

## PREPARATION DE GRAISSES A PARTIR D'HUILES LUBRIFIANTES REGENEREES

A. BEN AYED, R. CHAABOUNI\*, I. CHERIF et M. HASSAIRI  
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis — B.P. 37 - Belvédère - Tunis -

### SUMMARY :

Spent oils are rerefined using the acid-clay conventional scheme and then used for the synthesis of greases.

### RESUME :

Les huiles lubrifiantes usagées sont régénérées par le procédé acide-terre puis utilisées pour la préparation de graisses.

## I - INTRODUCTION

L'une des conséquences les plus évidentes de l'augmentation du coût du pétrole a été de reconnaître l'impérieuse nécessité de substantielles économies d'énergie et la nécessité aussi d'un meilleur usage, plus circonspect, des ressources énergétiques.

Le sensible regain d'intérêt que l'on observe pour la récupération et le recyclage "de déchets" industriels est significatif de l'évolution qui est en train de se produire.

triels est significatif de l'évolution qui est en train de se produire.

Parmi ces nouvelles industries, celle du reraffinage des huiles usagées connaît un essor important. On estime en Tunisie à 15000 tonnes la quantité d'huiles usagées rejetées chaque année. Cette perte significative en produits pétroliers a conduit les pouvoirs Publics à envisager d'installer prochainement une unité de régénération.

## II - LES PRINCIPAUX PROCEDES DE REGENERATION

On définit une huile usée comme étant une huile qui a perdu ses caractéristiques essentielles et qui par conséquent ne remplit plus sa fonction lubrifiante. Cette dégradation se traduit par l'altération de nombreuses propriétés :

- Abaissement du point éclair dû à la présence de carburant.
- Changement de viscosité
- Présence d'eau à l'état d'émulsion
- Forte teneur en plomb, en cendres et en carbone Conradson.

Le but du traitement consiste en l'élimination des principaux contaminants (eau, essence, gas-oil, dérivés d'additifs, asphaltes...) et l'ajustement de caractéristiques secondaires comme la couleur.

Les séquences de reraffinage sont généralement au nombre de quatre. :

- Déshydratation et élimination des composés volatils dont l'essence.
- Purification physique combinée ou non à des réactions chimiques.
- Raffinage (acide sulfurique ou hydrogénation catalytique).
- Etape de finition (adsorption sur terre activée et filtration).

### 1 - Deshydratation et Elimination des Volatiles :

Tous les procédés comprennent en première étape une colonne pour l'élimination de l'eau et des volatiles. L'eau présente à des faibles concentrations est éliminée en même temps que l'essence et des polluants

volatils de type phénols et autres dérivés d'additifs.

## 2 - Purification Physique :

Cette deuxième étape a pour but d'éliminer les particules en suspension (carbone, métaux d'usure, dérivés d'additifs, molécules oxydées à haut poids moléculaires...). Deux procédés, mis au point par l'IFP, peuvent être employés :

- La clarification au propane (1)
- L'ultrafiltration avec diluant (2)

## 3 - Raffinage

A ce stade l'objectif est de retrouver les propriétés de l'huile de base vierge par élimination des composés qui n'ont pas été retenus par le propane ou les membranes.

Trois méthodes sont applicables :

- Une acidification légère
- Une hydrogénation catalytique
- Une adsorption sélective sur résine.

## 4 - Traitement de Finition

Cette étape finale permet d'ajuster la couleur, le carbone Conradson et d'améliorer par là même les autres propriétés.

## III - LE PROCÉDE ACIDE-TERRE

Le choix d'un procédé est bien entendu fonction de nombreux paramètres et en particulier de la quantité d'huile à régénérer.

Dans le cas de la Tunisie (15000 tonnes/an récupérables) le procédé conventionnel "Acide-Terre" semble le mieux approprié.

Ce procédé, que nous avons retenu pour réaliser notre étude, ne comporte pas l'étape de purification physique et nécessite par conséquent l'addition à l'huile déshydratée d'une quantité assez importante d'acide sulfurique durant l'étape de raffinage.

