

Description**Titre : Méthode de purification d'huiles lubrifiantes au moins en partie re-raffinées****Domaine technique**

- 5 La présente invention concerne le domaine du re-raffinage ou régénération de compositions lubrifiantes usagées. Plus précisément, la présente invention concerne une méthode de purification d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, permettant d'accéder à une huile lubrifiante présentant notamment une teneur réduite en silicium, adaptée à son utilisation comme huile de base pour la formulation d'une composition lubrifiante neuve.

10

Technique antérieure

- Les compositions lubrifiantes, dites encore plus simplement « lubrifiants », sont communément mises en œuvre dans les systèmes mécaniques à des fins principales de réduction des forces de frottement entre les différentes pièces métalliques en mouvement et
- 15 pour prévenir une usure prématurée voire un endommagement de ces pièces, en particulier de leur surface. Par exemple, elles sont utilisées dans divers systèmes mécaniques de véhicules, incluant le moteur, la transmission ou encore le circuit hydraulique.

- Lors de leur utilisation, les compositions lubrifiantes sont soumises à des contraintes qui engendrent leur dégradation et conduisent à une augmentation du taux d'éléments
- 20 indésirables, pouvant provenir d'une dégradation de l'huile de base elle-même ou des additifs généralement présents dans les compositions lubrifiantes, de polluants externes, tels que les poussières, des éléments émanant de l'usure des pièces avec lesquelles l'huile est en contact lors de son utilisation ou encore des fractions de carburant provenant du moteur.

- Ces différents éléments indésirables sont susceptibles d'impacter négativement les
- 25 propriétés de la composition lubrifiante qui devient ainsi, après usage, une composition lubrifiante dite « usagée », « usée » ou encore « dégradée ». C'est pourquoi les compositions lubrifiantes nécessitent d'être remplacées après une certaine durée d'utilisation.

- En considération des problématiques actuelles de protection de l'environnement et de la conservation des ressources, des recherches ont porté sur le développement de méthodes de
- 30 re-raffinage ou de reconditionnement des compositions lubrifiantes usagées, à des fins de régénérer des huiles lubrifiantes pouvant être réutilisées pour la formulation de nouvelles compositions lubrifiantes.

Pour ce faire, les compositions lubrifiantes usagées sont généralement soumises à différentes opérations visant à éliminer les contaminants et autres éléments indésirables qui y sont présents, et sont ainsi amenées à subir des opérations similaires à celles employées dans le domaine du raffinage des huiles pétrolières. Par exemple, parmi les nombreuses méthodes
5 proposées pour re-raffiner des compositions lubrifiantes usagées, peut être citée celle décrite dans le document EP 0 708 174, et comprenant des étapes de déshydratation, de distillation sous vide, d'extraction à l'aide d'un solvant et d'hydrotraitement.

Un procédé de préparation d'une huile lubrifiante régénérée, présentant avantageusement une teneur réduite en hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAPs) indésirables
10 présents dans une composition lubrifiante usagée, est également décrit dans le document WO 2018/109208, et comprend le passage de la composition lubrifiante usagée sur du charbon actif.

Toutefois, même si de tels procédés permettent d'obtenir des huiles lubrifiantes re-raffinées
15 présentant de bonnes performances, ces huiles re-raffinées ou régénérées comprennent généralement des teneurs en silicium encore significativement supérieures à celles des huiles de base conventionnelles issues directement du raffinage pétrolier.

Or, la présence de silicium dans les huiles de base destinées à la formulation de lubrifiants, notamment pour la lubrification de systèmes de motorisations mobiles ou stationnaires, en
20 particulier de lubrifiants moteurs, est indésirable compte-tenu des problèmes d'usure qu'elle peut engendrer.

Dès lors, la quantité en huiles lubrifiantes re-raffinées, ou encore la nature des huiles lubrifiantes re-raffinées, pouvant être incorporées pour la formulation de compositions lubrifiantes, est limitée afin de respecter les spécifications requises pour le lubrifiant en
25 termes de teneur en silicium. Par conséquent, les huiles lubrifiantes re-raffinées sont généralement introduites dans des quantités limitées au profit d'huiles de bases neuves.

Il demeure ainsi un besoin d'optimiser la composition des huiles re-raffinées, en particulier d'en réduire la teneur en silicium, afin de pouvoir valoriser pleinement ces huiles régénérées
30 pour leur utilisation comme huiles de base dans la formulation de compositions lubrifiantes.

Exposé de l'invention

La présente invention vise précisément à s'affranchir de la contrainte liée à la présence d'éléments indésirables, tel que le silicium, dans les huiles régénérées.

Elle propose plus particulièrement une nouvelle méthode de purification des huiles lubrifiantes au moins en partie re-raffinées, permettent avantageusement d'en réduire la teneur en éléments indésirables, notamment en silicium, afin d'accéder à des huiles régénérées et purifiées utilisables comme huiles de base pour la formulation de compositions lubrifiantes.

Ainsi, l'invention concerne, selon un premier de ses aspects, un procédé ou une méthode de purification d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, ledit procédé comprenant au moins les étapes suivantes :

(a) mise en contact de ladite huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, dite « huile lubrifiante régénérée » avec de 0,1 % à 50 % massique d'au moins une base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux ; et

(b) récupération de ladite huile lubrifiante purifiée par séparation de la base forte comprenant le cation de métal alcalin ou alcalino-terreux du produit obtenu à l'issue de l'étape (a).

De préférence, comme détaillé dans la suite du texte, l'étape (a) de mise en contact de l'huile lubrifiante régénérée avec ladite base forte est opérée en présence d'eau et, de préférence, l'étape (b) de séparation de ladite base forte est réalisée *via* une ou plusieurs étapes de filtration, de distillation, de décantation et/ou d'extraction liquide/liquide, de préférence d'extraction liquide/liquide, en particulier avec de l'eau.

Un tel procédé a déjà été proposé à des fins de purifier des charges contenant des huiles de pyrolyse de déchets plastiques en vue de leur utilisation dans un procédé de vapocraquage, dans les demandes déposées sous les numéros FR2104616, FR2104617 et FR2109395.

En revanche, à la connaissance des inventeurs, il n'a jamais été proposé de tirer profit de cette voie de purification des huiles de pyrolyse de plastique, pour purifier des huiles lubrifiantes en partie re-raffinées, et notamment en vue d'en abaisser la teneur en silicium.

On entend désigner selon l'invention, par « composition lubrifiante usagée » (ou plus simplement « lubrifiant usagé » ou encore « huile usagée »), toute composition lubrifiante ayant été utilisée pour la lubrification de pièces en mouvement, en particulier de pièces métalliques, d'un système mécanique, tels que les roulements, les engrenages ou les moteurs.

Une composition lubrifiante usagée peut provenir de différentes sources. En particulier, comme détaillé dans la suite du texte, il peut s'agir d'un lubrifiant ayant servi à la lubrification d'un système de motorisation, en particulier « mobile », ou encore à la lubrification d'un système dit industriel, en particulier « stationnaire ».

- 5 Il est entendu qu'une composition lubrifiante usagée peut être un mélange de plusieurs compositions lubrifiantes usagées, provenant d'une même source ou de plusieurs sources différentes.

Du fait de leur origine, les lubrifiants usagés, en particulier les lubrifiants de moteurs, comprennent un certain nombre de produits de dégradation dérivés de l'huile elle-même ou
10 des additifs qu'elle contient, ainsi que des particules de métal, des oxydes métalliques et autres éléments, issus par exemple du moteur. Une huile usagée peut contenir en particulier une teneur élevée en éléments indésirables, par exemple en calcium (Ca), en fer (Fe), en magnésium (Mg), en sodium (Na), en nickel (Ni), en phosphore (P), en silicium (Si), en chlore (Cl), en zinc (Zn) etc.

- 15 A la différence d'une « composition lubrifiante usagée », l'expression « composition lubrifiante neuve » au sens de l'invention désigne une composition lubrifiante n'ayant pas encore été utilisée pour la lubrification des pièces en mouvement d'un système mécanique, et qui est prête à cet usage.

- 20 Dans le cadre de la présente invention, l'expression « huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée », également appelée plus simplement dans la suite du texte « huile régénérée » ou encore « huile recyclée », désigne une huile issue au moins en partie d'une composition lubrifiante usagée ayant été soumise à une ou plusieurs étapes de traitement, connues comme traitement de re-raffinage.

