HAL open science

Valorisation des fluides de coupe usés

Stéphane Jedrejak, Jacques Bourgois

To cite this version:

Stéphane Jedrejak, Jacques Bourgois. Valorisation des fluides de coupe usés. Environnement, Ingénierie & Développement, 2004, N°36 - 4ème Trimestre 2004, pp.24-29. 10.4267/dechets-sciences-techniques.2152 . hal-03176909

HAL Id: hal-03176909

https://hal.science/hal-03176909v1

Submitted on 22 Mar 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

VALORISATION DES FLUIDES DE COUPE USÉS
PARTIE II : CAS DE L'ÉVAPORATION À COMPRESSION MÉCANIQUE DE VAPEUR

Stéphane Jedrejak et Jacques Bourgois
École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, Centre SITE

Des essais d'évaporation de fluides de coupe usés (microémulsion) ont été effectués à l'aide d'un évaporateur à compression mécanique de vapeur. Le facteur de concentration peut atteindre une valeur comprise entre 10 et 15. La DCO du distillat est voisine de 3 g/l, elle est due à l'évaporation d'une coupe d'huile provenant de l'huile de base de la microémulsion. Un calcul économique de ce procédé appliqué aux fluides de coupe montre que le temps de retour est d'environ 2,5 années pour un volume traité supérieur à 200 m³/an dans les conditions d'élimination actuelles.

The cutting fluids produced by mechanical industrial processes are generally eliminated by evapo-incineration. The cost of treatment can be greatly reduced by simply extracting the water contained in the cutting fluids. Mechanical compressor evaporation has been studied with industrial microemulsion. The concentration factor has a value contained between 10 and 15 and the COD of distillate is near to 3 g/l. The COD is due to evaporation of fraction of basic oil. The economical analysis presents the financial viability of this process for evaporation of a volume of cutting fluids superior at 200 m³/year in actual conditions.

INTRODUCTION

Le secteur industriel de la mécanique produit un volume d'environ 600 000 t/an d'effluents issus des fluides de coupe usés [Centre professionnel des lubrifiants, 1998]. Les fluides de coupe utilisés dans ce secteur sont principalement des microémulsions (97 % du marché) qui une fois usées possèdent des propriétés lubrifiantes trop dégradées pour être recyclées ou valorisées. L'élimination la plus courante est réalisée par évapo-incinération dans des centres spécialisés, à un coût compris entre 150 et 200 €/t (transport inclus). L'objet de cette étude est de montrer que la réduction de volume des fluides usés par évaporation à compression mécanique de vapeur est techniquement et économiquement possible, même dans une PMI/PME, ce qui entraîne une réduction importante des coûts globaux d'élimination et une consommation d'eau amoindrie.

LES FLUIDES DE COUPE [Cetim, 1989]

Les fluides de coupe sont des liquides qui, appliqués sur la partie active d'un outil, facilitent les opérations d'usinage et contribuent à améliorer la durée de vie des outils. Ils sont utilisés dans l'industrie mécanique pour l'usinage, l'emboutissage, le laminage, le forgeage… de pièces métalliques. Ils permettent principalement de :
- lubrifier l'interface entre la pièce et l'outil afin de réduire les phénomènes de frottement qui amènerait à l'usure prématurée des outils et à l'échauffement des pièces,
- éliminer une partie de l'énergie thermique produite lors du travail des métaux,
- évacuer les copeaux éventuellement formés,
- protéger les pièces et les machines de la corrosion.

Il existe deux types de fluides de coupe :
- les huiles entières (30 000 t/an), elles sont utilisées lorsque les opérations nécessitent une lubrification importante (coupe difficile, faibles vitesses, débit de copeaux important),
- les fluides aqueux (35 000 t/an sous forme de fluide concentré), ils sont utilisés lorsque l'échauffement est important (vitesses élevées).

C'est cette dernière catégorie qui fait l'objet de cette étude. Les fluides aqueux sont constitués d'un mélange eau/huile et de différents additifs. Les lubrifiants utilisés sont des huiles minérales provenant de la distillation du pétrole brut, mélange complexe d'hydrocarbure de types paraffinique, naphténique et aromatique.

