



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 0 690 903 B2**

(12) **NOUVEAU FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la
décision concernant l'opposition:
21.07.2004 Bulletin 2004/30

(45) Mention de la délivrance du brevet:
18.11.1998 Bulletin 1998/47

(21) Numéro de dépôt: **94910446.7**

(22) Date de dépôt: **21.03.1994**

(51) Int Cl.7: **C10M 175/00**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR1994/000308

(87) Numéro de publication internationale:
WO 1994/021761 (29.09.1994 Gazette 1994/22)

(54) **PROCEDE ET INSTALLATION DE REGENERATION D'HUILES LUBRIFIANTES**
VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR AUFBEREITUNG VON SCHMIERÖLEN
PROCESS AND PLANT FOR THE REGENERATION OF LUBRICATING OILS

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LI LU MC NL
PT SE**

(30) Priorité: **22.03.1993 FR 9303275**

(43) Date de publication de la demande:
10.01.1996 Bulletin 1996/02

(73) Titulaire: **SOCIETE TUNISIENNE DE
LUBRIFIANTS-SOTULUB
Tunis (TN)**

(72) Inventeurs:
• **MERCHAOU, Med, Hedi**
Marsa 2070 (TN)
• **KHALEF, Naceur**
Bizerte 7000 (TN)

- **JAAFAR, Abdelhafidh**
Metline 7034 (TN)
- **OUAZZANE, Achour**
Ariana Supérieure 2080 (TN)
- **BOUFAHJA, Med, Ali**
Ras Jabel 7070 (TN)
- **MEZIOU, Salah, c/o Senda Sahraoui**
F-92700 Colombes (FR)

(74) Mandataire: **Michelet, Alain**
Cabinet Harlé et Phélip
7, rue de Madrid
75008 Paris (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 030 805 **GB-A- 243 666**
GB-A- 2 022 131 **US-A- 1 698 257**
US-A- 1 919 655 **US-A- 3 565 791**
US-A- 3 791 965

EP 0 690 903 B2

Description

[0001] L'invention concerne un procédé et une installation de régénération d'huiles lubrifiantes usagées.

[0002] Les huiles lubrifiantes subissent généralement des modifications et des altérations lors de leurs utilisations, ce qui implique leur renouvellement plus ou moins fréquent.

[0003] L'élimination ou la régénération de ces huiles usagées est jusqu'à présent une source de pollution importante.

[0004] Après utilisation, ces huiles contiennent généralement des résidus solides, des additifs, des résidus de combustion, etc... .

[0005] Différents procédés de récupération ont été développés jusqu'à présent. Les huiles dégradées sont tout d'abord récupérées et ces huiles d'origines diverses sont quelquefois mélangées à des produits plus ou moins étrangers susceptibles de perturber les procédés de régénération.

[0006] Jusqu'à présent les procédés les plus utilisés comportent une étape de traitement des huiles usagées et récupérées par l'acide sulfurique puis leur neutralisation à la chaux et au carbonate de sodium et enfin la décoloration à la terre activée et la filtration.

[0007] On connaît notamment l'installation et le procédé décrit dans le document GB-A-243.666. Cette installation comprend deux bacs, permettant deux traitements, l'un à la soude et l'autre à la terre, et deux centrifugeuses, assurant la séparation, l'une de l'eau et l'autre des terres usagées, de l'huile à traiter.

[0008] Ce type de procédé permet la récupération d'une partie des huiles usagées, mais génère des déchets non réutilisables fortement polluants.

[0009] Le taux de récupération des installations industrielles mettant en oeuvre ces procédés ne dépasse pas 85% et leur coût de mise en oeuvre est élevé.

[0010] On connaît également par ailleurs, d'autres procédés de récupération basés sur l'hydrofinissage de l'huile après traitement thermique et sa distillation sous vide. L'hydrogénation de l'huile est produite par des catalyseurs d'hydrodésulfuration et d'hydrodésazotation

[0011] Au cours de la mise en oeuvre de ces procédés, les catalyseurs sont progressivement épuisés et donnent finalement naissance à des produits non réutilisables fortement polluants.

[0012] Par ailleurs, ces procédés sont encore plus coûteux.

[0013] On connaît encore le procédé décrit dans le document GB-A-2.022.131. Dans ce procédé de régénération d'huiles usagées une première phase de déshydratation et d'élimination d'hydrocarbures chlorés est réalisée dans un intervalle de température compris entre 100° et 200°. Puis un traitement alcalin est réalisé en système fermé à au moins 200°C par un mélange de soude et de potasse. Une distillation sous vide thermique atteignant une température de 480°C s'effectue ensuite.