- 25 Autrement dit, une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée est obtenue à l'issue d'une ou plusieurs étapes de traitement d'un lubrifiant usagé, visant à éliminer, au moins en partie, un certain nombre d'éléments contaminants qui y sont présents, tels que la poussière, l'eau, des fractions de carburant, des éléments métalliques et autres résidus issus de la dégradation des additifs présents dans le lubrifiant.

- 30 Comme détaillé dans la suite du texte, ces étapes de pré-traitement auxquelles les huiles lubrifiantes ont été soumises, avant leur mise en œuvre dans un procédé de purification selon l'invention, peuvent en particulier être choisies parmi des étapes de déshydratation, de

distillation, de filtration, d'hydrogénation, d'extraction liquide/liquide, de décantation et/ou de passage du lubrifiant usagé sur un matériau adsorbant, en particulier sur du charbon activé.

- Une composition au moins en partie re-raffinée selon l'invention se distingue ainsi d'une composition ou huile lubrifiante usagée. Comparativement à un lubrifiant usagé, l'huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée présente notamment une teneur réduite en certains contaminants indésirables, par exemple en eau ou en carburant, et avantageusement une teneur réduite en HAP, et satisfait préférentiellement à un certain nombre de normes de qualité requises pour une huile lubrifiante de base.
- 10 Une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée selon l'invention est également distincte d'une huile de base vierge ou neuve (c'est-à-dire une huile de base raffinée), notamment au regard de la teneur en silicium présente au niveau de l'huile régénérée.

- En particulier, une huile au moins en partie re-raffinée mise en œuvre dans le procédé de traitement selon l'invention peut comprendre une teneur en silicium particulièrement élevée et, en tout état de cause, indésirable pour la mise en œuvre de cette huile régénérée pour la formulation d'une composition lubrifiante.
- 15

- La teneur en silicium d'une huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de purification selon l'invention peut être notamment strictement supérieure à 2 ppm, de préférence supérieure ou égale à 5 ppm, en particulier supérieure ou égale à 10 ppm, plus particulièrement supérieure ou égale à 15 ppm, par exemple supérieure ou égale à 20 ppm, voire supérieure ou égale à 30 ppm.
- 20

Dans certains cas, la teneur en silicium d'une huile lubrifiante régénérée peut aller jusqu'à 285 ppm, voire jusqu'à 290 ppm, voire même jusqu'à 300 ppm.

- 25 La teneur en silicium peut être évaluée par toute méthode connue de l'homme du métier, par exemple par fluorescence X (XRF), par spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif (ICP-AES) ou encore par spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS).
- 30 De manière avantageuse, comme illustré dans les exemples qui suivent, le procédé de purification selon l'invention d'une huile lubrifiante régénérée permet de réduire de manière significative la teneur en silicium présente au niveau de l'huile régénérée.

Avantageusement, la teneur en silicium initialement présent dans l'huile lubrifiante régénérée peut être diminuée d'au moins 50 % massique de sa valeur initiale, en particulier d'au moins 60 %, avantageusement d'au moins 70 %, de préférence d'au moins 80 % de sa valeur initiale.

- 5 De manière avantageuse, en particulier quelle que soit la teneur en silicium de l'huile lubrifiante régénérée de départ, le procédé selon l'invention permet de réduire la quantité de silicium à une teneur strictement inférieure à 10 ppm, en particulier inférieure ou égale à 7 ppm, en particulier inférieure ou égale à 5 ppm.

- Ainsi, le procédé de purification de l'invention s'avère particulièrement avantageux pour
10 traiter des huiles lubrifiantes régénérées présentant, en dépit des traitements de re-raffinage auxquelles elles ont été soumises, une teneur résiduelle élevée en silicium, non souhaitable pour leur mise en œuvre comme huiles de base pour la formulation de lubrifiants neufs.

- L'invention concerne ainsi, selon un autre de ses aspects, un procédé ou une méthode de réduction de la teneur en silicium dans une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée,
15 ledit procédé mettant en œuvre au moins les étapes (a) et (b) définies précédemment.

Elle concerne encore l'utilisation d'au moins un procédé de purification selon l'invention, mettant en œuvre au moins les étapes (a) et (b) précitées, pour réduire la teneur en silicium d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée.

- Elle concerne encore un procédé de préparation d'une huile lubrifiante au moins en partie
20 re-raffinée comprenant moins de 10 ppm, en particulier moins de 7 ppm, de préférence moins 5 ppm de silicium, à partir d'huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, ledit procédé mettant en œuvre au moins les étapes (a) et (b) définies précédemment.

- Par ailleurs, de manière avantageuse, comme illustré dans les exemples qui suivent, en plus
25 de réduire de manière significative la teneur en silicium de l'huile régénérée, le procédé de l'invention permet avantageusement de réduire la teneur en d'autres éléments pouvant être considérés comme indésirables, notamment en chlore, en azote et/ou en oxygène. Ces éléments peuvent s'avérer indésirables au niveau du lubrifiant, notamment au regard des effets de corrosion (pour le chlore), des modifications des propriétés interfaciales (pour
30 l'azote) et de tendance à l'oxydation (pour l'oxygène) qu'ils peuvent engendrer.

En particulier, le procédé de l'invention, notamment dans le cas où l'huile régénérée comprend une teneur élevée en chlore, permet avantageusement de réduire de manière

significative cette teneur. Une telle réduction de la teneur en chlore est avantageuse compte-tenu des effets indésirables de corrosion pouvant être provoqués par le chlorure d'hydrogène susceptible d'être généré par le chlore résiduel présent dans l'huile lubrifiante.

Avantageusement, la teneur en chlore d'une huile régénérée traitée selon l'invention est
5 inférieure ou égale à 30 ppm, en particulier inférieure ou égale à 25 ppm, et plus particulièrement inférieure ou égale à 10 ppm, voire inférieure ou égale à 5 ppm.

L'invention concerne ainsi l'utilisation d'un procédé de purification selon l'invention, mettant en œuvre au moins les étapes (a) et (b) précitées, pour réduire la teneur en silicium, en chlore, en oxygène et/ou en azote, en particulier en silicium et/ou en chlore, plus
10 particulièrement en silicium d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée.

De manière avantageuse, comme illustré dans les exemples qui suivent, le procédé de l'invention permet également de réduire les teneurs en bore et en phosphore présents dans les huiles régénérées.

L'invention concerne ainsi l'utilisation d'un procédé de purification selon l'invention, mettant en œuvre au moins les étapes (a) et (b) précitées, pour réduire les teneurs en silicium, en chlore, en oxygène, en azote, en bore et/ou en phosphore, d'une huile lubrifiante au moins
15 en partie re-raffinée.

L'huile lubrifiante régénérée et purifiée, obtenue à l'issue du procédé de traitement selon
20 l'invention, s'avère particulièrement adaptée, et ce sans nécessiter de traitement de purification additionnel, pour sa mise en œuvre comme huile de base, par exemple à des fins d'être commercialisée telle quelle, post-traitée en fractions de différentes viscosités ou encore formulée avec des additifs pour produire une nouvelle composition lubrifiante.

En particulier, le procédé de l'invention permet avantageusement de s'affranchir de la contrainte de mise en œuvre des huiles lubrifiantes régénérées pour la formulation de nouveaux lubrifiants, liée à leur teneur en silicium.

Ainsi, les huiles lubrifiantes régénérées et purifiées selon le procédé de l'invention peuvent être incorporées seules ou en mélange avec une ou plusieurs huiles de base vierges, pour la
30 formulation d'un lubrifiant, sans limitation de quantité, puisqu'elles ne contribuent pas à augmenter la teneur en silicium dans le lubrifiant.

Ainsi, la présente invention concerne encore, selon un autre de ses aspects, l'utilisation d'une huile lubrifiante régénérée et purifiée selon le procédé selon l'invention, pour formuler une composition lubrifiante neuve, en particulier en l'additif avec un ou plusieurs additifs conventionnels dans le domaine des lubrifiants.