Les principaux additifs ajoutés sont les suivants :
- émulgateurs (ou émulsifiant) : ils permettent la formation d'une émulsion stable entre les phases organique et aqueuse. Ils peuvent être anioniques (sulfonates, carboxylates de métaux alcalins, alcanolamines), cationiques (acétates ou chlorhydrate d'amines grasses), amphotères (sels d'aminoacides) ou non ioniques (chaîne grasse et radical oxygéné). En fonction du type

d'émulgateurs utilisés, les émulsions produites ont des propriétés différentes (tableau 1). Il convient de noter également l'existence de solutions vraies préparées sans huile minérale mais uniquement avec un mélange d'agent anticorrosion et d'additifs divers solubles dans l'eau. Selon la proportion d'émulgateur, d'huile et d'eau dans le mélange, différentes phases peuvent exister : la phase isotrope huileuse, le gel, la phase lisse et la phase médiane [Poré, 1976] (la première phase est celle qui est recherchée dans les fluides de coupe).

Tableau 1: Les émulsions

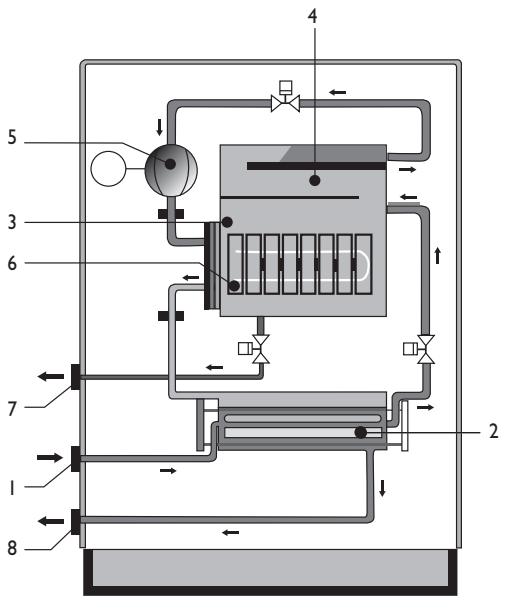
Fluide	Émulsion	Microémulsion
Aspect	laiteux	translucide
Rayon goutte huile (nm)	250	25
Surface spécifique (m^2/kg)	13	130

- inhibiteurs de corrosion : évitent les problèmes de corrosion des pièces métalliques (savons d'acides gras, amines grasses, amines ethoxylées),
- agents anti-mousse : du fait de l'existence de tensioactifs dans les fluides de coupe, la production de mousse peut être importante, ce qui nécessite l'emploi d'additif de type silicone ou cires microcristallines,
- agents biocides : ces additifs prolongent la durée de vie des fluides de coupe en réduisant la prolifération microbienne, ce sont des dérivés de l'isothioazolone ou de l'hexahydrotriazine,
- additifs extrême pression : ces composés ont pour rôle d'éviter le grippage ou la soudure de l'outil sur la pièce, ils sont composés de dérivés soufrés,
- additifs d'onctuosité : alcools, acides ou esters gras recouvrant les surfaces d'un film protecteur minimisant les frottements,
- colorant et parfum : pour colorer les fluides (fluorescéine) ou masquer les odeurs d'huile (essence de pin)

Il va de soi que lorsque le fluide est en fin de vie (quelques semaines à quelques mois selon l'utilisation), il ne peut pas être rejeté ni directement dans l'environnement, ni dans le réseau d'eau domestique usée (DCO de l'ordre de 200 g/l, seuils autorisés : 125 mg/l dans le milieu naturel, 2 g/l dans une Step). Ils doivent être dirigés vers un centre spécialisé qui le plus souvent utilise, pour les détruire, une technique d'évapo-incinération, plus rarement d'oxydation anodique.

CONCENTRATION DES ÉMULSIONS DE COUPE [Jedrejak, 2002]

Afin de réduire le coût d'élimination des fluides de coupe usés de l'industrie mécanique par évapo-incinération, une des solutions est de réduire largement le flux à traiter par évaporation. Une des méthodes que nous avons utilisées est l'évaporation à compression mécanique de vapeur (CMV) schématisé sur la figure 1 (Vacudest 40 de capacité d'évaporation égale à 40 kg/h).



