qui concerne l'odeur et la couleur, de sorte que son utilisation est limitée.

- 30 Le but de la présente invention est de proposer un procédé du type précité qui soit économique à mettre en oeuvre et fournisse comme produit une huile régénérée parfaite.

- Ce but est atteint conformément à l'invention en ce qu'on
- 35 traite l'huile usée par l'alcali après avoir retiré l'eau et les constituants volatils et avant la séparation de la fraction goudron et qu'on sépare la fraction goudron lors

de la distillation de l'huile.

Grâce à la succession des phases du procédé selon l'invention, c'est-à-dire grâce au traitement par l'alcali et l'huile
5 usée déjà débarrassée de l'eau et des constituants volatils, on fait passer la suspension stable, qui contient également des impuretés dissoutes et/ou émulsifiées, à un état instable, de sorte que les matières solides en suspension sont séparées lors de la distillation de l'huile purifiée et
10 qu'ainsi une seule opération suffit pour séparer totalement les matières solides en suspension et pour obtenir une huile régénérée parfaite.

On suppose que le traitement par l'alcali, outre la neutralisation des constituants acides et éventuellement la
15 saponification des impuretés saponifiables, provoque en même temps, par suite de l'élimination préalable des constituants volatils agissant comme une sorte de colloïde protecteur, une modification au niveau de la surface de
20 séparation des particules en suspension. Cette modification permet la séparation des particules en suspension en même temps que la distillation du fluide, c'est-à-dire de l'huile de suspension déjà complètement débarrassée des particules solides, grâce à quoi les impuretés dissoutes, par exemple
25 saponifiées, restent dans la fraction goudron. En d'autres termes, le traitement par l'alcali selon l'invention suivant l'élimination de l'eau et des constituants volatils permet la séparation des impuretés solides dissoutes et l'obtention d'une huile parfaite en une seule phase de distillation
30 sans la destruction séparée de la suspension qui précède la distillation finale.

Le traitement par l'alcali est généralement effectué entre 180° et 300°C, de préférence entre 230 et 260°C, dans un
35 réacteur fermé avec de l'alcali aqueux. Des températures de traitement élevées dans la plage citée donnent en général un plus faible taux d'acidité et une teneur plus faible en

chlorures dans l'huile purifiée. Comme alcalis, on préfère les hydroxydes, bicarbonates, carbonates et alcoolates de métaux alcalins solubles dans l'eau, bien qu'on puisse utiliser également des composés alcalino-terreux insolubles ou peu solubles.

Le traitement par l'alcali peut également s'effectuer en même que la distillation du gazole, par exemple par addition d'alcali en amont de la pompe de circulation d'un évaporateur à circulation forcée pour la distillation du gazole.

Après le traitement par l'alcali, l'huile usée est de préférence amenée à un étage de distillation du gazole et parvient ensuite généralement par une soupape de détente dans un évaporateur, de préférence un évaporateur à couches minces, tel qu'un évaporateur à film descendant ou à film ascendant, qui travaille à contre-courant, ou à courant parallèle, d'où on retire un résidu ressemblant à la poix ou au goudron, contenant les particules suspendues dans l'huile usée et d'autres impuretés entraînées par ces particules et/ou non distillables. Ce résidu peut être utilisé dans la construction routière par exemple, comme produit de remplacement du goudron.

La vapeur contenant les constituants volatils et les vapeurs d'huile pures est amenée, pour séparer des fractions liquides éventuellement entraînées, à un séparateur de liquides où elle peut être traitée en même temps avec la vapeur de stripping, de la vapeur fraîche ou de l'eau liquide qui, aux températures indiquées, se vaporise immédiatement. Le traitement à la vapeur améliore la couleur de l'huile régénérée en même temps qu'il élimine des substances ayant une odeur gênante. Il est intéressant de constater qu'après le traitement à la vapeur, la teneur en phosphore de l'huile purifiée est également réduite. On suppose que ce résultat inattendu obtenu avec la vapeur sèche est rendu possible par

le traitement préalable à l'alcali. En dehors des dispositifs connus pour la séparation des liquides, une portion du conduit de vapeur réalisé de façon appropriée peut également assurer cette fonction.