### 1 - Caractéristiques des huiles usagées

Nous avons rassemblé dans le tableau I les caractéristiques d'huiles provenant des stations services, des sociétés de transport et des industries, ainsi que celle d'un mélange 2 : 2 : 1 de ces trois huiles (4) (5). L'opération de régénération a été effectuée sur le mélange.

### 2 - Caractéristiques des huiles régénérées

Dans le tableau II sont rapportées les analyses standards effectuées sur les huiles régénérées. Les résultats obtenus indiquent que ces huiles ont des caractéristiques très comparables à celles des bases huiles vierges.

### 3 - Bilan Matière

Sur la figure 1 est représenté le bilan matière de l'opération de traitement. Sur les 15000 tonnes d'huiles, usées de départ on récupère 2250 tonnes de gas-oil, 9450 tonnes d'huile et 4800 tonnes de boues acides. Le rejet de boues acides constitue l'inconvénient majeur du procédé (6).

TABLEAU I  
**CARACTERISTIQUES DES HUILES USEES**

Caractéristiques \ Huiles	Stations Service	Sociétés de Transport	Industries	Mélange
Densité à 20°C	0,893	0,901	0,905	0,902
Viscosité à 100°F (en cSt.)	37,26	111	173,1	63,8
Viscosité à 210°F (en cSt.)	10,6	18,9	11,5	12,6
Indice de Viscosité	173	143	99	150
Point éclair °C (v.o)	128	241	264	151
Point de feu °C	156	265	274	205
Carbone Conradson %	2,10	1,10	1,35	1,70
Teneur en cendres %	0,8	1,1	0,2	0,8
Teneur en eau %	≈ 0,3	≈ 0	≈ 0	0,15

TABLEAU II  
**CARACTERISTIQUES DES DIFFERENTES COUPES D'HUILES REGENERES**

Caractéristiques \ Huiles	Huile légère	Huile Moyenne	Huile Lourde	Huile cylindre
Densité à 20°C	0,875	0,885	0,888	0,898
Viscosité à 210°F (en cSt)	5,9	8,1	9,8	18,2
Point éclair °C (v.o)	183	218	231	276
Point de feu °C	194	238	261	294
Carbone Conradson %	0,025	0,03	0,04	0,08
Rendement* Global %	14	14	9	26

\* On obtient également 15% de gas-oil.