1 : entrée effluent, 2 : échangeur co-axial, 3 : bouilleur, 4 : séparateur de gouttes, 5 : compresseur,
6 : condenseur, 7 : sortie résidu, 8 : sortie distillat

Figure 1 : schéma du procédé CMV [source société H_2O]

Le principe de l'évaporation par compression mécanique de vapeur peur être schématisé par un diagramme de Mollier reliant la température à l'entropie (figure 2). En A le fluide à traiter est à température ambiante, il est réchauffé jusqu'en B (température d'ébullition à la pression de travail). Le trajet BC correspond au passage de la phase liquide en phase vapeur. En C jusqu'au point D, le compresseur comprime la vapeur en l'échauffant. Cette vapeur est désurchauffée par ajout d'eau liquide (DF). De F à G, la vapeur est condensée dans un échangeur tubulaire, puis le liquide obtenu est refroidi dans la réserve de distillat.

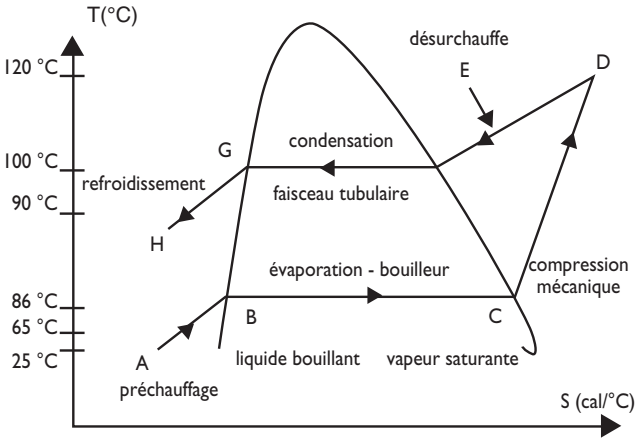


Figure 2 : Diagramme de Mollier du procédé CMV [Bailly, 1971]

Ce procédé a pour principal avantage de ne pas être énergivore puisque la seule consommation électrique est celle du moteur du compresseur (95 kWh/t d'eau évaporée) qui sert également de pompe à vide. La vapeur d'eau provenant du fluide à traiter est comprimée et sert à chauffer le fluide à traiter par transfert de sa chaleur latente de condensation dans un échangeur [Peureux, 1997; Gauthier *et al*, 1985; Reynaud, 1984; Bailly, 1971]. L'évaporateur que nous avons utilisé a été instrumenté afin de mesurer les températures en différents points (alimentation, bouilleur, vapeur…), la pression, les débits. Le compresseur est relié à un variateur de vitesse afin de pouvoir modifier sa vitesse de rotation (2000 à 4000 t/min).

Les réglages optimaux de l'évaporateur pour obtenir un débit maximum de vapeur avec une dépense énergétique minimale ont été déterminés à l'aide d'un plan d'expérience, les résultats sont les suivants pour une pression de 600 mbar et une température dans le bouilleur de 89 °C:

- vitesse de rotation du compresseur: 4000 tr/min,
- température du compresseur: 120 °C,
- charge: 26 kg,
- extraction des incondensables fermée.

Les propriétés physicochimiques des fluides utilisés au cours de cette étude sont résumées dans le tableau 2. Les différences essentielles qui existent entre fluides neuf et usé sont les suivants: nette baisse de la réserve alcaline du milieu (alcalinité) due à l'acidogénèse bactérienne pouvant aller jusqu'au cassage acide de l'émulsion, apparition de pollution microbienne aérobie.

Lors des essais de concentration par CMV, les courbes reliant la pression et la température au temps sont représentées sur la figure 3. Après un préchauffage de l'appareil de 45 minutes, la température et la pression restent constantes au cours de l'évaporation. La phase vapeur produite lors de l'évaporation est refroidie dans le condenseur et forme ainsi le distillat qui est stocké dans une cuve servant à préchauffer l'effluent à traiter.

La variation du débit du distillat est représentée sur la figure 4, la diminution du débit est normale du fait de la concentration des produits 'lourds' dans le fluide à traiter.