5

Les vapeurs d'huile pures sont condensées de préférence par paliers après le traitement à la vapeur et, dans ce cas, on obtient en premier la fraction à point d'ébullition le plus élevé, et à chaque autre palier une fraction à point d'ébullition de plus en plus bas. La condensation par paliers constitue une inversion de la distillation fractionnée dans laquelle la séparation des fractions s'effectue par plusieurs phases de condensation successives au lieu de plusieurs phases d'évaporation successives. Par rapport à la distillation fractionnée, la condensation fractionnée est non seulement plus économique en énergie, mais elle a de plus, si elle est effectuée à températures élevées, le grand avantage que des impuretés à faible point d'ébullition ne peuvent pas être condensées avec la fraction d'huile à bas point d'ébullition et souiller celle-ci, mais qu'après la condensation de la fraction d'huile à faible point d'ébullition, elles peuvent être captées séparément dans un piège cryogénique.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description détaillée, donnée ci-après à titre d'exemple seulement, d'une forme de réalisation représentée schématiquement sur le dessin qui représente un équipement pour mettre en oeuvre le procédé de l'invention.

De l'huile usée homogénéisée et débarrassée des impuretés grossières est amenée à un évaporateur à circulation 1 où elle est débarrassée de l'eau et des constituants volatils, c'est-à-dire de l'essence et des solvants. L'évaporateur à circulation 1 travaille à la pression normale ou en légère dépression et la température du produit à la sortie 2 de l'évaporateur est comprise entre 140° et 180°C, ce qui correspond à une teneur résiduelle en eau inférieure à 0,1%.

Cette dernière est avantageuse pour le traitement suivant par l'alcali, étant donné que, pour une faible teneur en eau, il se forme moins de mousse. Les vapeurs provenant de la sortie 2 de l'évaporateur sont amenées à une colonne de
5 séparation 3 où elles sont séparées en fractions ayant des points d'ébullition différents. Le distillat 5 peut, après le condenseur 4, être séparé dans un récipient de décantation en une phase aqueuse lourde et une phase organique légère.

10

L'huile usée débarrassée de l'eau et des constituants volatils est amenée à un réacteur chauffé 6 où, à une température comprise entre 180°C et 300°C, de préférence 230 et 260°C, elle est additionnée d'alcali, par exemple de NaOH à 50%,
15 provenant d'un réservoir 7. On utilise 0,2 à 5% de NaOH (sèche) par rapport à l'huile usée et en fonction de la qualité de celle-ci. Le chauffage de l'huile usée à la température de réaction peut s'effectuer dans un échangeur thermique monté en amont, à l'aide d'huile usée déjà traitée,
20 tée, ou dans le réacteur même 6. Le temps de séjour dans le réacteur 6 est environ de 1 à 5 minutes.

L'huile usée traitée à l'alcali va du réacteur 6 dans un autre évaporateur à circulation 8 où, à une dépression
25 moyenne de $5 \cdot 10^3$ à $5 \cdot 10^4$ Pa et à environ 330°C, une fraction de gazole 9 est distillée. La température nécessaire pour cette distillation est réglée avantageusement par refroidissement après le traitement à l'alcali et réchauffement dans l'évaporateur à circulation 8. Un échangeur thermique
30 utilisé pour le refroidissement peut en même temps servir à préchauffer l'huile usée avant le traitement par l'alcali. Une colonne de fractionnement 10 permet la séparation d'une fraction gazole ayant un point éclair souhaité et la viscosité souhaitée.

35

L'huile usée débarrassée du gazole est soumise à une distillation totale sous vide dans un évaporateur à couches

minces 11. L'évaporateur à couches minces 11 peut fonctionner statiquement ou mécaniquement et il peut être un évaporateur à film ascendant ou descendant. Grâce à la distillation sous vide, qui s'effectue ici à contre-courant à
5 une température de chauffage comprise entre 350 et 380°C et à une dépression de 10^2 à 5.10^2 Pa, la suspension d'huile usée est divisée en un produit de queue 13 ou fraction goudron 13 et une fraction d'huile de lubrification sous forme de vapeur. Le produit de queue 13 est soutiré à
10 environ 300°C et peut être utilisé comme produit de remplacement du goudron.

Les vapeurs passent du collecteur de vapeurs 12 à une température d'environ 270°C dans un séparateur de liquide
15 14 où les gouttelettes entraînées sont séparées et ramenées à l'évaporateur à couches minces 11.

Dans la forme de réalisation représentée, la suspension d'huile usée provenant de la distillation du gazole arrive
20 dans le séparateur de liquide 14 où, avec le liquide séparé, elle est amenée dans l'évaporateur à couches minces 11. Ce procédé présente l'avantage que des constituants volatils peuvent déjà s'évaporer dans le séparateur de liquide 14. Naturellement, la suspension d'huile usée peut également
25 être amenée directement dans l'évaporateur à couches minces 11.