5 L'invention concerne en particulier un procédé ou une méthode de préparation d'une composition lubrifiante comprenant au moins les étapes suivantes :

(i) purifier une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée par un procédé de purification selon l'invention tel que défini ci-dessus, de préférence ledit procédé ne comprenant aucune étape de distillation ultérieure à l'étape (b) ;

10 (ii) éventuellement, mélanger ladite huile lubrifiante purifiée de l'étape (i) avec une ou plusieurs autres huiles lubrifiantes, en particulier choisies parmi des huiles de base vierges, des huiles lubrifiantes régénérées et purifiées selon le procédé de l'invention et des huiles lubrifiantes au moins en partie re-raffinées ;

(iii) supplémenter ladite huile lubrifiante purifiée issue de l'étape (i) ou le mélange d'huiles
15 lubrifiantes de l'étape (ii), avec au moins un additif, de préférence choisi parmi les additifs modificateurs de frottement, les additifs extrême-pression, les additifs anti-usure, les détergents, les antioxydants, les améliorants de l'indice de viscosité, les additifs abaisseurs du point d'écoulement, les dispersants, les agents anti-mousse, les épaississants, et leurs mélanges.

20

D'autres caractéristiques, variantes et avantages du procédé de purification des huiles lubrifiantes au moins en partie re-raffinées selon l'invention ressortiront mieux à la lecture de la description et des exemples qui suivent, donnés à titre illustratif et non limitatif de l'invention.

25

Les expressions « compris entre ... et ... », « allant de ... à ... », « formé de ... à ... », et « variant de ... à ... », doivent se comprendre bornes incluses, sauf mention contraire.

Dans la description et les exemples, sauf indication contraire, les pourcentages sont des pourcentages massiques. Les pourcentages sont donc exprimés en masse par rapport à la
30 masse totale de la composition.

Description détaillée

Huile lubrifiante régénérée

Le procédé de l'invention permet de purifier toute huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, dite « huile régénérée », autrement dit toute huile lubrifiante issue d'une composition lubrifiante usagée ayant été soumise à une ou plusieurs étapes de traitement de raffinage.

Les compositions lubrifiantes usagées et, par conséquent, les huiles lubrifiantes régénérées, comprennent, en quantité majoritaire, une ou plusieurs huiles de base conventionnellement utilisées dans le domaine des lubrifiants, telles que les huiles minérales, synthétiques ou naturelles, animales ou végétales ou leurs mélanges.

Il peut s'agir d'un mélange de plusieurs huiles de base, par exemple un mélange de deux, trois, ou quatre huiles de base.

Ces huiles de base peuvent être en particulier des huiles d'origines minérales ou synthétiques appartenant aux groupes I à V selon les classes définies dans la classification API (ou leurs équivalents selon la classification ATIEL) et présentées dans le tableau suivant ou leurs mélanges.

[Tableau 1]

	Teneur en saturés	Teneur en soufre	Indice de viscosité (VI)
Groupement I Huiles minérales	< 90 %	> 0,03 %	$80 \leq VI < 120$
Groupement II Huiles hydrocraquées	≥ 90 %	$\leq 0,03$ %	$80 \leq VI < 120$
Groupement III Huiles hydrocraquées ou hydro-isomérisées	≥ 90 %	$\leq 0,03$ %	≥ 120
Groupement IV	Polyalphaoléfines (PAO)		
Groupement V	Esters et autres bases non incluses dans les groupes I à IV		

En particulier, la composition lubrifiante usagée, de laquelle dérive l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention, peut comprendre au moins 50 % en poids d'huile(s) de base par rapport à son poids total, en particulier au moins 60 % en poids d'huile(s) de base, et plus particulièrement entre 60 et 99 % en poids d'huile(s) de base.

- 5 Le procédé de purification selon l'invention permet avantageusement de purifier des huiles lubrifiantes régénérées comprenant une ou plusieurs huiles de base des groupes I, II, III et/ou IV de la classification API, en particulier des groupes II et/ou III.

- 10 Selon un mode de réalisation particulier, l'huile lubrifiante régénérée, traitée selon l'invention, peut être issue du traitement d'une composition lubrifiante usagée ayant été utilisée pour la lubrification d'un système de motorisation, en particulier « mobile », c'est-à-dire incluant les véhicules légers, les véhicules poids-lourds, les machines mobiles dites « off road », ou encore les véhicules marins.

- 15 Selon un autre mode de réalisation particulier, l'huile lubrifiante régénérée, traitée selon l'invention, peut être issue du traitement d'une composition lubrifiante usagée ayant été utilisée pour la lubrification d'un système dit industriel, en particulier « stationnaire », c'est-à-dire incluant de façon non limitative les turbines, les compresseurs, les systèmes hydrauliques, les engrenages, ou encore les machines de formage ou de découpe.

- 20 Une composition lubrifiante usagée, de laquelle dérive l'huile lubrifiante régénérée à traiter selon l'invention, peut contenir différents additifs conventionnels dans le domaine des lubrifiants, tels que les additifs modificateurs de frottement, les additifs extrême pression, les additifs anti-usure, les détergents, les antioxydants, les améliorants de l'indice de viscosité (VI), les additifs abaisseurs du point d'écoulement (PPD), les agents dispersants, les agents anti-mousse, les épaississants, et leurs mélanges.

- 25 Comme déjà évoqué précédemment, les propriétés de la composition lubrifiante usagée sont dégradées du fait de son usage, pendant une période plus ou moins longue, pour la lubrification d'un système mécanique, en particulier un système de motorisation, tel qu'un moteur à combustion.

- 30 Du fait de leur origine, les compositions lubrifiantes usagées peuvent ainsi contenir un ou plusieurs additifs décrits ci-dessus et des impuretés résultant de la dégradation d'additifs originellement présents dans le lubrifiant, ou résultant de l'usure des pièces mécaniques en mouvement.

La composition du lubrifiant usagé peut bien entendu être différente selon l'origine du lubrifiant, de sa formulation initiale et du fait qu'il ait pu être contaminé différemment en fonction de son usage.

- 5 L'huile lubrifiante régénérée selon l'invention provient plus particulièrement d'une composition lubrifiante usagée ayant été soumise à une ou plusieurs étapes préalables de pré-traitement connues dans le domaine du re-raffinage des lubrifiants usagés.

En particulier, ces étapes de traitement visent à éliminer, au moins partiellement, l'eau, des particules solides, le carburant et/ou d'autres contaminants, tels que les HAP, qui sont

- 10 indésirables dans le cadre de la formulation des lubrifiants.

Selon un mode de réalisation particulier, l'huile lubrifiante régénérée selon l'invention provient d'un lubrifiant usagé ayant été soumis à une ou plusieurs étapes préalables de déshydratation, de distillation, de filtration, d'hydrogénation, d'extraction liquide/liquide, de décantation et/ou de passage du lubrifiant usagé sur un matériau adsorbant, de préférence

- 15 telles que détaillées ci-après.

Ainsi, l'invention concerne encore un procédé ou une méthode de préparation d'une huile lubrifiante régénérée et purifiée, comprenant au moins les étapes consistant en :

- récupérer une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée à partir d'une composition

- 20 lubrifiante usagée, ladite huile lubrifiante étant en particulier obtenue en soumettant ladite composition lubrifiante usagée à au moins une ou plusieurs étapes de déshydratation, de distillation, de filtration, d'hydrogénation, d'extraction liquide/liquide, de décantation et/ou de passage de ladite composition lubrifiante usagée sur un matériau adsorbant, de préférence opérées dans les conditions détaillées ci-après ;

- 25 - mettre en contact ladite huile lubrifiante régénérée avec 0,1 à 50 % massique d'au moins une base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux ; et

- récupérer ladite huile lubrifiante purifiée par séparation de la base forte comprenant le cation de métal alcalin ou alcalino-terreux.

- 30 De préférence, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention est obtenue en soumettant une composition lubrifiante usagée à au moins une étape préalable de

déshydratation. Cette étape de déshydratation permet d'éliminer l'eau éventuellement présente dans le lubrifiant usagé.

Avantageusement, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre selon l'invention comprend ainsi une teneur en eau inférieure ou égale à 10 % massique, en particulier inférieure ou
5 égale à 5 % massique, en particulier inférieure ou égale à 5 % massique, notamment inférieure ou égale à 2 % massique et plus particulièrement inférieure ou égale à 1 % massique, par rapport la masse totale de ladite huile lubrifiante régénérée.

