

Valorisation des fluides de coupe usés : concentration par un Tube à passage de Courant

BOURGOIS Jacques et JEDREJAK Stéphane

Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne (Centre : Sciences, Information et technologies pour l'Environnement – SITE), 158 cours Fauriel, 42023 Saint-Etienne Cedex2, France

Résumé

Les fluides de coupe sont largement utilisés dans l'industrie de la mécanique pour la plupart des opérations d'usinage (tournage, fraisage, sciage, ...) afin de refroidir et lubrifier la pièce et l'outil de coupe. Les fluides de coupe aqueux sont en général les plus utilisés (600000 t/an en France), ce sont des émulsions d'huile dans l'eau, différents additifs (anti usure, anti grippage, antibactérien, ...) sont ajoutés dans le but d'obtenir des produits stables dans le temps. En fin de vie, ces fluides doivent être éliminés dans un centre de traitement adapté, le plus souvent par évapoincineration dont le coût n'est pas négligeable (150 €/m³ environ) pour la filière.

Afin de limiter le coût d'élimination, nous nous sommes proposés d'étudier des procédés de réduction de volume par évaporation : par compression mécanique de vapeur, par pompe à chaleur et par tube à passage de courant. C'est ce dernier procédé que nous nous proposons de présenter.

Des essais d'évaporation de fluides de coupe usés (microémulsion) ont été effectués à l'aide d'un évaporateur à tube à passage de courant. Le facteur de concentration obtenu est de 10 (puissance électrique = 30 kW, débit du liquide 400 L/h avec une recirculation de 340 L/h). Le distillat obtenu présente une DCO non négligeable (de 1 g/L en début d'évaporation à 7 g/L en fin d'évaporation). Cette DCO n'est pas due à un phénomène d'entraînement mécanique mais à l'évaporation d'une coupe d'huile provenant de l'huile de base de la microémulsion (évaporation d'un mélange biphasique). Le distillat obtenu peut être valorisé au sein de l'entreprise pour diluer un nouveau fluide de coupe. Un calcul économique de ce procédé appliqué aux fluides de coupe de l'industrie mécanique montre que le temps de retour sur investissement est d'environ 2 années.

Mots-clés : huile de coupe, microémulsion, évaporation, tube à passage de courant, calcul économique

Abstract

The cutting fluids produced by mechanical industrial processes are generally eliminated by vapour-incineration. The cost of treatment can be greatly reduced by simply extracting the water contained in the cutting fluids. Electrical tube evaporation has been studied with industrial microemulsion. The concentration factor has a value near to 10. The COD of distillate is due to evaporation of fraction of basic oil. Distillate is able to be recycled in industry. The economical analysis presents the financial viability of this process.

Key words : cutting fluid, evaporation, electrical tube, economical analysis, environment

1. Introduction

Les industries mécaniques de l'usinage utilisent des huiles de coupe destinées à lubrifier les outillages. Ces fluides ont une composition complexe (CETIM, 1989), connue dans le détail uniquement par leur formulateur, mais ils se composent principalement d'une huile minérale dispersée dans de l'eau dans une proportion en volume de 5 à 10% de phase active (1% d'huile). Des additifs tels que des dispersants, des antimousses, des antibactériens, .. sont ajoutés. Ils se présentent comme des émulsions stables préparées à partir d'un produit commercial concentré, dilué au moment de l'emploi.

Lorsqu'elles sont usées, ces huiles posent le problème de leur élimination (600 000 t/an, [Centre Professionnel des Lubrifiants, 1998]). En effet, leurs propriétés lubrifiantes sont trop dégradées pour envisager leur épuration ou leur recyclage. Elles ne peuvent être mises dans les réseaux d'assainissement du fait de leur teneur trop élevée en DCO (Arrêté, 1998). Elles sont donc détruites principalement par évapo-incinération dans un centre spécialisé, opération coûteuse du fait de la forte teneur en eau et des frais liés à leur transport. Afin de réduire les coûts de traitement, la concentration des fluides de coupe a déjà fait l'objet d'étude par ultrafiltration (Laforest, 2004), par évaporation à compression mécanique de vapeur (Jedrejok, 2002) ou à pompe à chaleur (Jedrejok, 2002).

L'objet de cette étude est de tester le comportement d'une émulsion d'huile de coupe dans un tube à passage de courant (TPC) au cours d'un processus de concentration. Les qualités du concentrat et du distillat ainsi que la facilité de conduite de l'installation, dans les conditions les plus favorables, seront les principaux critères de jugement.

2. Circuit expérimental

2.1 Description de la boucle d'évaporation

L'ensemble des circuits est représenté figure 1. L'installation comprend trois circuits principaux, y compris l'évaporateur TPC qui fonctionne en circuit fermé ou en circuit ouvert.

