

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

**N° 80 00952**

---

⑤④ Production d'huile lubrifiante par extraction au solvant.

⑤① Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). C 10 G 21/27; C 10 M 1/04.

②② Date de dépôt..... 17 janvier 1980.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée.:

④① Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 30 du 24-7-1981.

---

⑦① Déposant : INSTITUT FRANÇAIS DU PETROLE, résidant en France.

⑦② Invention de : Mustapha Kamel Faid et Paul Mikitenko.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire : Institut Français du Pétrole,  
4, av. de Bois-Préau, 92502 Rueil-Malmaison.

L'invention concerne l'utilisation de mélanges de solvants sélectifs pour l'obtention, par extraction liquide-liquide, d'huiles lubrifiantes à partir de mélanges hydrocarbonés les contenant.

Les huiles lubrifiantes sont obtenues industriellement par des  
5 procédés de raffinage par extraction liquide-liquide de distillats provenant de la distillation sous-vide de produits pétroliers ou de résidus désasphaltés, qui peuvent comprendre à la fois des produits hydrocarbonés et non-hydrocarbonés.

Les huiles lubrifiantes sont soumises à de nombreuses contraintes  
10 d'ordre thermique et mécanique et doivent répondre à des spécifications précises pour leur bonne utilisation, c'est-à-dire avoir un indice de viscosité élevé, présenter une bonne stabilité à l'oxydation et avoir un bas point d'écoulement. C'est le but des procédés de traitement par extraction au solvant d'éliminer des charges brutes contenant ces hui-  
15 les, les constituants nuisant à l'obtention de ces caractéristiques, c'est-à-dire les constituants à caractère aromatique pour obtenir un produit raffiné.

En ce qui concerne le point d'écoulement, lorsque les charges traitées sont à base paraffinique, un traitement ultérieur de finition  
20 des huiles obtenues est souvent nécessaire (déparaffinage par exemple).

Le développement récent de la pétrochimie et plus particulièrement de la séparation et de la purification des aromatiques, a permis de tester de nombreux solvants sélectifs, c'est-à-dire de solvants présentant la propriété de dissoudre les constituants insaturés de nature  
25 aromatique et oléfinique préférentiellement aux constituants saturés de nature paraffinique et cyclanique et un pouvoir solvant suffisant pour en limiter les quantités à mettre en oeuvre.

Il existe des procédés développés industriellement selon ce principe. Le phénol et particulièrement le furfurool ont été et restent  
30 encore les plus utilisés bien que présentant des inconvénients majeurs. D'une part, leur pouvoir solvant élevé les rend insuffisamment sélectifs, ils entraînent des hydrocarbures linéaires et cycliques saturés, d'autre part, leur utilisation présente des difficultés de mise en oeuvre dues à ce que le phénol est toxique et corrosif et à ce que le  
35 furfurool doit être utilisé en atmosphère inerte pour éviter son oxydation et que sa récupération est rendue difficile car il forme un azéotrope avec l'eau.

On a maintenant trouvé et ceci fait l'objet de l'invention que,

dans le traitement par extraction liquide-liquide des charges brutes contenant les huiles lubrifiantes, l'utilisation de mélanges spécifiques de solvants permettait d'obtenir des huiles répondant aux spécifications requises, dans des conditions particulièrement économiques.

5 Ces mélanges sont constitués par (a) le diméthylsulfoxyde (DMSO) et/ou l'aniline et (b) le diméthylformamide (DMF).

L'invention consiste donc à mettre en contact les huiles lubrifiantes brutes contenant des constituants à caractère aromatique et non-aromatique avec le mélange de solvants précité, à une température  
10 inférieure à la température de miscibilité huile + solvants, de manière à obtenir deux phases : une phase raffinat R qui comprend les constituants les moins solubles dans les solvants en même temps qu'un peu de solvants et une phase extrait E qui comprend les constituants solubles dans les solvants ainsi que la majorité du mélange de solvants ;  
15 on élimine de R les solvants par des moyens connus pour produire une fraction huileuse raffinée.

Les solvants contenus dans la phase E sont éliminés de la même manière que pour la phase R, par exemple par distillation sous-vide, avec un évaporateur rotatif ou par lavage à l'eau.

20 Les conditions préférées de l'extraction sont : une température de 60 à 130 °C, et un taux de solvant (défini comme rapport en poids du solvant à la charge d'hydrocarbures) de 1:1 à 10:1.