Dans le séparateur de liquide 14, les vapeurs sont de préférence soumises à un traitement par vapeur fraîche ou
30 vapeur de strippage, ce qui améliore la couleur et l'odeur des condensats ultérieurs et réduit leur teneur en phosphore.

Les vapeurs débarrassées des parties liquides arrivent ensuite dans un premier condenseur à contact
35 condensées avec un condensat mis en circulation par l'intermédiaire d'un échangeur thermique à une température située environ 10°C en dessous du point d'ébullition de la

- fraction de condensat recherchée et elles sont soutirées en tant que première fraction d'huile lourde 16. Un autre condenseur à contact 17 faisant suite fonctionne de la même façon, mais à une température plus basse et fournit une
- 5 seconde fraction d'huile plus légère 18. Du fait de la forte turbulence dans les condenseurs à contact 15 et 17, on obtient un bon rendement et on évite la ségrégation et le dépôt observés sur les surfaces de refroidissement d'autres condenseurs. Les vapeurs quittant le second con-
- 10 denseur 17 ont encore une température d'environ 200°C et contiennent de faibles quantités de substances volatiles qui sont captées dans un piège cryogénique 19 de sorte qu'il ne peut pas arriver d'impuretés à la pompe à vide.
- 15 En utilisant un système de condensation à contact à deux étages, dont les étages fonctionnent juste en dessous du point d'ébullition de la fraction de condensat concernée, on peut faire varier dans de larges limites le rapport des quantités des deux fractions d'huile, ainsi que leurs points
- 20 d'ébullition et dans ce cas ces deux valeurs peuvent être réglées pratiquement indépendamment l'une de l'autre.

Le tableau suivant montre les résultats d'analyses d'huiles retraits selon le procédé de l'invention.

TABLEAU

Analyse	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
- Couleur (ASTM D 1500) >10		2	1,5	1,5	6,5	1,0	4,5	2,0	6	4	2	--
- Point d'éclair (ASTM D 92/93) °C	183	110	108	167	218	---	193	226	236	-	223	--
- Viscosité (ASTM D 445)												
40°C mm ² /s	52,1	*13,71	*9,97	13,33	32,6	15,2	24,1	30,7	52,6	82,4	33,1	--
100°C mm ² /s	8,65	---	---	3,09	5,39	3,36	4,49	5,2	7,32	9,69	5,49	--
- Indice de viscosité (ASTM 2270)	143	---	---	84	98	87	95	98	98	95	101	--
- Indice d'acide total (ASTM D 664)												9
mgKOH/g	1,52	---	---	0,03	0,69	0,04	0,06	0,03	0,12	0,01	0,02	--
- Indice de base total (ASTM D 2896)												
mgKOH/g	2,98	---	---	0,21	0,24	0,19	0,41	0,25	0,26	0,61	0,23	--
- Teneur en cendre calcinée (ASTM D 482)												
g/100g	0,66	<0,001	<0,001	0	0	0	0	0	0	0	0	8
- Point d'écoulement (ASTM D 97) °C	-33	--	--	--	-6	-18	-6	-3	-6	-6	-6	--
- Densité à 15% kg/m ³	0,888	865	857	--	877	868	873	875	880	885	875	--

Analyse	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
- Teneur en fer mg/kg	160	nn	nn	nn	nn	nn	1,8	nn	nn	nn	nn	540
- Teneur en magnésium mg/kg	170	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	460
- Teneur en manganèse mg/kg	3,4	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	10
- Teneur en molybdène mg/kg	2,1	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	7,2
- Teneur en nickel mg/kg	2,8	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	8,6
- Teneur en phosphore mg/kg	730	230	27	22	100	5,5	7,5	6,4	71	"	3,6	2200
- Teneur en plomb mg/kg	960	nn	0,8	nn	nn	nn	nn	nn	nn	"	nn	3000
- Teneur en silicium mg/kg	32	11	nn	1,5	4,7	0,7	"	1,1	4,5	"	"	162
- Teneur en étain mg/kg	3,9	nn	"	nn	nn	nn	"	nn	nn	"	"	15
- Teneur en titane mg/kg	3,9	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	20

Analyse	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
- Teneur en vanadium mg/kg	0,4	nn	nn	nn	nn	nn	nn	nn	nn	nn	nn	2,8
- Teneur en zinc mg/kg	510	"	"	"	"	"	0,9	"	"	"	"	3000