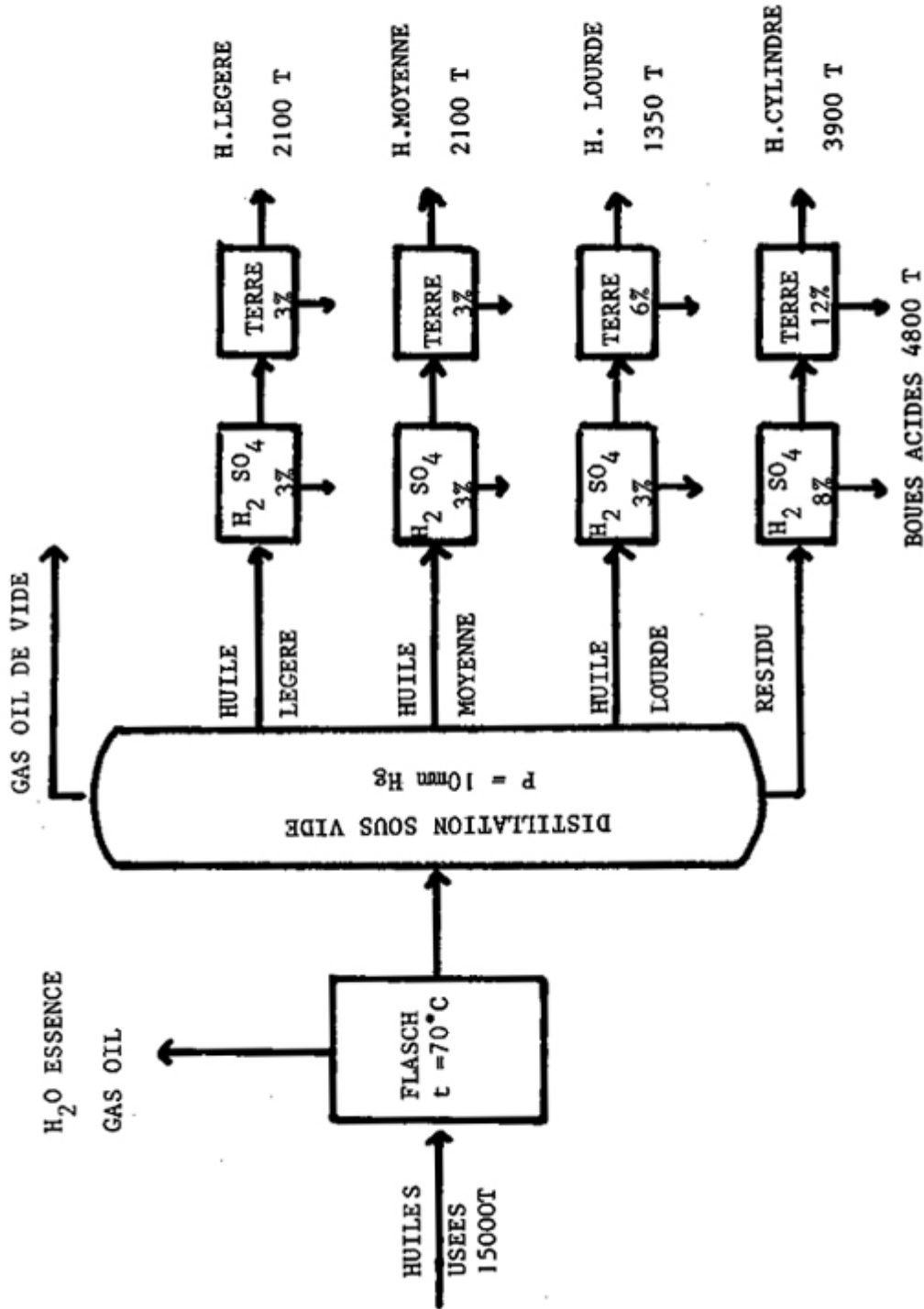


FIGURE 1 : Bilan Matière

#### IV - PREPARATION DES GRAISSES

Ce sont des émulsions de savon dans l'huile de sorte que les qualités et les propriétés d'une graisse dépendront des matières premières utilisées pour sa fabrication.

Le corps gras peut être d'origine animale (suif, cire de spermaceti...) ou végétale (huile de coton, de colza...). Les bases les plus employées sont celles dérivant des métaux alcalins et alcalino-terreux.

- La préparation d'une graisse est une opération relativement simple qui se déroule en 3 étapes :
- saponification du corps gras dans l'huile,
  - cuisson du savon avec l'huile et addition, le cas échéant, d'additifs,
  - malaxage et désaération ou lissage.

La principale difficulté réside dans la détermination des conditions expérimentales qui permettent d'obtenir un produit répondant aux normes.

Deux caractéristiques, conditionnent les performances d'une graisse : son point de goutte et sa pénétrabilité.

L'essai normalisé du point de goutte (7) indique la température à laquelle la graisse devient liquide, ce qui permet par conséquent de connaître la température maximale de son utilisation. Le deuxième essai (8) mesure la consistance à température ambiante du produit.

Notre travail a porté sur la préparation d'une graisse calcique et d'une graisse lithiée.

##### 1 - Graisses au Calcium

Les graisses au calcium sont insolubles dans l'eau mais relativement fusibles. Elles sont surtout utilisées pour la lubrification des chassis de véhicules (graisses ordinaires).

Le corps gras que nous avons utilisé est du suif de bœuf. La saponification est effectuée en présence d'huile cylindre, la cuisson du savon est réalisée avec de l'huile légère afin d'améliorer la consistance du produit.

Dans le tableau III sont rapportées les conditions expérimentales qui nous ont permis d'obtenir les meilleurs résultats ainsi que les caractéristiques de la graisse.