Cette déshydratation peut être mise en oeuvre par toute méthode connue de l'homme du métier, par exemple par distillation, décantation, chauffage ou passage d'un flux d'air chaud
10 au niveau de la composition lubrifiante usagée.

Selon un mode de réalisation, l'étape de déshydratation peut être opérée à une température comprise entre 50 °C et 250 °C, de préférence entre 100 °C et 200 °C. En particulier, elle peut être opérée à une pression comprise entre 50 000 et 150 000 Pa, de préférence à pression atmosphérique.

15 De préférence, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention est obtenue en soumettant une composition lubrifiante usagée à au moins une étape préalable de filtration. Cette filtration peut être mise en oeuvre par toute méthode connue de l'homme du métier. Cette étape de filtration peut être une étape de filtration particulière ou non. Elle peut
20 par exemple être mise en œuvre par des systèmes type terre de diatomée.

De préférence, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention est obtenue en soumettant une composition lubrifiante usagée à au moins une étape préalable de distillation, de préférence qui suit une étape préalable de déshydratation. La ou lesdites
25 étapes de distillation peuvent être mises en oeuvre par toute technique connue de l'homme du métier. Il peut s'agir par exemple d'une distillation atmosphérique ou encore d'une distillation sous pression réduite. Les distillations peuvent être par exemple opérées à une température comprise entre 100 °C et 500 °C, de préférence entre 200 °C et 400 °C, plus préférentiellement entre 300 °C et 380 °C. En particulier, elles peuvent être opérées à une
30 pression comprise entre 25 et 2 000 Pa, de préférence entre 50 et 1 000 Pa, plus particulièrement entre 50 et 250 Pa.

Avantageusement, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention est obtenue en soumettant une composition lubrifiante usagée à au moins une étape préalable de passage de ladite composition lubrifiante usagée sur un matériau adsorbant.

Le matériau adsorbant permet avantageusement d'adsorber sélectivement les composés aromatiques, en particulier les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAPs).

En particulier, le passage sur un matériau adsorbant, préférentiellement sur du charbon actif, permet avantageusement de réduire la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), notamment choisis parmi chrysène, benzo[b]fluoranthène, benzo[j]fluoranthène, benzo[k]fluoranthène, benzo[e]pyrène, benzo[a]pyrène, dibenz[a,h]anthracène et/ou benz[a]anthracène, de la composition lubrifiante usagée.

On entend par « passage de la composition lubrifiante usagée sur un matériau adsorbant », l'écoulement de la composition lubrifiante usagée sur le support adsorbant.

Les matériaux adsorbants peuvent être par exemple du charbon actif, des zéolites, des argiles ou des composés poreux fonctionnalisés. De préférence, il s'agit de charbon actif.

Par exemple, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention peut être obtenue à partir du traitement d'une composition lubrifiante usagée selon le procédé décrit dans le document WO 2018/109208.

Dans le cas du passage de la composition lubrifiante usagée sur du charbon actif, la quantité de charbon actif mise en œuvre est de préférence comprise entre 0,5 et 60 g de charbon actif par litre de composition lubrifiante usagée, de préférence entre 0,5 et 50 g/l, de préférence de 1 à 50 g/l, de préférence entre 1 et 30 g/l, par exemple entre 5 et 60g/l, de préférence entre 5 et 50 g/l.

Le débit de passage de la composition lubrifiante usagée peut être compris entre 1m³/h et 15 m³/h, par exemple entre 5 et 10m³/h.

De préférence, le charbon actif est caractérisé par une densité comprise entre 200 et 500 kg/m³, par exemple mesurée selon la norme ASTM D2854.

De préférence, le charbon actif est un charbon de houille, de préférence comprenant de 70 à 95 %, avantageusement de 80 à 90 % en poids de carbone.

L'étape de passage de la composition lubrifiante usagée sur un support adsorbant, de préférence sur du charbon actif, est avantageusement précédée des étapes préalables suivantes :

- une ou plusieurs étapes de distillation ; et
- une étape de filtration, en particulier telles que définies précédemment.

Avantageusement, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention
5 peut être obtenue en soumettant une composition lubrifiante usagée à au moins une étape
préalable d'hydrogénation (ou hydrotraitement), de préférence qui suit une étape préalable
de déshydratation et/ou de distillation. La ou lesdites étapes d'hydrogénation peuvent être
mises en oeuvre par toute technique connue de l'homme du métier et consistent, d'une
manière générale, à traiter l'huile lubrifiante avec de l'hydrogène généralement en présence
10 d'un catalyseur d'hydrotraitement. Un tel catalyseur peut contenir par exemple au moins un
oxyde ou un sulfure d'au moins un métal de groupe VI et/ou d'au moins un métal du groupe
VIII, tel que le molybdène, le tungstène, le nickel ou le cobalt, et un support, par exemple
l'alumine, la silice-alumine ou une zéolithe.

15 Avantageusement, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention
peut être obtenue en soumettant une composition lubrifiante usagée à au moins une étape
préalable d'extraction liquide/liquide par un solvant, de préférence qui suit une étape
préalable de déshydratation et/ou de distillation. En particulier, l'extraction liquide/liquide
par un solvant permet avantageusement d'éclaircir une huile usagée de couleur sombre,
20 d'éliminer au moins en partie la mauvaise odeur ou les composés aromatiques, en particulier
les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAPs). La ou lesdites étapes d'extraction
peuvent être mises en oeuvre par toute technique connue de l'homme du métier. L'extraction
est généralement réalisée dans un mélangeur-décanteur ou dans une colonne d'extraction, à
l'aide d'un solvant d'extraction approprié.

25 Avantageusement, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention
peut être obtenue en soumettant une composition lubrifiante usagée à au moins une étape
préalable de décantation. La ou lesdites étapes de décantation peuvent être mises en oeuvre
par toute technique connue de l'homme du métier.

30 Il est entendu que l'invention n'est nullement limitée à la mise en œuvre des huiles
régénérées obtenues comme décrit précédemment. Le procédé de l'invention peut ainsi être

utilisé pour purifier toute huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, notamment issue d'étapes de traitement préalables différentes de celles décrites ci-dessus.

Dans un mode de réalisation particulier, le traitement de purification selon l'invention est mis en œuvre au niveau d'une fraction (« coupe ») d'huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée et distillée, ladite huile lubrifiante distillée provenant en particulier d'un lubrifiant usagé ayant été soumis à une ou plusieurs étapes préalables de traitement de déshydratation, de filtration, d'hydrogénation, d'extraction liquide/liquide, de décantation et/ou de passage du lubrifiant usagé sur un matériau adsorbant. Autrement dit, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre en étape (a) du procédé de purification selon l'invention est une fraction d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée et distillée.

D'une manière générale, l'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans le procédé de l'invention possède une viscosité cinématique mesurée à 100 °C selon la norme ASTM D445 comprise entre 2 et 12 mm²/s⁻¹, en particulier entre 3 et 10 mm²/s⁻¹.

L'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans un procédé de purification selon l'invention est notamment caractérisée par une teneur élevée en silicium, en particulier strictement supérieure à 2 ppm, en particulier supérieure ou égale à 5 ppm, plus particulièrement supérieure ou égale à 10 ppm, notamment supérieure ou égale à 15 ppm, par exemple supérieure ou égale 20 ppm, en particulier pouvant aller jusqu'à 300 ppm, notamment jusqu'à 290 ppm, par exemple jusqu'à 285 ppm.

L'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans un procédé de purification selon l'invention peut également être caractérisée par une teneur élevée en un ou plusieurs éléments choisis parmi le chlore, l'oxygène et l'azote. Elle peut par exemple présenter une teneur en chlore d'au moins 5 ppm, en particulier d'au moins 10 ppm, notamment supérieure ou égale à 20 ppm, en particulier supérieure ou égale à 30 ppm.

La teneur en chlore peut être par exemple évaluée par toute méthode connue de l'homme du métier, par exemple par fluorescence X (XRF).

L'huile lubrifiante régénérée mise en œuvre dans un procédé de purification selon l'invention peut également être caractérisée par une teneur élevée en bore et/ou en

phosphore. Par exemple, elle peut présenter une teneur en phosphore d'au moins 10 ppm, en particulier d'au moins 15 ppm, notamment supérieure ou égale à 20 ppm. Par exemple, elle peut présenter une teneur en bore d'au moins 10 ppm, voire d'au moins 20 ppm, notamment supérieure ou égale à 30 ppm, voire même supérieure ou égale à 50 ppm.