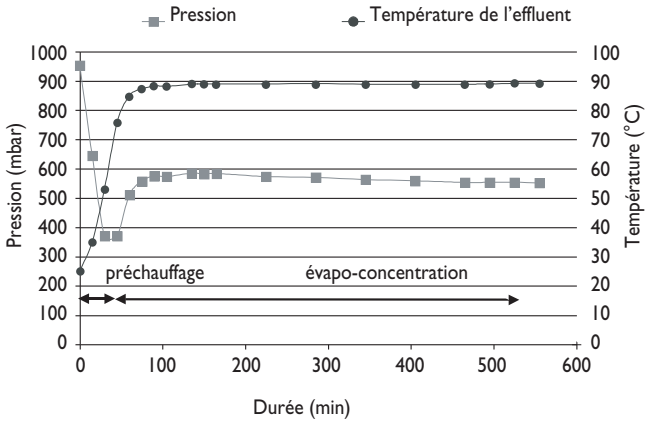


Figure 3 : Température et pression vs durée de l'évaporation

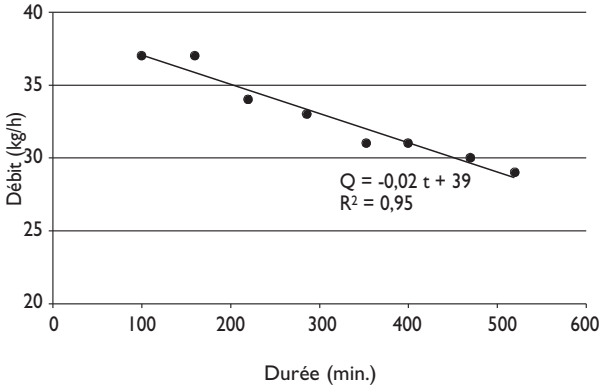


Figure 4 : Variation du débit de distillat au cours d'une évaporation

Une mesure de DCO a été effectuée sur le distillat sortant du pilote d'évaporation, nous avons constaté une augmentation de ce paramètre en fonction du temps (de 0 à 3000 mg/l). Ce résultat surprenant est dû au fait qu'au démarrage de l'évaporation, la réserve de distillat (récipient contenant l'échangeur 2 de la figure 1) doit être remplie d'eau, les premières fractions de distillat réel produit sont donc diluées. La courbe reliant la DCO corrigée au volume produit est présentée en figure 5, elle a été calculée en tenant compte du débit de distillat et du volume de la réserve: lors de l'évaporation de 304 kg de fluide de coupe usé (micro-émulsion). La DCO décroît fortement au cours du traitement des premiers 50 litres (de 13000 à 2000 mg/l: les premières gouttes de distillat sont fortement chargées en matières volatiles) puis est relativement stable ensuite (de 2000 à 3000 mg/l). Après arrêt de l'évaporation, 278 kg de distillat sont produits ainsi qu'un résidu de 26 kg (facteur de concentration de 11,7). Il convient de noter que des essais effectués sur différentes microémulsions

Tableau 2 : Caractéristiques physico-chimiques des fluides utilisés

	1		2		3	
	neuf	**usé**	**neuf**	**usé**	**neuf**	**usé**
DCO (g/l)		180		180		170
Coupure acide (% vol. d'huile)	3,5	3,5	2,5	2	3	3
Bore (mg/l)	500	550	560	500	550	450
pH	9,3	9,2	9,2	9	9,3	9,3
Alcalinité (N)	0,109	0,06	0,25	0,075	0,12	0,10
Bactéries aérobies (colonies/ml)	exempt	10^6	exempt	10^6	exempt	10^8

Tableau 3 : Évaporation de différentes microémulsions

Essais	1	2	3	4	5
Durée du cycle (h:min)	3:20	8:00	9:00	6:30	12:00
Effluent (kg)	120	309	304	218	362
Résidu (kg)	22	26	26	26	25
Facteur de concentration	5,4	12	11	8,4	14,5
Débit (kg/h)	29	35	32	29,5	28
Consommation (kWh/tee)	138	114	125	135	144