TABLRAU III

#### FORMULE ET CARACTERISTIQUES DE LA GRAISSE AU CALCIUM

Composition (% en poids)	Conditions Expérimentales	Caractéristiques
Suif 30,30	Saponification :	Pt. de goutte 93 ± C
Ca (OH) <sub>2</sub> 3,04	1 heure à 160 ± C	Pénétrabilité 261
H. Cylindre 45,45	Cuisson :	Densité 0,839
H. Légère 21,21	1 heure à 100 ± C	Teneur en cendres 0,5%

## 2 - Graisses au Lithium

Les graisses au lithium représentent par excellence celles "à tout faire" et conviennent donc aux applications les plus diverses. Elles sont insolubles dans l'eau, possèdent un point de goutte élevé et une consistance peu sensible aux effets de température.

Nous avons fait varier, là également, divers paramètres et étudié le comportement de la graisse.

TABLEAU IV

### FORMULE ET CARACTERISTIQUES DE LA GRAISSE AU LITHIUM

Composition (% en poids)	Conditions Expérimentales	Caractéristiques
Suif 17,80	Saponification :	Pt. de goutte 147° C
Li OH 3,56	1 heure à 140° C	Pénétrabilité 297
H <sub>2</sub> O 7,61	Cuisson :	Densité 0,915
H. Cylindre 31,72	1 heure à 100° C	Teneur en cendres 0,6%
H. Légère 39,34		

Sur les figures 2 et 3 sont représentées respectivement la variation de la pénétrabilité en fonction du temps de préparation et de la quantité d'huile, sur la figure 4 est indiquée la variation du point de goutte en fonction du volume d'huile ajoutée lors de la saponification.

Dans le tableau IV sont rapportées les conditions expérimentales qui nous ont permis d'obtenir les meilleurs résultats ainsi que les caractéristiques de la graisse.

Afin d'améliorer les caractéristiques de la graisse et essentiellement le point de goutte, nous avons introduit divers additifs : talc, graphyte, sulfate de zinc, oxyde de zinc.

Les meilleurs résultats ont été obtenus avec ZnO. L'addition de 0,5 % d'oxyde de zinc fait passer le point de goutte de 147° C à 173° C (figure 5). Il est cependant à noter que la graisse devient plus consistante et sa mise en œuvre plus difficile.

## V - CONCLUSION

La régénération des huiles usagées par le procédé acide terre permet l'obtention d'une large gamme d'huiles lubrifiantes ayant les mêmes propriétés que les huiles neuves. Une partie de ces huiles peut être utilisée pour la fabrication de graisses lubrifiantes et notamment de graisses lithiées. Les propriétés de ces composés peuvent être nettement améliorées par l'addition d'adjuvants.

Nous remercions l'E.T.A.P. et ESSO-TUNISIE pour leur aide.