[0014] L'objectif de la présente invention est donc la mise au point d'un procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées peu ou non polluant et dont la mise en oeuvre puisse être faite dans de bonnes conditions économiques.

[0015] C'est également un but de la présente invention de proposer un procédé de régénération d'huiles usagées permettant un taux de récupération en huile élevé.

[0016] A cet effet, l'invention concerne un procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées comportant une étape de traitement par une base forte.

[0017] Selon l'invention, le procédé comprend les étapes de traitements successives objet de la revendication 1.

[0018] Dans un mode de réalisation préféré, l'invention comporte la caractéristique suivante:

- La colonne de distillation sous vide coopère avec un évaporateur d'épuisement de fond de colonne.

[0019] L'invention concerne également une installation de régénération d'huiles usagées permettant la mise en oeuvre du procédé mentionné plus haut.

[0020] Cette installation fait l'objet de la revendication 3.

[0021] De préférence l'unité de distillation sous vide est associée à un évaporateur d'épuisement de fond de colonne.

[0022] Un mode de réalisation de l'invention sera décrit plus en détail en référence à la Figure unique qui est une représentation schématique de l'installation de régénération d'huiles usagées selon l'invention.

[0023] Les huiles usagées collectées peuvent avoir des origines diverses, il peut s'agir par exemple d'huile-moteur, d'huile d'engrenages ou d'huile hydraulique, d'huile turbine, etc... .

[0024] A l'arrivée de ces huiles à l'unité de régénération, leur aptitude au traitement est vérifiée.

[0025] En effet, le procédé de régénération de l'invention vise essentiellement l'élimination des composants légers, tels que l'essence, le gas-oil et l'eau, mais ne permet pas d'éliminer des composants aussi lourds que les huiles elles-mêmes mais ayant des propriétés physiques différentes. Il pourrait s'agir, par exemple, de fuel dont l'élimination ou le traitement ne pourrait être obtenu que par un procédé de raffinage complet.

[0026] Une teneur excessive des mélanges apportés en chlore pourrait être susceptible de provoquer une usure prématurée de l'installation.

[0027] Des huiles collectées contenant donc un pourcentage trop élevé de fuel, d'acide gras ou de chlore devraient être éliminées. Afin d'évaluer les concentrations en ces différents composés, on pratique les tests bien connus en eux mêmes en usage dans le domaine.

[0028] Parmi ceux-ci on peut citer le "Chlor Test" qui 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.

[0029] 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.

[0030] 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.

[0031] Les huiles usagées collectées 1 ayant subi avec succès ces différents tests sont réunies dans un réservoir 2.

[0032] Elles sont alors mélangées soit à l'intérieur même du réservoir, soit lors de leur extraction par des moyens classiques non représentés sur la Figure.

[0033] Des moyens de préchauffage 3 portent les huiles prélevées du réservoir 2 à une température comprise entre 140 et 160°C.

[0034] Une base stockée par ailleurs dans un réservoir 4 est apportée et mélangée par des moyens 5 aux huiles usagées préchauffées.

[0035] Une quantité de base pure comprise entre 1 et 3% en masse est ajoutée aux huiles usagées.

[0036] Ce taux peut être avantageusement précisé en fonction de la qualité des huiles usagées.

[0037] Les huiles usagées, portées à une température 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, l'évaporation de l'eau est produite par l'expansion brutale du mélange dans un ballon.

[0038] L'eau et les hydrocarbures légers sont extraits et le mélange restant est dirigé vers une unité 8 d'extraction de gas-oil (stripping). Cette élimination est réalisée par distillation dans une colonne.

[0039] Le gas-oil 9 est alors évacué et le mélange restant est conduit vers une colonne de distillation 10 permettant le fractionnement du mélange en coupes d'huile de base lubrifiantes et la séparation du résidu où se concentrent toutes les impuretés.

[0040] Les huiles de base peuvent être séparées à différents niveaux selon le nombre de coupes recherchées.

[0041] On a obtenu de bons résultats en séparant, d'une part, une huile de base de 150 Neutral 11 et une huile de base de 400 à 500 Neutral 12.

[0042] 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.

[0043] 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 combustibles.

[0044] 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 l'adjonction de la base pure provient de préférence de la récupération d'énergie effectuée sur les coupes d'huile de base lubrifiantes 11, 12 de la sortie de colonne 10.