5

Purification de l'huile lubrifiante régénérée

Comme évoqué précédemment, le procédé de purification d'une huile lubrifiante régénérée selon l'invention comprend au moins les étapes consistant à :

- (a) mettre en contact ladite huile lubrifiante régénérée avec 0,1 à 50 % massique d'au moins
10 une base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux, de préférence en présence d'eau, en particulier pendant une durée d'au moins 1 minute à une température d'au plus 450 °C ; et
- (b) récupérer ladite huile lubrifiante purifiée par séparation de la base forte comprenant le cation de métal alcalin ou alcalino-terreux, de préférence par extraction liquide/liquide par
15 de l'eau.

Etape (a) : Mise en contact avec une base forte

La mise en contact de ladite huile lubrifiante régénérée avec ladite base forte peut consister à ajouter ladite base forte à ladite huile lubrifiante régénérée, de préférence au sein d'un
20 autoclave.

De préférence, la mise en contact de ladite huile lubrifiante régénérée avec ladite base forte s'effectue pendant une durée d'au moins 1 minute, en particulier allant de 1 minute à 48 heures, de préférence de 5 minutes à 2 heures.

Avantageusement, la mise en contact s'effectue à une température d'au plus 450°C, en particulier d'au plus 400°C, de préférence d'au plus 350 °C.
25

Ainsi, la mise en contact peut s'effectuer à une température comprise entre 50°C et 450°C, en particulier entre 90°C et 350°C, plus préférentiellement entre 150°C et 350°C, notamment entre 200°C et 250°C, par exemple d'environ 225°C.

Selon un mode de réalisation particulier, la mise en contact de ladite huile lubrifiante
30 régénérée avec ladite base forte s'effectue pendant une durée de 1 minute à 1 heure, en particulier de 5 minutes à 40 minutes, et plus particulièrement de 20 minutes à 40 minutes,

par exemple d'environ 30 minutes, en particulier à une température d'au plus 450°C, notamment entre 200°C et 250°C, par exemple d'environ 225°C.

Avantageusement encore, la mise en contact s'effectue à une pression absolue de 0,1 à 100
5 bars, de préférence de 1 à 50 bars, en particulier de 1 à 10 bars, notamment de 1 à 5 bars.

Avantageusement, l'huile lubrifiante régénérée est mise en contact avec 0,1 % à 40 %
massique, en particulier de 0,5 à 30 % massique, notamment de 1,0 à 20 % massique et plus
particulièrement de 1,0 à 5,0 % massique, de base forte comprenant un cation de métal
10 alcalin ou alcalino-terreux.

La teneur massique en base forte s'entend de la teneur massique en base forte par rapport à
la masse totale du mélange comprenant l'huile lubrifiante régénérée et la base forte en étape
(a).

15 Par « base forte » au sens de la présente invention, on entend désigner un composé capable
de capturer un ou plusieurs protons et qui, lorsqu'il est mis en présence d'eau se protone
totalement. Ainsi, une mole de base forte entraîne la libération d'une mole d'ion hydroxyde.
Il s'agit en particulier d'oxydes et hydroxydes de métaux alcalins ou alcalino-terreux.

La base forte utilisée dans le procédé de l'invention peut être par exemple choisie parmi
20 l'hydroxyde de lithium (LiOH), l'hydroxyde de sodium (NaOH), l'hydroxyde de césium
(CsOH), le dihydroxyde de baryum (Ba(OH)₂), l'oxyde de sodium (Na₂O), l'hydroxyde de
potassium (KOH), l'oxyde de potassium (K₂O), l'oxyde de calcium (CaO), le dihydroxyde
de calcium (Ca(OH)₂), l'oxyde de magnésium (MgO), le dihydroxyde de magnésium
(Mg(OH)₂), et leurs mélanges.

25 De préférence, la base forte est choisie parmi NaOH, KOH et leurs mélanges, et plus
préférentiellement est NaOH.

La base forte peut être mise en contact avec l'huile lubrifiante régénérée, à l'état solide ou
en solution, en particulier dans de l'eau ou dans un solvant polaire comprenant une fonction
30 alcool et/ou une fonction éther.

Selon une variante de réalisation particulièrement préférée, l'étape (a) de mise en contact du
procédé de purification de l'invention peut être opérée en présence d'eau. Cette variante est

particulièrement préférée compte-tenu de sa facilité de mise en œuvre et du fait qu'elle ne requiert pas la mise en œuvre de solvant coûteux ou difficile à recycler.

De préférence, la base forte ajoutée en étape (a) est en solution dans l'eau. Ainsi, au cours de l'étape (a), l'huile lubrifiante régénérée peut être mise en contact avec une solution aqueuse d'une base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux. L'homme du métier est à même de choisir une quantité d'eau suffisante pour dissoudre/solubiliser la base forte.

En particulier, le ratio en volume de la base forte en solution dans l'eau sur l'huile lubrifiante régénérée, i.e. le ratio volumique (base forte + eau)/huile, peut aller de 0,1/99,9 à 80/20, en particulier de 1/99 à 80/20, notamment de 1/99 à 70/30, de préférence de 1/99 à 65/35, en particulier de 1/99 à 60/40 et plus particulièrement de 1/99 à 50/50.

Dans le cadre de cette variante, la mise en contact selon l'étape (a) s'effectue de préférence pendant une durée de 1 minute à 1 heure, en particulier de 5 minutes à 40 minutes, notamment de 20 minutes à 40 minutes, par exemple d'environ 30 minutes. En particulier, cette étape (a) de mise en contact est opérée à une température de 50 à 450°C, de préférence de 90 à 350°C, plus préférentiellement de 150 à 350°C, par exemple d'environ 225°C, et à une pression absolue de 0,1 à 100 bars, de préférence de 1 à 50 bars.

D'autres variantes de mise en œuvre de l'étape (a) du procédé de l'invention peuvent être envisagées.

En particulier, selon une autre variante de réalisation, la mise en contact de ladite huile régénérée avec ladite base forte peut être effectuée en présence d'un solvant polaire comprenant une fonction alcool et/ou une fonction éther.

De préférence, le ratio entre le volume de solvant polaire et le volume de l'huile lubrifiante régénérée et de la base forte peut aller de 1/99 à 95/10, de 1/99 à 90/10, de 2/98 à 90/10, de 2/98 à 85/15, de 2/98 à 80/20, de 2/98 à 75/25, de 2/98 à 70/30, de 2/98 à 65/35, de 2/98 à 60/40, de 2/98 à 55/45, de 2/98 à 50/50, de 2/98 à 45/55, ou de 1/99 à 40/60, ou encore dans tout intervalle défini par deux quelconques des bornes précitées.

Le solvant polaire peut être plus particulièrement choisi parmi (i) les alcools en C₁ à C₄, de préférence parmi le méthanol, l'éthanol, le propan-1-ol, le propan-2-ol, le butan-1-ol, le butan-2-ol, le 2-méthylpropan-1-ol l'éthylène glycol, propylène glycol, (ii) les alcools comprenant une fonction éther, de préférence le diéthylène glycol, le triéthylène glycol, le

polyéthylène glycol, le polypropylène glycol et (iii) les éthers cycliques, de préférence le tétrahydrofurane, le 2-méthyltétrahydrofurane, le cyclopentylméthyléther, le tétrahydropyrane, le 1,4-dioxane, l'eucalyptol ; et leurs mélanges.

- 5 Dans le cadre de cette variante, la mise en contact selon l'étape (a) s'effectue de préférence pendant une durée de 1 minute à 48 heures, de préférence de 5 minutes à 2 heures. En particulier, cette étape (a) de mise en contact est opérée à une température de 50 à 450°C, de préférence de 90 à 350°C, plus préférentiellement de 150 à 350°C et à une pression absolue de 0,1 à 100 bars, de préférence de 1 à 50 bars.

- 10 Selon encore une autre variante de réalisation, la mise en contact de ladite huile régénérée avec ladite base forte peut être effectuée en l'absence d'ajout de solvant ; autrement dit, la base forte est alors ajoutée sous forme solide et non en solution.