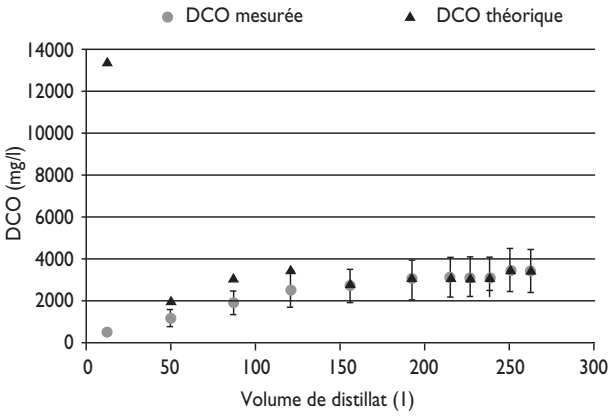


Figure 5 : Évolution de la DCO du distillat

de provenances différentes (marque, type) n'ont pas donné les mêmes résultats comme le montre le tableau 3 : facteurs de concentration différents, nous avons également constaté dans quelques cas l'apparition d'un gel qui a occasionné l'arrêt de l'évaporation (déplacement du point représentatif du mélange ternaire - eau/huile/émulgateur- vers la zone de gel au cours de l'évaporation).

La DCO présente dans le distillat est principalement due à l'évaporation d'une fraction huileuse qui surnage au-dessus de celui-ci après une phase de décantation : 4 kg d'huile/tonne de distillat. Nous avons vérifié que l'huile présente dans le distillat ne provenait pas d'un phénomène d'entraînement mécanique. En effet le bore provenant d'un additif et présent dans le fluide usé à des taux voisins de 500 mg/l, n'est présent dans le distillat qu'à l'état de trace (<= 0,5 mg/l). En considérant le mélange eau/huile comme non miscible et les vapeurs produites comme un mélange idéal de gaz parfaits, l'équation suivante lie les masses récupérées et les tension de vapeur [Withier, 1958] :

$$\frac{m(huile)}{m(eau)} = \frac{P°(huile).M(huile)}{P°(eau).M(eau)}$$

où m(i) est la masse du constituant i dans le mélange vapeur, P° la tension de vapeur du constituant i, M(i) la masse molaire du constituant i.

Nous devrions donc récupérer environ 5,4 kg d'huile après évaporation d'1 tonne de mélange (tension de vapeur et masse molaire voisines respectivement de 0,2 mbar et de 283 g/mol). Les résultats expérimentaux sont tout à fait en accord avec cette valeur théorique.

De plus, des mesures de points d'ébullition effectuées par chromatographie en phase gazeuse, sur l'huile de base et sur la fraction huileuse récupérée montrent que cette dernière est une coupe d'évaporation de l'huile de départ (figure 6). La largeur de la fourchette des points d'ébullition est plus large pour l'huile de base (230-450 °C, maximum à 330 °C) que pour l'huile récupérée (230-390 °C, maximum à 300 °C). De plus, la viscosité de l'huile de base (23 mm^2/s) est nettement plus importante que celle de l'huile évaporée (6 mm^2/s). Ces résultats tendent bien à prouver que l'huile surnageante est bien une coupe de distillation de l'huile du fluide de coupe de départ. Il convient de noter que les deux types d'huile ont des spectres IR de même nature, il n'est pas possible de les différencier par cette méthode : proportion d'huiles paraffiniques, naphténiques et aromatiques