[0045] 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.

[0046] Différentes pompes non représentées assurent la circulation du mélange et des produits extraits à travers l'installation décrite.

[0047] Le procédé et l'installation de l'invention permettent donc à partir des huiles usagées d'obtenir des huiles de base de qualités diverses réutilisables, des résidus utilisables, de l'eau, des hydrocarbures légers et du gas-oil.

[0048] Tous les produits obtenus sont donc réutilisables, c'est la raison pour laquelle ce procédé permet d'éviter les principaux risques de pollution.

[0049] Ce procédé permet d'obtenir un taux minimum de récupération de 90%. Ce taux est le rapport en masse des quantités d'huiles récupérées par ce procédé industriel, par rapport à celui des huiles récupérées en laboratoire, dans des conditions optimum indépendantes de toute considération économique.

[0050] Toutefois, le mode de réalisation préféré met en oeuvre la colonne de distillation sous vide associée à un évaporateur d'épuisement de fond de colonne. Il est ainsi possible d'obtenir un taux de récupération en coupe d'huile de base lubrifiante excellent, de diminuer les coûts d'investissement et d'exploitation par rapport aux autres procédés de régénération connus, d'obtenir des huiles régénérées aussi performantes que les huiles de base neuves et d'éliminer de celles-ci la quasi-totalité des métaux.

[0051] De plus, toutes les impuretés sont contenues dans leurs résidus qui, comme déjà indiqué, sont facilement valorisables.

[0052] L'installation de l'invention peut être mise en oeuvre aisément dans les meilleures conditions de fiabilité.

[0053] L'exemple chiffré suivant illustre la mise en oeuvre de l'invention.

[0054] En a), on a indiqué le résultat de la distillation sous vide des huiles usagées en laboratoire en fournissant les composants et leurs caractéristiques précises.

[0055] En b), on a représenté le résultat de la distillation obtenu par un procédé antérieur, sans adjonction de base. Ce procédé doit, selon l'art antérieur, être suivi du traitement chimique de finition, par un procédé traditionnel à l'acide et à la terre dont on a indiqué plus haut les inconvénients. Les résultats de ce traitement sont représentés en c).

[0056] En d), on a représenté la régénération des huiles selon le procédé industriel revendiqué.

[0057] Dans ces différents tableaux, les produits sont les composants récupérés.

[0058] Rdt représente leur rendement (Rapport en masse de la quantité récupérée par rapport à la quantité initiale d'huile usagée à régénérer).

[0059] T.A.N. représente leur acidité (teneur acid number).

[0060] VIS 40°C représente leur viscosité à 40°C exprimée en centistocks.

[0061] La couleur est exprimée par rapport à des couleurs de référence normalisées. Plus la valeur numérique indiquée est faible, meilleure est la couleur et l'apparence est une indication qualitative.

[0062] Ba représente le baryum, Ca le calcium, Pb le plomb, Zn le zinc, P le phosphore, Cr le chrome, Fe le fer et Si le silicium.

[0063] La comparaison du tableau c) avec le tableau d) fait ressortir la qualité supérieure des coupes d'huiles de base obtenues selon l'invention. En particulier les teneurs en métaux dans les huiles récupérées sont très inférieures et le rendement est plus important. De plus l'ensemble des coupes est aisément réutilisable.

[0064] Les essais moteurs des huiles régénérées selon l'invention ont montré leur équivalence aux huiles neuves. Elles sont plus performantes que celles régénérées par les procédés connus.

[0065] 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.

a) Distillation des huiles usagées au laboratoire

PRODUITS	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)	VIS 40°C (Cst)	COULEUR	APPARENCE
Gas-oil	4,06	2,01	2,97	5	
Coupe légère	23,15	0,75	27,05	<4	trouble
Coupe lourde	43,30	0,49	74,8	4,5	trouble
Résidu	19,60	-	-	-	-
Eau + Essence	8,39	-	-	-	-
Pertes	1,50	-	-	-	-

Rendement de la distillation: 66,45%

b) Distillation des huiles usagées à l'usine sans recours au pré-traitement alcalin
(Art antérieur)