Les différents numéros d'essais correspondent à :

- 0 alimentation
- 5 1 Gazole, sans traitement à l'alcali, condensation à froid,
atelier pilote.
- 2 Gazole avec traitement à l'alcali, condensation à chaud,
atelier pilote.
- 10 3 Gazole, avec traitement à l'alcali, condensation à chaud,
atelier pilote.
- 4 Fraction huile légère, sans traitement à l'alcali,
15 atelier pilote.
- 5 Fraction huile légère, avec traitement à l'alcali,
évaporateur en verre.
- 20 6 Fraction huile légère, avec traitement à l'alcali,
atelier pilote.
- 7 Fraction huile légère, avec traitement à l'alcali,
traitement à la vapeur, atelier pilote.
- 25 8 Fraction huile lourde, sans traitement à l'alcali,
atelier pilote.
- 9 Fraction huile lourde, avec traitement à l'alcali,
30 évaporateur en verre.
- 10 Fraction huile lourde, avec traitement à l'alcali,
atelier pilote.
- 35 Signification des symboles sur le tableau :

* viscosité mesurée à 20°C

-- inconnu

nn non décelable

5 Avec le procédé et le dispositif décrits, en utilisant le produit de traitement économique NaOH, avec un minimum de phases de travail, comme il apparaît des résultats d'analyse ci-dessus, on obtient une fraction gazole parfaite et des fractions d'huiles de lubrification légère et lourde.

10

La réduction au minimum des phases de travail, notamment des distillations, réduit le danger d'un craquage thermique et de la réduction de rendement qui en résulte et qui, selon le procédé de l'invention, correspond à au moins 90% de la

15 fraction distillable de l'huile usée, et augmente ainsi la rentabilité.

Revendications.

1. Procédé pour le retraitement d'huile usée par traitement à l'alcali, élimination de l'eau et des constituants volatils, séparation d'une fraction goudron et distillation de l'huile purifiée, caractérisé en ce qu'on traite l'huile usée à l'alcali après élimination de l'eau et des constituants volatils et avant la séparation de la fraction goudron et qu'on sépare la fraction goudron lors de la distillation de l'huile.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on traite avec de l'alcali aqueux, de préférence dissous.
3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2, caractérisé en ce qu'on traite avec un hydroxyde, bicarbonate ou carbonate de métal alcalin.
4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on traite à l'alcali à une température comprise entre 180 et 300°C, de préférence entre 230 et 260°C.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'en même temps que le traitement à l'alcali, on distille une fraction gazole.
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on distille une fraction gazole après le traitement à l'alcali.
7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on effectue la séparation de la fraction goudron et la distillation de l'huile en couche mince et sous vide.
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes,

caractérisé en ce qu'on traite à la vapeur d'eau les vapeurs d'huile se formant lors de la distillation de l'huile.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
5 caractérisé en ce qu'on sépare, avant la condensation, des parties liquides entraînées lors de la distillation de l'huile.

10. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
10 caractérisé en ce qu'on condense l'huile en deux paliers lors de la distillation de l'huile.

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce qu'on condense dans des condenseurs à
15 contact.

12. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce qu'on condense les vapeurs d'huile lors de la distillation de l'huile à des températures situées
20 environ 10° en dessous de la température d'ébullition de la fraction à obtenir.

13. Dispositif pour fractionner de l'huile ou des substances analogues à l'huile, notamment de l'huile usée, comportant un évaporateur et un condenseur pour la distillation de l'huile, caractérisé en ce qu'il comporte au moins deux condenseurs successifs (15, 17).

14. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce
30 que l'évaporateur est un évaporateur à couches minces (11).

15. Dispositif selon la revendication 13 ou la revendication 14, caractérisé en ce qu'on monte en amont de l'évaporateur pour la distillation de l'huile un évaporateur à
35 circulation forcée pour la distillation du gazole.

16. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 15,

caractérisé en ce qu'on dispose entre l'évaporateur (11)
et le premier condenseur (15) un séparateur de liquide (14).

17. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 16,
5 caractérisé en ce que les condenseurs (15, 17) sont réalisés
sous forme de condenseurs à contact.

18. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 17,
caractérisé en ce qu'on prévoit un piège cryogénique (19)
10 raccordé au dernier condenseur (17).

19. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 18,
caractérisé en ce que le séparateur de liquide (14) comporte
une canalisation d'alimentation en eau ou en vapeur.