- Dans le cadre de cette variante, la mise en contact selon l'étape (a) s'effectue de préférence pendant une durée de 1 minute à 48 heures, de préférence de 5 minutes à 2 heures. En
15 particulier, cette étape (a) de mise en contact est opérée à une température de 50 à 450°C, de préférence de 90 à 350°C, plus préférentiellement de 150 à 350°C et à une pression absolue de 0,1 à 100 bars, de préférence de 1 à 50 bars.

Etape (b) : Récupération de l'huile lubrifiante purifiée

- 20 Comme indiqué précédemment, dans une étape (b) du procédé de purification d'une huile lubrifiante régénérée selon l'invention, la base forte est séparée afin de récupérer ladite huile lubrifiante purifiée.

- La séparation de la base forte à l'issue de la mise en contact à l'étape (a) peut être par exemple effectuée par filtration, distillation, extraction par un solvant, par exemple à l'eau,
25 décantation ou par la combinaison de deux, trois ou quatre de ces étapes.

Le mode de mise en œuvre de l'étape (b) est plus particulièrement choisi au regard des conditions choisies pour opérer l'étape (a).

- De préférence, l'étape (b) est opérée *via* une ou plusieurs étapes de filtration, de distillation, de décantation et/ou d'extraction liquide/liquide, de préférence d'extraction liquide/liquide,
30 en particulier avec de l'eau.

Selon une variante de réalisation particulièrement préférée, notamment dans le cas où l'étape (a) de mise en contact de l'huile lubrifiante régénérée avec la base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux est effectuée en présence d'eau, comme décrit précédemment, l'étape (b) peut être réalisée par extraction liquide/liquide avec de l'eau du produit issu de l'étape (a).

Il est entendu que par « extraction liquide/liquide avec de l'eau » ou plus simplement « extraction par de l'eau », on entend une ou plusieurs étapes d'extraction liquide/liquide avec de l'eau.

Ainsi, dans une variante de réalisation particulièrement préférée, le procédé de purification d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée selon l'invention comprend au moins les étapes suivantes :

(a) mise en contact de ladite huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée avec 0,1 à 50 % massique d'au moins une base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux, en présence d'eau, en particulier pendant une durée d'au moins 1 minute à une température d'au plus 450 °C ; et

(b) séparation de la base forte comprenant le cation de métal alcalin ou alcalino-terreux du produit obtenu à l'issue de l'étape (a) *via* une ou plusieurs étapes d'extraction liquide/liquide avec de l'eau.

L'eau peut être utilisée à pH neutre ($\text{pH} = 0$), basique ($\text{pH} > 7$) ou acide ($\text{pH} < 7$).

En particulier, l'eau utilisée ne contient pas de base et notamment ne contient pas de base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux. Un pH acide peut être obtenu par addition d'un ou plusieurs acides organiques ou inorganiques. Des exemples d'acides organiques utilisables comprennent l'acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$), l'acide formique (CH_2O_2), l'acide acétique (CH_3COOH), l'acide sulfamique (H_3NSO_3). Des exemples d'acides inorganiques sont l'acide chlorhydrique (HCl), l'acide nitrique (HNO_3), l'acide sulfurique (H_2SO_4), l'acide phosphorique (H_3PO_4).

De préférence, l'étape (b) est réalisée avec de l'eau à pH neutre.

L'étape (b) d'extraction avec de l'eau peut être réalisée à une température de 0° à 80°C, par exemple de 0° à 60°C, de préférence de 0° à 40°C, d'avantage de préférence de 0° à 30°C, notamment sans chauffage externe. L'étape (b) est typiquement mise en œuvre à la pression atmosphérique.

Lors de l'étape (b), le ratio volumique eau/produit issu de l'étape (a) peut aller de 10/90 à 90/10, de 20/80 à 80/20, de 30/70 à 70/30, de 35/65 à 65/35, de 35/65 à 60/40, de 40/60 à 60/40, ou encore dans tout intervalle défini par deux quelconques des bornes précitées.

- 5 Par exemple, le produit issu de l'étape (a) et l'eau peuvent être introduits dans des cuves, des réacteurs ou des mélangeurs couramment utilisés dans la profession et les deux composants peuvent être mélangés. La mise en contact peut comprendre une agitation vigoureuse des deux composants par un dispositif de mélange. Par exemple, les deux composants peuvent être mélangés ensemble par agitation ou par secouage. Alternativement, la mise en contact
- 10 peut être réalisée dans une enceinte dans laquelle les deux composants circulent à contre-courant. Cette mise en contact peut se produire plus d'une fois, notamment dans les conditions présentées ci-dessus.

- L'étape (b) d'extraction avec de l'eau peut être éventuellement précédée d'une ou plusieurs
- 15 étapes préalables de séparation de la base forte comprenant le cation de métal alcalin ou alcalino-terreux en solution dans l'eau, par exemple par filtration, centrifugation, décantation ou une combinaison de ces étapes.

Avantageusement, la base forte en solution dans l'eau séparée à l'issue de l'étape (b) peut être renvoyée (recyclée), partiellement ou en totalité, dans l'étape (a).

20

D'autres variantes de mise en œuvre de l'étape (b) pour séparer l'huile régénérée et purifiée du produit obtenu à l'issue de l'étape (a) peuvent encore être considérées.

- En particulier, dans le cadre où l'étape (a) de mise en contact de l'huile régénérée avec la
- 25 base forte est opérée en l'absence d'ajout de solvant (cas où la base est introduite à l'état solide), l'étape (b) de séparation entre la base forte et l'huile purifiée, peut être opérée par extraction avec un solvant polaire non miscible avec le produit obtenu à l'issue de l'étape (a).

- Par « solvant polaire non miscible avec le produit issu de l'étape (a) » au sens de la présente
- 30 invention, on entend désigner un solvant polaire formant un mélange hétérogène avec ledit produit. On pourra considérer comme non miscible avec le produit, un solvant pour lequel on obtient un taux défini comme le rapport du volume de solvant polaire après extraction sur

le volume de solvant polaire initial supérieur ou égal à 0,95, le volume de solvant polaire après extraction correspondant à une phase contenant ledit solvant polaire, non miscible avec le produit issu de l'étape (a) et récupérée après agitation puis décantation d'un mélange d'une partie par volume de solvant polaire avec vingt-cinq parties par volume dudit produit à 5 pression atmosphérique et à une température de 20°C.

Le ou les solvants polaires peuvent être choisis parmi les éthers de glycol, incluant notamment le polyéthylène glycol de formule chimique $\text{HO}-(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_n-\text{H}$ de masse molaire moyenne en masse de 90 à 800 g/mol, par exemple le diéthylène glycol et le tétraéthylène glycol, le polypropylène glycol de formule chimique $\text{H}[\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2]_n\text{OH}$ 10 de masse molaire moyenne en masse de 130 à 800g/mol, par exemple le dipropylène glycol et le tétrapropylène glycol ; les dialkyl formamides, dans lesquels le groupe alkyl peut comprendre de 1 à 8 ou de 1 à 3 atomes de carbones, notamment le N,N-diméthyl formamide (DMF) ; les dialkyl sulfoxydes, dans lesquels le groupe alkyl peut comprendre de 1 à 8 ou de 1 à 3 atomes de carbones, notamment le diméthylsulfoxyde (DMSO) et le sulfolane ; les 15 composés comprenant un cycle furane ; des esters de carbonate cycliques, comprenant notamment de 3 à 8 ou de 3 à 4 atomes de carbones, notamment le carbonate de propylène et le carbonate d'éthylène ; l'eau et leurs mélanges.

Là encore, l'extraction est de préférence effectuée avec de l'eau. L'eau peut présenter un pH acide, basique ou neutre.

20

L'étape d'extraction liquide/liquide permet d'éliminer la totalité ou quasi-totalité de la teneur en cation alcalin ou alcalino-terreux.

En particulier, l'étape (b), de préférence opérée par une ou plusieurs étapes d'extraction avec de l'eau, permet d'obtenir une huile purifiée présentant une teneur massique en cation alcalin 25 ou alcalino-terreux inférieure ou égale à 2 ppm.