PRODUITS	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)	VIS 40°C (Cst)	COULEUR	APPARENCE			
Gas-oil	6,99	4,70	3,70	5	trouble			
Coupe légère	12,40	0,10	30,57	<4	trouble			
Coupe lourde	49,95	0,41	75,98	4,5	trouble			
Résidu	20,27	-	-	-	-			
Eau + Essence + Pertes (dist.) Teneur en métaux (en ppm)	10,39	-	-	-	-			
	Ba	Ca	Pb	Zn	P	Cr	Fe	Si
Huile usagée	8	692	1138	694	704	5	84	77
Coupe légère	<2	<1	6	<1	8	<0,5	<0,5	26
Coupe lourde	<2	<1	5	<1	<5	<0,5	<0,5	6
Gas-oil	<2	<1	39	2	101	<0,5	8	327
Résidu	85	4901	2529	3469	2570	36	652	228

Rendement de la distillation: 62,35%

c) Régénération des huiles usagées à l'usine selon le procédé acide/terres
(Art Antérieur)

PRODUITS	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)	VIS 40°C (Cst)	COULEUR	APPARENCE								
Gas-oil (sans traitement)	6,99	4,70	3,70	5	Trouble								
Coupe légère	11,16	0,01	30,04	1,5	C+B								
Coupe lourde	44,05	0,05	75,85	3	C+B								
Résidu	20,27	-	-	-	-								
Eau + Essence													
+ Pertes (dist.)	10,39	-	-	-	-								
Pertes trait. chimique	7,14	-	-	-	-								
(en ppm)													
Teneur en métaux (en ppm)													
<table><tr><td>Ba</td><td>Ca</td><td>Pb</td><td>Zn</td><td>P</td><td>Cr</td><td>Fe</td><td>Si</td></tr></table>						Ba	Ca	Pb	Zn	P	Cr	Fe	Si
Ba	Ca	Pb	Zn	P	Cr	Fe	Si						
Coupe légère	<2	<1	5	<1	<5	<0,5	5						
Coupe lourde	<2	<1	5	<1	<5	<0,5	5						

Rendement de la régénération: 55,21%

Taux de récupération: 83,09% (calculé par rapport à la distillation au laboratoire sans prétraitement)

d) Régénération des huiles à l'usine selon l'invention

PRODUITS	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)	VIS 40°C (Cst)	COULEUR	APPARENCE			
Gas-oil	5,41	0,02	6,05	1,5	C+B			
Coupe légère	12,77	0,01	33,89	2	C+B			
Coupe lourde	49,99	0,01	84,91	2,5	C+B			
Résidu	20,44	-	-	-	-			
Eau + Essence + Pertes (dist.) Teneur en métaux (en ppm)	11,39	-	-	-	-			
	Ba	Ca	Pb	Zn	P	Cr	Fe	Si
Coupe légère	<2	<1	<2	<1	<5	<0,5	<0,5	3
Coupe lourde	<2	<1	<2	<1	<5	<0,5	<0,5	3
Gas-oil	<2	<1	6	<1	95	<0,5	1	122
Résidu	132	7624	2788	3500	2644	40	664	279

Rendement de la régénération: 62,76%

Taux de récupération: 94,45% (calculé par rapport à la distillation au laboratoire sans prétraitement)

Revendications

1. Procédé de régénération d'huile lubrifiantes usagées, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes de traitements successives suivantes :

a) homogénéisation des huiles collectées et élimination de celles-ci lorsqu'elles ne satisfont pas l'un des tests suivants :

- test du chlore à la flamme (chlor test),
- test de présence de fuel par le test de la tâche (Drop test),
- test de présence d'acide gras à la soude (fat test).

b) préchauffage dans lequel les huiles à régénérer sont portées à une température comprise entre 140° et 160°C;

c) adjonction d'hydroxyde de sodium en solution aqueuse en raison de 1 à 3 % de base pure, en masse d'huile lubrifiante;

d) déshydratation et extraction des hydrocarbures légers par détente (flash);

e) extraction et récupération de gas-oil (stripping);

f) extraction des impuretés par distillation fractionnée sous vide assurant la séparation en huiles de base lubrifiantes d'une part, et en résidu concentrant toutes les impuretés, d'autre part.

2. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées selon la revendication 1, **caractérisé en ce** la colonne de distillation sous vide coopère avec un évaporateur d'épuisement de fond de colonne.