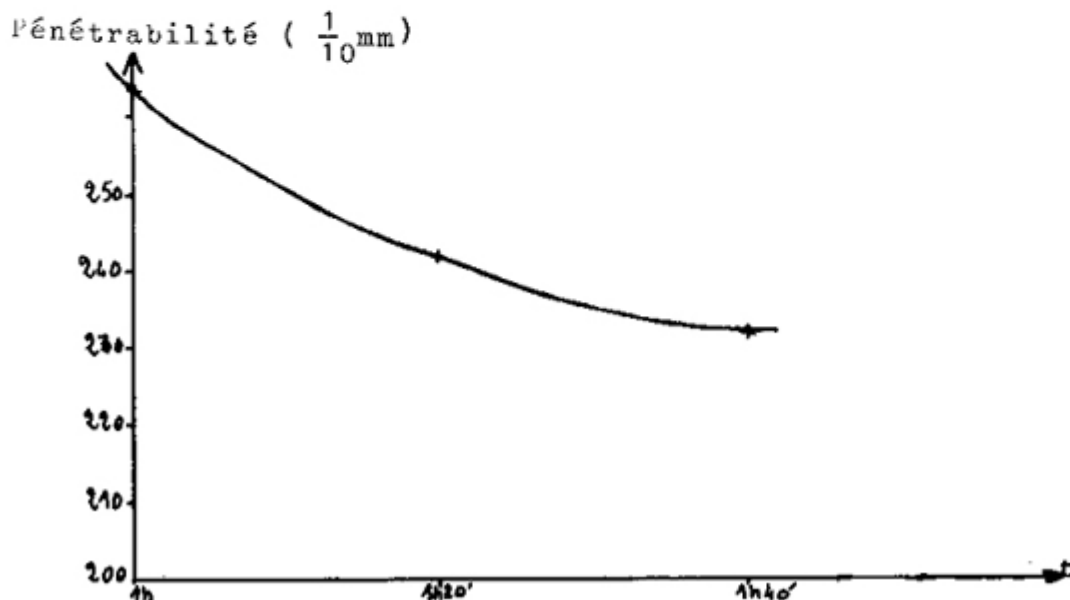


Figure 2 : Variation de la pénétrabilité en fonction du  
du temps de préparation

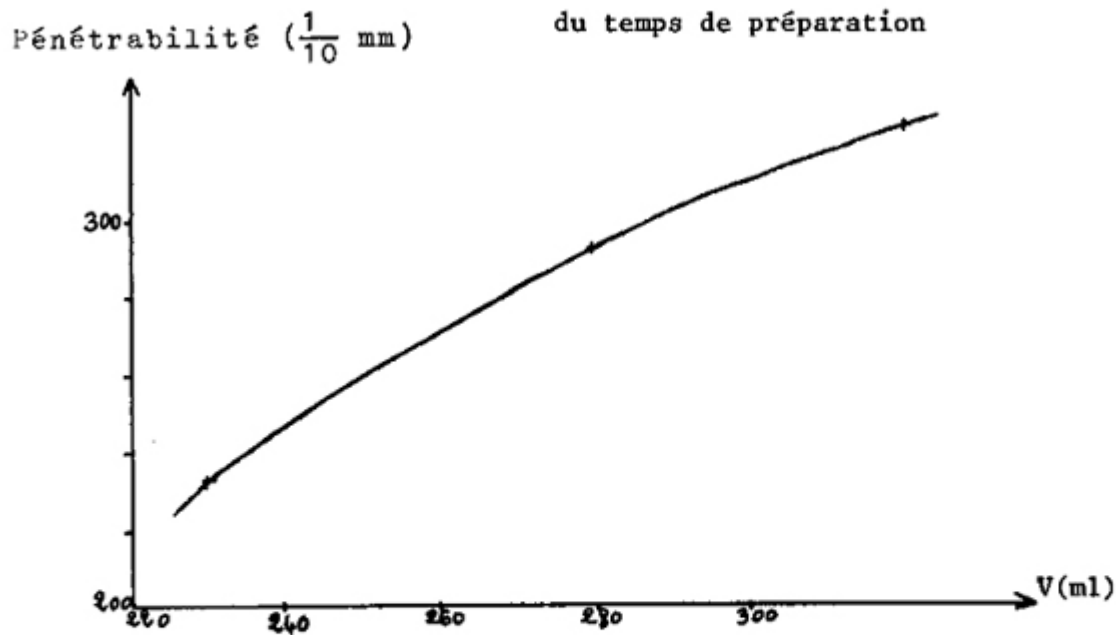


Figure 3 : Variation de la pénétrabilité en fonction du  
volume d'huile.