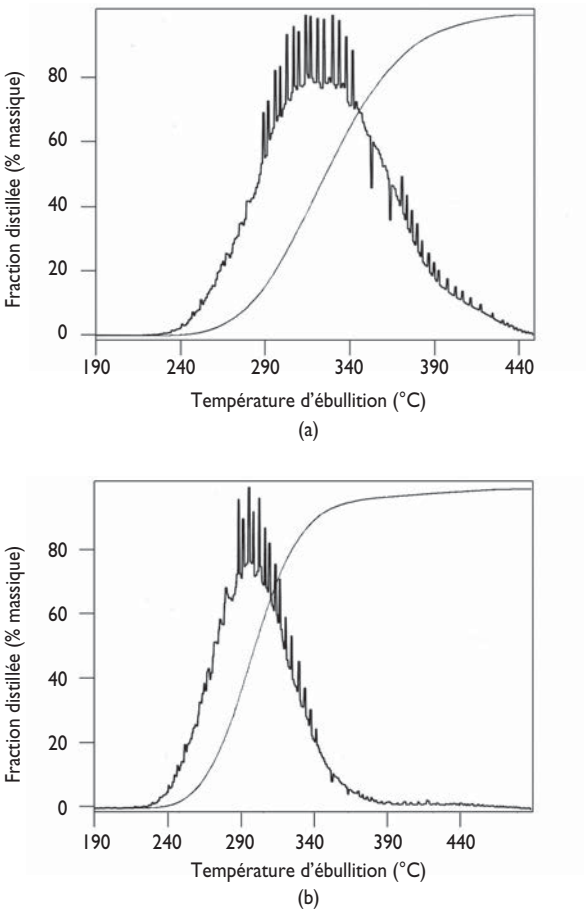


Figure 6. Distillation de l'huile de base (a) et de l'huile récupérée (b)

similaires en analysant les adsorbances caractéristiques des liaisons CH des hydrocarbures aromatiques (A) (3 290 cm^{-1}), CH_2 des hydrocarbures naphténiques (N) (3 420 et 3 510 cm^{-1}) et CH_3 des hydrocarbures paraffiniques (P) (3 380 cm^{-1}). Les résultats sont les suivants : % P/N/A = 44,5/32/23,5 pour l'huile de base neuve, = 45,8/33,4/21,8 pour l'huile évaporée.

L'évaporateur utilisé au cours de cette étude, dans des conditions industrielles, subit un encrassement au niveau de l'échangeur de chaleur. Cet encrassement peut être dû à un dépôt de tartre provenant des ions calcium présents dans l'eau mais également à un film gras provenant des huiles et graisses contenues dans le fluide. Après 1 mois de fonctionnement, le débit passe en général de 42 kg/h à 20 kg/h. Nous avons rassemblé dans le tableau 4 les valeurs du coefficient d'échange global k et la résistance à l'encrassement R [Cengel, 1998] :

$$K = Q.Lv/(S.\Delta T)$$
$$R = 1/K - 1/Kp$$

(où Q est le débit, Lv la chaleur latente de vaporisation, S la surface de l'échangeur, ΔT la l'écart de température entre la condensation et l'évaporation, Kp le coefficient d'échange global de l'échangeur propre, K le coefficient d'échange global de l'échangeur encrassé).

En analysant les résultats du tableau 4, il convient de nettoyer périodiquement l'échangeur (lorsque le débit devient trop faible) à l'aide de solutions adaptées (lessive et/ou solutions acides) afin d'augmenter le coefficient d'échange donc le rendement de l'évaporation.

Tableau 4 : Encrassement de l'échangeur

Échangeur	propre	tartre	film gras
Débit (kg/h)	42	20	32
k (W/m².°C)	1 890	1 290	1 660
R (m².°C/W)	0	$2,5.10^{-4}$	$7,3.10^{-5}$

VALORISATION DES DISTILLATS

La DCO du distillat étant incompatible avec un rejet vers une Step, des tests de recyclage du distillat ont été réalisés dans le but de préparer de nouvelles huiles de coupe. Si les nouvelles émulsions restent stables et sont non corrosives, par contre l'absence de sels de dureté peut provoquer un moussage en cours d'utilisation. Il convient donc de « couper » le distillat avec de l'eau industrielle ou municipale pour une telle opération ou d'augmenter la proportion d'agent anti-mousse. Dans le cas où l'industrie de la mécanique ne souhaiterait pas utiliser les distillats produits, un traitement par ultrafiltration fournit un filtrat rejetable dans les réseaux d'assainissement [Arrêté, 1998]. En effet, les ultrafiltrats obtenus en traitant le distillat décanté avec une membrane minérale (diamètre des pores = 50 nm) à 25 °C ou à 80 °C possède une DCO de 0,9 g/l et 1 g/l respectivement et une teneur en hydrocarbures totaux inférieure à 5 mg/l et égale à 5 mg/l respectivement (25 °C : pression = 4 bars, débit de filtration = 200 l/h/m²; 80 °C : pression = 1 bar, débit de filtration = 300 l/h/m²). Bien que la pression de travail soit inférieure si la filtration a lieu à 80 °C, il serait préférable, si l'industrialisation de la chaîne CMV/UF était mise en place, de travailler à température ambiante car l'appareil d'ultrafiltration pourrait alors être en PVC au lieu d'être en acier inoxydable bien plus onéreux.