3. Installation de régénération d'huiles usagées comportant :

- un réservoir (2) de stockage des huiles usagées,
- des moyens de mélange et d'homogénéisation des huiles initialement contenues dans le réservoir (2) de stockage,
- des moyens de préchauffage (3) portant les huiles usagées prélevées du réservoir (2) de stockage à une température comprise entre 140°C et 160°C,
- des moyens de stockage (4) d'hydroxyde de sodium pure,
- des moyens de mélange (5) d'hydroxyde de sodium en une proportion déterminée comprise entre 1 et 3 % en masse aux huiles usagées préchauffées,
- une unité d'extraction de l'eau et des hydrocarbures légers par détente (6) (flash), des huiles usagées, portées à une température élevée, additionnées d'hydroxyde de sodium pure,
- une unité d'extraction du gas-oil (8) (stripping), et
- des moyens d'extraction des impuretés (10, 14) comportant une unité de distillation sous vide (10).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Regeneration gebrauchter Schmieröle, **dadurch gekennzeichnet, dass** es nacheinander die folgenden Behandlungsschritte umfasst:

a) Homogenisieren der gesammelten Öle und Eliminierung derselben, wenn sie einen der folgenden Tests nicht bestehen:

- Chlorflammentest (Chlortest);
- Test auf Anwesenheit von Heizöl durch Fleckentest (Tropfentest);
- Test auf Anwesenheit von Fettsäure mit Soda (Fett-Test);

b) Vorerhitzen, wobei die zu regenerierenden Öle auf eine Temperatur zwischen 140 und 160 °C gebracht werden;

c) Hinzufügen von Natriumhydroxid in wässriger Lösung in einer Menge von 1 bis 3% reine Base, bezogen

auf die Masse des Schmieröls;

d) Entwässern und Entfernen leichter Kohlenwasserstoffe durch Entspannung (Flashverdampfen);

e) Entfernen und Rückgewinnen von Dieselöl (Strippen);

f) Entfernen von Verunreinigungen durch fraktionierende Destillation im Vakuum, die eine Auftrennung einerseits in rohe Schmieröle und andererseits in einen Rückstand, in dem alle Verunreinigungen konzentriert sind, gewährleistet.

2. Verfahren zur Regeneration gebrauchter Schmieröle gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Kolonne bei der Destillation im Vakuum mit einem Kolonnenboden-Absaugverdampfer zusammenarbeitet.

3. Vorrichtung zur Regeneration gebrauchter Öle, umfassend:

- einen Vorratsbehälter (2) für gebrauchte Öle;
- Einrichtungen zum Mischen und Homogenisieren der anfangs in dem Vorratsbehälter (2) enthaltenen Öle;
- Einrichtungen (3) zum Vorerhitzen, die die aus dem Vorratsbehälter (2) entnommenen gebrauchten Öle auf eine Temperatur zwischen 140 °C und 160 °C bringen;
- Einrichtungen (4) zur Aufbewahrung von reinem Natriumhydroxid;
- Einrichtungen (5) zum Zumischen von Natriumhydroxid in einem vorbestimmten Anteil zwischen 1 und 3 Massen-% zu den vorerhitzten gebrauchten Ölen;
- eine Einheit (6) zum Entfernen von Wasser und leichten Kohlenwasserstoffen durch Entspannung (Flashverdampfen) aus den gebrauchten Ölen, die auf eine erhöhte Temperatur gebracht und mit reinem Natriumhydroxid versetzt wurden;
- eine Einheit (8) zum Entfernen von Dieselöl (Strippen); und
- Einrichtungen (10, 14) zum Entfernen von Verunreinigungen, die eine Einheit (10) zur Destillation im Vakuum umfassen.

Claims

1. A method of regenerating used lubricating oils **characterised in that** it includes the following successive treatment steps :

a) homogenisation of the collected oils and removal of them when they do not satisfy one of the following tests:

- test for chlorine with a flame (chlorine test),
- test for the presence of fuel oil by the drop test,
- test for the presence of fatty acid with caustic soda (fat test);

b) pre-heating in which the oils to be regenerated are brought to a temperature between 140° and 160°C;

c) addition of sodium hydroxide in aqueous solution at an amount of 1 to 3% of pure base, based on the mass of lubricating oil;

d) dewatering and extraction of the light hydrocarbons by pressure reduction (flash),

e) extraction and recovery of gas oil (stripping);

f) extraction of the impurities by fractional distillation under vacuum providing the separation of the base lubricating oils on the one hand and of a residue that concentrates all the impurities on the other hand.

2. A method of regenerating used lubricating oils according to claim 1, **characterised in that** the column for the vacuum distillation works with an evaporator that drains the bottom of the column.