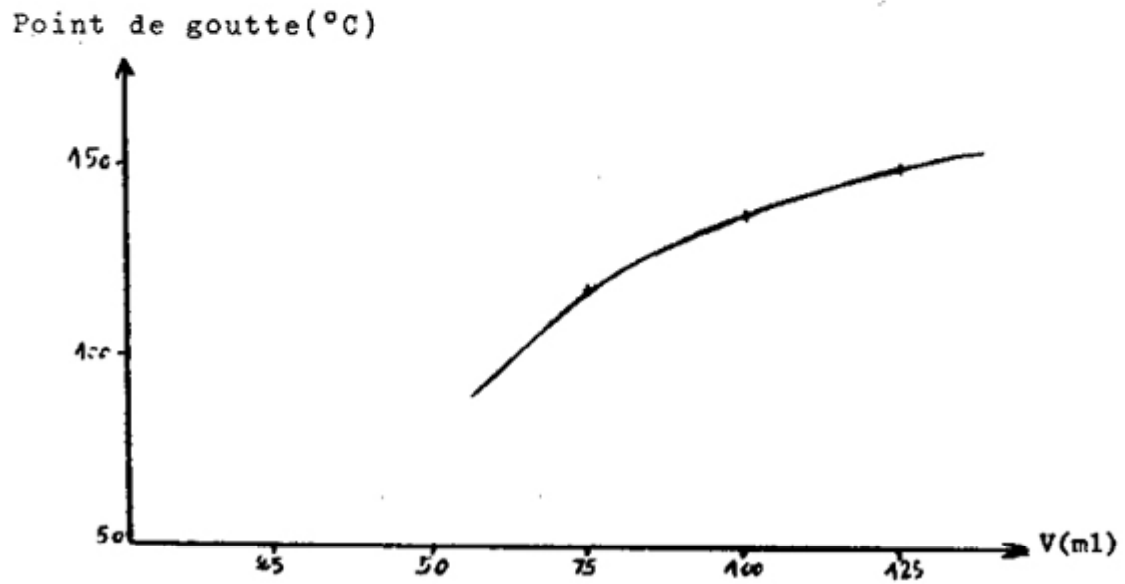


Figure 4: Variation du point de goutte en fonction du volume d'huile

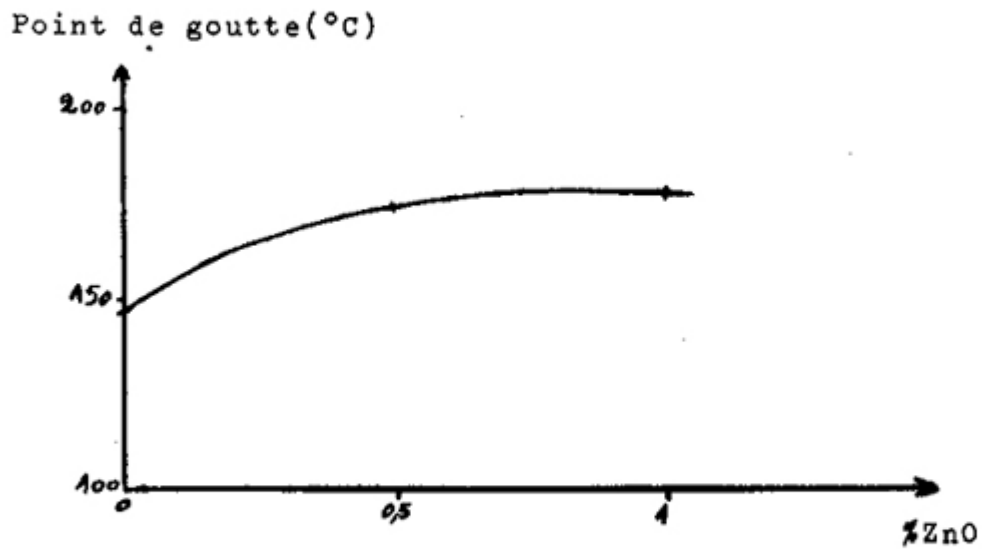


Figure 5 : Variation du point de goutte en fonction du % de ZnO.



**B I B L I O G R A P H I E**

- (1) F. AUDIBERT. Revue de l'I.F.P. 1978, 6, 935
- (2) F. AUDIBERT, D. DEFIVES, R. AVRILLON, C. MINISCLOUX, R. ROULET et X. MARZE.  
Reclaiming of spent lubricating oils by ultrafiltration.  
Third International Conference on Waste Oil Recovery and Reuse - Houston Octobre 1978
- (3) New Rerefining Alternatives for Waste Oils. Rapport I.F.P. N 26851
- (4) Les analyses ont été effectuées conformément aux spécifications A. S. T. M.  
Pour une revue voir : A.B.C. du Graissage par J.L.E. GROFF - Editions Technip
- (5) La composition du mélange traduit la production de chaque secteur.
- (6) Le bilan matière a été extrapolé.  
Il est possible de convertir les boues acides en bitumes par traitement thermique à 200 C.
- (7) Annual Book of A.S.T.M. Standards. 23, D281, 1974
- (8) Annual Book of A.S.T.M. Standards. 23, D217, 1974