APPROCHE ÉCONOMIQUE

Le délai de retour sur investissement (DRI) [Proth,1992 ; Thiriez, 1984] a été calculé en prenant pour base les coûts actuels d'élimination en centres spécialisés, de l'énergie électrique, d'investissement en matériels. La figure 7 montre la variation du DRI en fonction du volume d'effluent à traiter, notons que les calculs ont été effectués sans recyclage du distillat et sans aide financière des agences de l'eau. Les résultats montrent clairement que pour des volumes à traiter supérieurs à 200 m³/an (40 l/h), la technique d'évaporation est totalement justifiée pour une PME/PMI. Par contre en deçà de ce volume, la technique ne se justifie plus d'autant plus que l'on atteint rapidement une DRI supérieur à la durée de vie de l'évaporateur (7 ans environ).

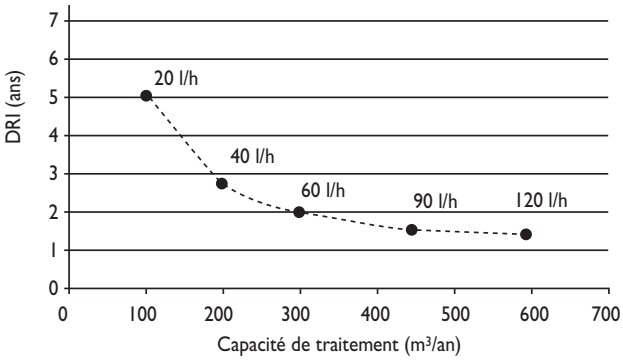


Figure 7 : Variation du délai de retour sur investissement en fonction de la capacité de traitement

CONCLUSION

Le volume des fluides de coupe usés sous forme d'émulsion peut être réduit jusqu'à 10 fois par évaporation sous compression mécanique de vapeur. Le distillat obtenu contient une phase huileuse (5 % v/v), coupe de distillation de l'huile de départ, la phase aqueuse peut être réutilisée. Pour que cette opération de valorisation soit économiquement rentable, il est nécessaire de traiter un volume de déchet supérieur à 200 m³/an.

Jedrejak S. et Bourgois J.*
École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, Centre SITE, 158 cours Fauriel, 42023 Saint-Étienne Cedex2, *bourgois@emse.fr

Remerciements :
Les auteurs remercient le Cetim de Saint-Étienne pour la mise à disposition du pilote d'évaporation et la Région Rhône-Alpes pour son soutien financier.

BIBLIOGRAPHIE

Arrêté, *Arrêté du 02 février 1998 relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement.* Journal Officiel du 03 mars 1998

Bailly M., *Thermodynamique technique*, Bordas, Paris (1971)

Cengel, *Heat Transfert a basic approach*, Mc Graw-Hill, New-York, (1998)

Centre Professionnel des Lubrifiants, *Lubrifiants : statistiques 98*, Paris, (1998)

Cetim (Centre Technique des Industries Mécaniques), *Guide d'emploi des fluides de coupe 2e Ed.*, Senlis, (1989)

Gauthier A. et Suchon J., *Concentration par évaporation*, Les Cahiers de l'Ingénierie, Ampère Ed., Paris (1985)

Jedrejak S., *Développement d'une méthodologie de sélection intégrée de procédés d'évaporation : application aux fluides de coupe usés de l 'industrie mécanique*, Thèse, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, Saint-Étienne 2002

Peureux J.-L., *Concentration par évaporation avec recompression mécanique de vapeur : application au traitement des effluents liquides en sidérurgie*, La revue de Métallurgie-CIT, Paris (1997)

Pore J., *Les dispersions aqueuses* Société des Publications Le Cuir, Paris (1976)

Proth J.-M., *Conception et gestion des systèmes de production*, Ed. PUF, Paris (1992)

Thiriez H., *Initiation au calcul économique*, Ed. Dunod, Paris (1984)

Reynaud J.-F., *Concentration par évaporation et recompression mécanique de vapeur*, Eyrolles (1984)

Withier P., *La distillation tome I*, CESRGC, Paris (1958)