3. An installation for the regeneration of used oils comprising:

- a storage reservoir (2) for the used oils,
- means of mixing and homogenising the oils that are initially contained in the storage reservoir (2),
- means (3) of preheating the used oils taken in the storage reservoir (2) to a temperature between 140° and 160°C,
- means (4) of storing pure sodium hydroxide,
- means (5) of mixing sodium hydroxide in a specific proportion between 1 and 3% based on the mass of the used oils,
- a unit (6) for the extraction of the water and the light hydrocarbons by pressure reduction (flash) of the used oils at a high temperature added with pure sodium hydroxide,
- a unit (8) for the extraction of the gas oil (stripping), and
- means (10, 14) of extracting impurities including a vacuum distillation unit (10);

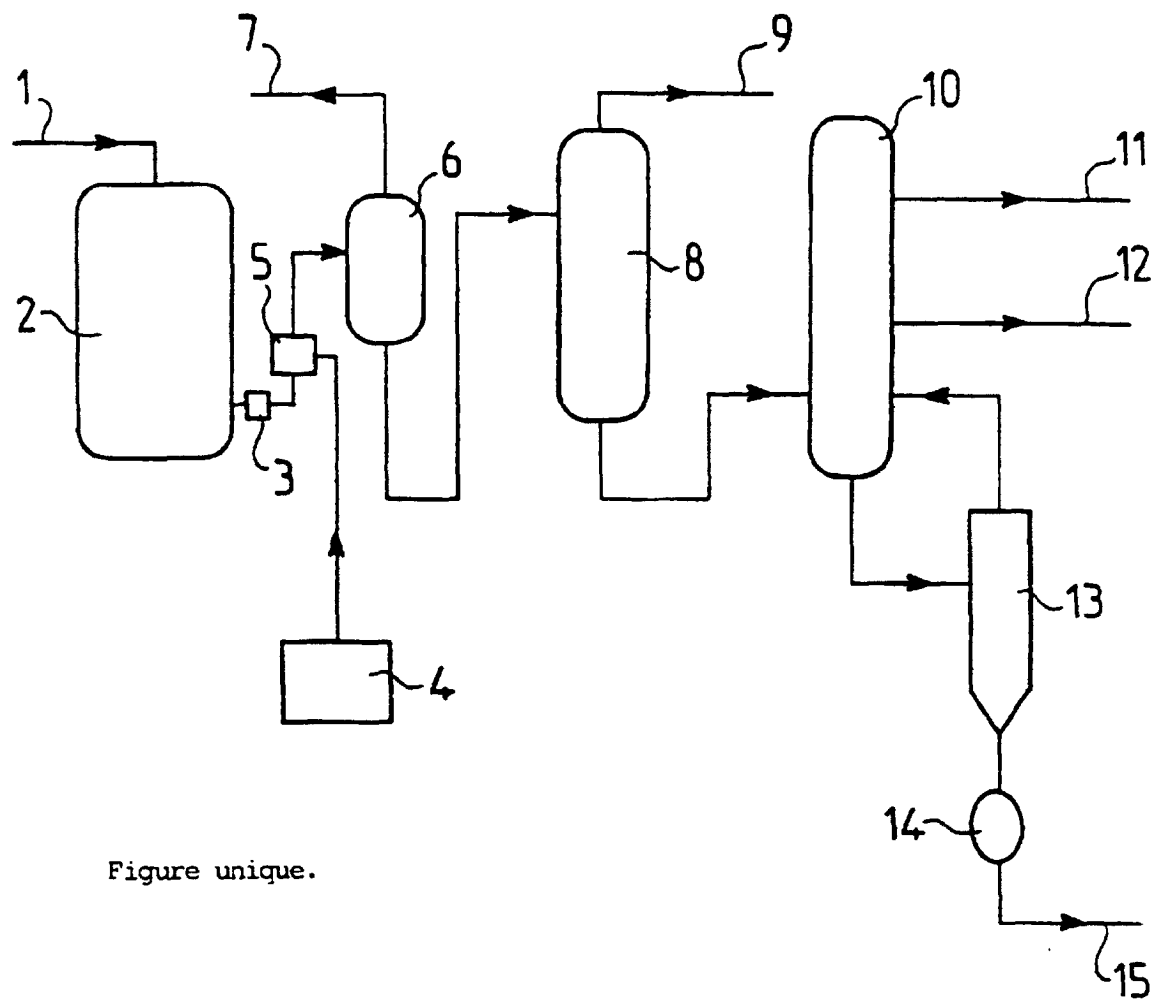


Figure unique.