Utilisation de l'huile régénérée et purifiée

De manière avantageuse, comme évoqué précédemment, l'huile régénérée obtenue à l'issue de l'étape (b) du procédé de l'invention présente une teneur en silicium réduite de manière 30 significative par rapport à l'huile lubrifiante régénérée avant le traitement selon l'invention introduite en étape (a).

De manière avantageuse, la teneur en silicium dans l'huile lubrifiante purifiée à l'issue de l'étape (b) est strictement inférieure à 10 ppm, en particulier inférieure ou égale à 7 ppm, en particulier inférieure ou égale à 5 ppm.

Avantageusement, l'huile régénérée obtenue à l'issue de l'étape (b) du procédé de l'invention présente également une teneur en phosphore et en bore réduite.

En particulier, la teneur en phosphore dans l'huile lubrifiante purifiée à l'issue de l'étape (b) est strictement inférieure à 5 ppm, en particulier inférieure ou égale à 3 ppm et plus particulièrement inférieure ou égale à 1 ppm.

La teneur en bore dans l'huile lubrifiante purifiée à l'issue de l'étape (b) peut être avantageusement strictement inférieure à 5 ppm, en particulier inférieure ou égale à 3 ppm et plus particulièrement inférieure ou égale à 1 ppm.

Avantageusement, le procédé de purification d'une huile lubrifiante régénérée selon l'invention ne met en œuvre aucune étape de distillation ultérieure à l'étape (b).

Dans un mode de réalisation particulier, aucune étape ultérieure à l'étape (b) n'est requise. Autrement dit, l'huile lubrifiante récupérée à l'issue de l'étape (b) du procédé selon l'invention, présentant une très faible teneur en silicium, convient en tant qu'huile de base pour la formulation de lubrifiants, en particulier de lubrifiants pour des systèmes de motorisation mobiles ou de systèmes industriels, au même titre qu'une huile de base vierge, sans requérir d'autres étapes de purification.

Avantageusement, l'huile lubrifiante récupérée à l'issue de l'étape (b) présente ainsi des propriétés sensiblement comparables à celles des huiles vierges et satisfait en particulier aux normes de qualité des huiles de base.

Selon un mode de réalisation particulier, l'huile lubrifiante purifiée à l'issue du procédé de l'invention peut être employée en tant qu'huile de base pour formuler une nouvelle composition lubrifiante.

L'invention concerne ainsi, selon un autre de ses aspects, un procédé ou une méthode de préparation d'une composition lubrifiante neuve, comprenant au moins les étapes consistant à : (i) récupérer une huile lubrifiante purifiée à partir du traitement d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée par un procédé selon l'invention, tel que détaillé ci-dessus ; (ii) éventuellement, mélanger ladite huile lubrifiante purifiée de l'étape (i) avec une ou plusieurs

autres huiles lubrifiantes ; et (iii) supplémenter ladite huile lubrifiante purifiée issue de l'étape (i) ou le mélange d'huiles lubrifiantes de l'étape (ii), avec au moins un additif.

Le ou les additifs peuvent être de tout type convenant à une utilisation dans un lubrifiant et choisis en fonction de la destination du lubrifiant.

- 5 L'huile de base régénérée et purifiée peut être utilisée seule ou être mélangée avec une ou plusieurs autres huiles lubrifiantes, notamment avec une ou plusieurs huiles de base vierges (c'est-à-dire des huiles lubrifiantes nouvellement raffinées qui n'ont jamais été utilisées dans des lubrifiants), avec une ou plusieurs autres huiles de base régénérées et purifiées par un procédé selon l'invention ou encore avec une ou plusieurs huiles lubrifiantes régénérées
- 10 issues de traitements connus de re-raffinage.

L'huile de base régénérée et purifiée peut être utilisée pour formuler des lubrifiants pour la lubrification de divers systèmes mécaniques.

Selon un mode de réalisation, l'huile de base régénérée et purifiée peut être utilisée pour formuler des lubrifiants pour la lubrification d'un système de motorisation, en particulier

15 « mobile », c'est-à-dire incluant les véhicules légers, les véhicules poids-lourds, les machines mobiles dites « off road », ou encore les véhicules marins.

Selon un autre mode de réalisation, l'huile de base régénérée et purifiée peut être utilisée pour formuler des lubrifiants pour la lubrification d'un système dit industriel, en particulier « stationnaire », c'est-à-dire incluant de façon non limitatives les turbines, les compresseurs,

20 les systèmes hydrauliques, les engrenages, ou encore les machines de formage ou de découpe.

- En particulier, elle peut être utilisée pour la lubrification des roulements, des engrenages ou des différentes parties mécaniques d'un moteur. En particulier, l'huile de base re-rafinée et purifiée selon l'invention peut être utilisée pour formuler des lubrifiants pour les systèmes
- 25 de motorisation, tels que la transmission ou le moteur dans un système de motorisation, notamment pour les véhicules lourds ou légers ou les moteurs marins.

- Les additifs peuvent être introduits individuellement et/ou sous la forme de mélange comme ceux déjà commercialisés pour les formulations commerciales de lubrifiants pour moteurs de véhicules, avec un niveau de performance tel que défini par l'ACEA (Association des
- 30 Constructeurs Européens d'Automobiles) et/ou l'API (American Petroleum Institute), connus de l'homme du métier.

Ces additifs peuvent notamment être choisis parmi les additifs modificateur le frottement, les additifs extrême-pression, les additifs anti-usure, les détergents, les antioxydants, les agents améliorant l'indice de viscosité (VI), les agents abaissant le point d'écoulement (PPD), les dispersants, les agents antimousse, les épaississants et leurs mélanges.

- 5 Ces additifs peuvent être ajoutés à une huile de base régénérée et purifiée selon l'invention en une quantité appropriée déterminée par l'homme du métier.

L'invention va maintenant être décrite au moyen des exemples suivants, donnés à titre illustratif et non limitatif de l'invention.

10

Exemple

Méthodes de mesure des teneurs en éléments

La teneur en silicium des huiles lubrifiantes est déterminée par une méthode d'analyse reposant sur la fluorescence X (XRF) après filtration de l'échantillon.

- 15 Les teneurs en chlore, en bore et en phosphore des huiles lubrifiantes sont quantifiées par une méthode d'analyse reposant sur une mesure XRF après filtration de l'échantillon.

La teneur en azote des huiles lubrifiantes est quantifiée par chimiluminescence.

Enfin, la teneur en oxygène des huiles lubrifiantes est quantifiée selon la norme ASTM D-5622.

20

Exemple 1

Les trois huiles lubrifiantes traitées sont des huiles lubrifiantes régénérées (ou re-raffinées) disponibles commercialement.

Ces huiles régénérées contiennent notamment du silicium que l'on souhaite pouvoir
25 éliminer.

Les huiles lubrifiantes régénérées ont été soumises à un procédé de purification selon l'invention, dans les conditions détaillées ci-dessous.

- 30 Protocole pour l'huile régénérée 1 :

Un autoclave en acier inoxydable de grade AISI-316L de 1,5 L équipé d'une agitation mécanique est chargé avec l'huile lubrifiante régénérée 1 (493,2 g), une base forte sous la forme de NaOH (13,93 g) et de l'eau (13,87 g), la base forte étant solubilisée dans l'eau

avant son introduction dans l'autoclave.

L'autoclave est fermé et le ciel gazeux dans l'autoclave est balayé à l'azote pendant 30 minutes à 1 bar. L'autoclave est ensuite chauffé sous pression autogène sous agitation à une vitesse d'environ 1500 tours/minute à une température de 225 °C pendant une durée de 30 minutes, une fois que la température cible a été atteinte. La pression en fin d'essai est de 3 bars.

A l'issue de la réaction, l'autoclave est refroidi à température ambiante puis le contenu est déchargé et extrait deux fois avec 400 mL d'eau millipore pour éliminer les résidus de base forte et les impuretés résiduelles.

10

Protocole pour l'huile régénérée 2 :

L'autoclave tel qu'utilisé pour le premier essai est chargé avec l'huile lubrifiante régénérée 2 (497,33 g), une base forte sous la forme de NaOH (13,73 g) et de l'eau (13,71 g), la base forte étant solubilisée dans l'eau avant son introduction dans l'autoclave.