Les proportions respectives, en volume, des deux solvants sont avantageusement de 10-90 % de (a) pour 90-10 % de (b), de préférence :

25 50-80 % de DMF pour 50-20 % de DMSO  
et 30-75 % de DMF pour 70-25 % d'aniline.

#### EXEMPLES

Les essais ont été effectués sur une charge huileuse constituée par le distillat sous-vide moyen d'un pétrole brut d'Arzew dont les  
30 caractéristiques sont :

Densité à 20 °C	: 0,8815
Viscosité à 40 °C	: $26,6 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$
Viscosité à 100 °C	: 4,68 "
Indice de viscosité	: 70,5 (après déparaffinage)
35 Point d'écoulement	: +24 °C

Teneur en aromatiques : 37,13 % poids

On a procédé de la manière suivante :

L'extraction de la charge par le ou les solvants a été réalisée

dans un mélangeur-décanteur en verre à jacquette thermostatée dans lequel l'agitation était maintenue pendant 30 minutes et la décantation pendant 30 minutes également. Les contacts étaient faits en 1 étage dans un extracteur muni d'un agitateur axial qui permettait de traiter des quantités voisines de 1 litre.

Après décantation, le ou les solvants étaient séparés des 2 phases obtenues, raffinat et extrait, soit par distillation sous-vide, soit avec un évaporateur rotatif, soit par lavage à l'eau. Un barbotage d'azote permettait d'éliminer les dernières traces de solvant. On obtenait un raffinat r et un extrait e. Sur les raffinats r, on procédait à un déparaffinage classique avec de la méthylisobutylcétone comme solvant avec un taux égal à 3,0 en volume, à une température de  $-20^{\circ}\text{C}$  pour obtenir l'huile lubrifiante préparée selon l'invention.

#### Exemple 1

On a procédé de manière à obtenir des huiles de qualités égales (VI = 90).

Les résultats sont donnés dans le tableau 1 ( $t = 80^{\circ}\text{C}$ ).

TABLEAU 1

Solvant	Rend.	S/F
DMSO	(1)	2,8*
DMF + DMSO (70/30% en vol.)	80,3	2,8
DMF + Aniline (50/50% en vol.)	79	2,3
Furfurol	74	3,1
DMF	69	2,8

(1) Avec ce taux de solvant, il n'a pas été possible d'obtenir une huile de VI = 90. Pour obtenir cette qualité d'huile il est nécessaire d'utiliser un taux de solvant nettement plus élevé, d'au moins 4,5.

#### Exemple 2

On a procédé avec un taux de solvant (S/F = 3)  $t = 80^{\circ}\text{C}$ .

TABLEAU 2

Solvant	VI	Rend.
DMSO + DMF (30/70 % en vol.)	91	79,6
DMF + Aniline (50/50 % en vol.)	92,5	76,2
Furfurol	89,5	74,4
DMF	90,5	68,0

Exemple 3

Les exemples précédents ont été réalisés en un étage.

Il est clair que l'efficacité de l'extraction s'accroît avec le nombre d'étages.

- 5 C'est ainsi qu'en répétant l'Exemple 2 avec le mélange à 70 % en volume de DMF et 30 % en volume de DMSO et en opérant en 4 étages, toutes choses égales par ailleurs, on a obtenu un VI de 96 pour un rendement de 74,5 % en poids.

REVENDICATIONS

1. - Procédé de production d'huile lubrifiante comportant une étape d'extraction au solvant caractérisé en ce que, comme solvant, on utilise un mélange de (a) le diméthylsulfoxyde et/ou l'aniline et (b) le diméthylformamide.  
5
2. - Procédé selon la revendication 1, dans lequel les proportions respectives de (a) et (b) sont de 10 à 90 % pour 90 à 10 % en volume.
3. - Procédé selon la revendication 2, dans lequel les proportions respectives sont de 50 à 80 % en volume de diméthylformamide pour 50 à 20 % en volume de diméthylsulfoxyde.  
10
4. - Procédé selon la revendication 1, dans lequel les proportions respectives sont de 30 à 75 % de diméthylformamide pour 70 à 25 % d'aniline.
5. - Procédé selon la revendication 1, dans lequel la température de l'extraction est de 60 °C à 130 °C.  
15
6. - Procédé selon la revendication 1, dans lequel le taux de solvant est de 1/1 à 10/1.