15 L'autoclave est fermé et le ciel gazeux dans l'autoclave est balayé à l'azote pendant 30 minutes à 1 bar. L'autoclave est ensuite chauffé sous pression autogène sous agitation à une vitesse d'environ 1500 tours/minute à une température de 225 °C pendant une durée de 30 minutes, une fois que la température cible a été atteinte. La pression en fin d'essai est de 5 bars.

20 A l'issue de la réaction, l'autoclave est refroidi à température ambiante puis le contenu est déchargé et extrait trois fois avec 400 mL d'eau millipore.

Protocole pour l'huile régénérée 3 :

25 L'autoclave tel qu'utilisé pour le premier essai est chargé avec l'huile lubrifiante régénérée 3 (496,87 g), une base forte sous la forme de NaOH (13,98 g) et de l'eau (13,72 g), la base forte étant solubilisée dans l'eau avant son introduction dans l'autoclave.

L'autoclave est fermé et le ciel gazeux dans l'autoclave est balayé à l'azote pendant 30 minutes à 1 bar. L'autoclave est ensuite chauffé sous pression autogène sous agitation à une vitesse d'environ 1500 tours/minute à une température de 225 °C pendant une durée de 30 minutes, une fois que la température cible a été atteinte. La pression en fin d'essai est de 6 bars.

A l'issue de la réaction, l'autoclave est refroidi à température ambiante puis le contenu est déchargé et extrait trois fois avec 400 mL d'eau millipore.

Résultats

- 5 Les huiles lubrifiantes régénérées, avant purification, et après purification et extraction comme décrit précédemment, sont analysées pour mesurer les teneurs en silicium, en chlore, en oxygène et en azote suivant les protocoles de mesure décrits précédemment.
- Les résultats sont présentés dans le tableau suivant.

10 [Tableau 2]

Composition	Teneur en silicium [ppm]	Teneur en chlore [ppm]	Teneur en oxygène [% massique]
Huile régénérée 1	32	< 5	< 0,09
Huile purifiée 1	3	< 5	0,04
Huile régénérée 2	33	< 5	0,02
Huile purifiée 2	< 2	< 5	0,02
Huile régénérée 3	11	51	0,26
Huile purifiée 3	< 2	21	0,05

- Le traitement de purification a permis de réduire de manière significative la teneur en silicium dans les trois huiles régénérées. Ainsi, quelle que soit la teneur en silicium dans l'huile régénérée de départ, l'élimination du silicium est quasi-totale dans les trois huiles régénérées traitées selon l'invention.

Dans le cas de l'huile régénérée 3, présentant avant traitement une teneur élevée en chlore, le traitement selon l'invention a permis également de réduire de manière conséquente la teneur en chlore.

20 Exemple 2

L'huile régénérée 3 mise en œuvre en exemple 1, ainsi que deux autres huiles lubrifiantes régénérées disponibles commercialement, ont été soumises à un procédé de purification selon l'invention, dans les conditions décrites en exemple 1 pour l'huile regénérée 3.

25 Résultats

Les huiles lubrifiantes régénérées, avant purification, et après purification comme décrit précédemment, sont analysées pour mesurer les teneurs en silicium, en phosphore et en bore suivant les protocoles de mesure décrits précédemment.

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant.

5

[Tableau 3]

Composition	Teneur en silicium [ppm]	Teneur en phosphore [ppm]	Teneur en bore [ppm]
Huile régénérée 3	11	17	11
Huile purifiée 3	< 1	< 1	< 1
Huile régénérée 4	12	35	62
Huile purifiée 4	< 1	< 1	< 1
Huile régénérée 5	12	17	28
Huile purifiée 5	< 1	< 1	< 1

Le traitement de purification a permis de réduire de manière significative les teneurs en silicium, en phosphore et en bore dans les trois huiles régénérées.

10

Revendications

1. Procédé de purification d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, comprenant au moins les étapes suivantes :
 - (a) mise en contact de ladite huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée avec de 0,1 % à
5 50 % massique d'au moins une base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux ; et
 - (b) récupération de ladite huile lubrifiante purifiée par séparation de la base forte comprenant le cation de métal alcalin ou alcalino-terreux du produit obtenu à l'issue de l'étape (a).
2. Procédé selon la revendication 1, ledit procédé ne comprenant aucune étape, ultérieure
10 à l'étape (b), de distillation de ladite huile lubrifiante récupérée à l'issue de l'étape (b).
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel ladite huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, mise en œuvre en étape (a), provient d'une composition lubrifiante usagée ayant été soumise à une ou plusieurs étapes de pré-traitement choisies parmi des étapes de
15 déshydratation, de distillation, de filtration, d'hydrogénation, d'extraction liquide/liquide, de décantation et/ou de passage du lubrifiant usagé sur un matériau adsorbant, en particulier sur du charbon activé.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée, mise en œuvre en étape (a), présente une teneur en silicium strictement supérieure à 2 ppm, de préférence supérieure ou égale à 5 ppm,
20 en particulier supérieure ou égale à 10 ppm, plus particulièrement supérieure ou égale à 15 ppm, par exemple supérieure ou égale à 20 ppm, voire supérieure ou égale à 30 ppm.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la mise en contact de ladite huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée avec ladite base forte en étape (a) est effectuée pendant une durée d'au moins 1 minute, en particulier allant de 1
25 minute à 48 heures, en particulier de 5 minutes à 2 heures, de préférence pendant une durée de 20 minutes à 40 minutes, par exemple d'environ 30 minutes.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la mise en contact de ladite huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée avec ladite base forte en étape (a), est effectuée à une température d'au plus 450 °C, en particulier d'au plus 400°C,
30 plus particulièrement d'au plus 350 °C, par exemple allant de 50°C à 450°C, en particulier entre 90°C et 350°C, plus préférentiellement entre 150°C et 350°C, notamment entre 200°C

et 250°C, par exemple d'environ 225°C, en particulier à une pression allant de 0,1 à 100 bars, de préférence de 1 à 50 bars, en particulier de 1 à 10 bars, notamment de 1 à 5 bars.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée est mise en contact, en étape (a), avec 0,1 % à 40 % massique, de préférence 0,5 % à 30 % massique, en particulier 1,0 % à 20 % massique, plus particulièrement 1,0 % à 5,0 % massique, de base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite base forte comprenant un cation de métal alcalin ou alcalino-terreux est choisie parmi l'hydroxyde de lithium, l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de césium, le dihydroxyde de baryum, l'oxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium, l'oxyde de potassium, l'oxyde de calcium, le dihydroxyde de calcium, l'oxyde de magnésium, le dihydroxyde de magnésium, et leurs mélanges, de préférence est l'hydroxyde de sodium.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite huile lubrifiante régénérée est mise en contact en étape (a) avec ladite base forte en présence d'eau.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape (b) est opérée *via* une ou plusieurs étapes de filtration, de distillation, de décantation et/ou d'extraction liquide/liquide, de préférence d'extraction liquide/liquide, en particulier avec de l'eau.

11. Utilisation d'un procédé de purification tel que défini selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, pour réduire la teneur en silicium d'une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée.

12. Utilisation selon la revendication précédente, pour réduire la quantité de silicium à une teneur strictement inférieure à 10 ppm, en particulier inférieure ou égale à 7 ppm, plus particulièrement inférieure ou égale à 5 ppm.

13. Procédé de préparation d'une composition lubrifiante comprenant au moins les étapes consistant à :

(i) purifier une huile lubrifiante au moins en partie re-raffinée par un procédé de purification tel que défini selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 ;

(ii) éventuellement, mélanger ladite huile lubrifiante purifiée de l'étape (i) avec une ou plusieurs autres huiles lubrifiantes, en particulier choisies parmi des huiles de base vierges,

des huiles lubrifiantes régénérées et purifiées par un procédé de purification tel que défini selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 ; et des huiles lubrifiantes au moins en partie re-raffinées ; et

- (iii) compléter ladite huile lubrifiante purifiée issue de l'étape (i) ou le mélange d'huiles lubrifiantes de l'étape (ii), avec au moins un additif, de préférence choisi parmi les additifs modificateurs de frottement, les additifs extrême-pression, les additifs anti-usure, les détergents, les antioxydants, les agents améliorant l'indice de viscosité (VI), les additifs abaisseurs du point d'écoulement (PPD), les dispersants, les agents antimousse, les épaississants et leurs mélanges.
- 5