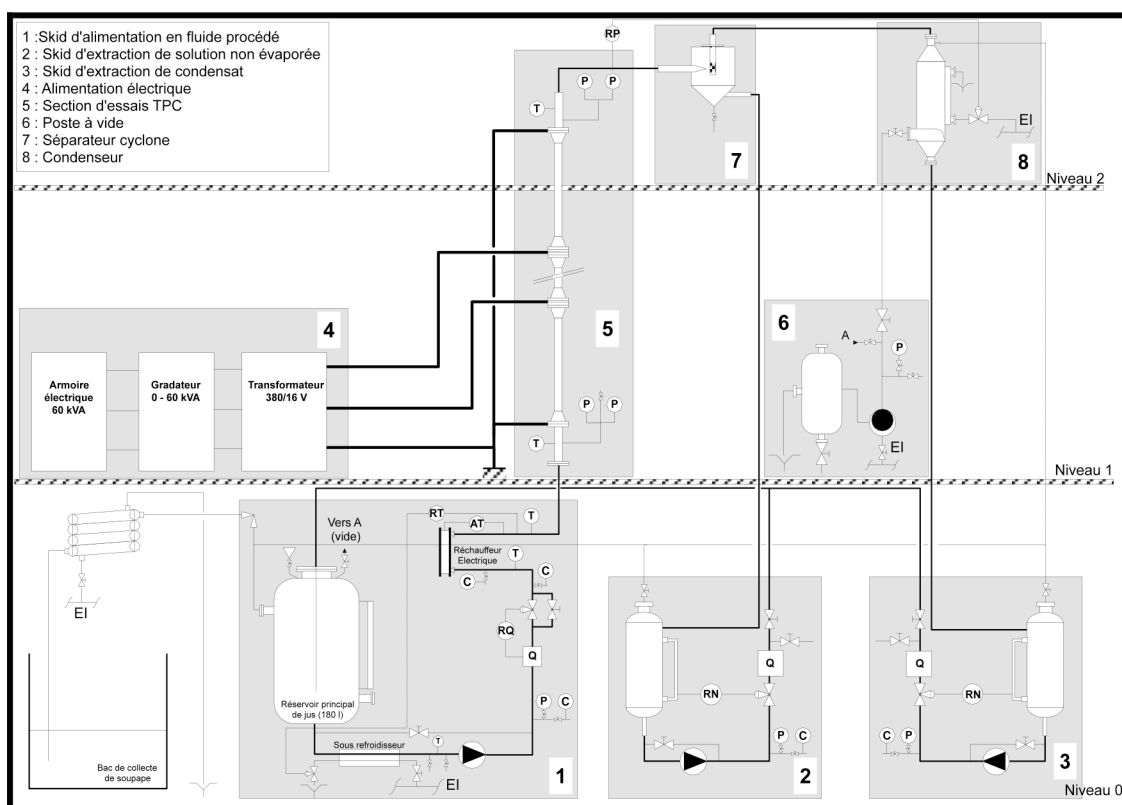


Figure 1. Schéma de la boucle d'évaporation (P : mesure de pression, T : mesure de température, C : port d'échantillonnage, Q : mesure de débit, EI : eau industrielle, RN : régulation de niveau, RT : régulation de température, AT : alarme de température, RQ : régulation de débit)

2.1.1 Circuit d'alimentation de l'évaporateur

Cette partie est située au niveau 0 de l'installation, repère 1. Le circuit d'alimentation conditionne le mélange à évaporer afin d'alimenter le TPC à débit et températures contrôlées. Il comprend une capacité tampon de 180 litres utiles dans laquelle est stocké le mélange à évaporer. Une pompe injecte le mélange dans la partie inférieure du TPC. Au préalable, le mélange est légèrement sous-refroidi afin d'éviter les problèmes de cavitation dans la pompe puis, après mesure et régulation du débit, il est réchauffé dans un réchauffeur électrique à plaques de 30 kW (modulables de 0 à 30 kW

par sauts sur 6 tranches de 5 kW). La température du mélange est régulée à la consigne voulue par action sur le débit d'eau industrielle qui alimente le sous-refroidisseur situé en amont de la pompe de circulation. Une soupape de décharge tarée à 1,1 bar relatif est placée sur la capacité tampon. En cas de surpression accidentelle et de défaillance des régulations et sécurités, elle permet d'évacuer le fluide hors de l'installation.

2.1.2 L'évaporateur TPC et son circuit électrique

L'évaporateur TPC, monté sur un châssis, est situé aux niveaux 1 et 2, repères 4 et 5. Les câbles sont guidés et le schéma électrique correspond à un branchement triphasé en triangle. Le tube est divisé en trois zones constituant trois résistances électriques branchées entre les trois phases. Du fait de la géométrie et de la puissance nominale désirée (60 kVA), les caractéristiques électriques de l'installation sont 10 V entre phases et 4 000 A par phase.

Les câbles véhiculant les 4 000 A sont en cuivre de section de 240 mm² et de 4 m de longueur, ils sont refroidis en permanence par un courant d'eau. La puissance électrique est ajustée par un gradateur (en 380 V) qui agit sur l'angle de phase ($\cos \varphi$) de l'ensemble. Ensuite, la tension est abaissée à 10 V entre phases par un transformateur triphasé.

Le tube à passage de courant est constitué d'un tube en Inconel 600 de 20,54 mm de diamètre intérieur et de 2,88 mm d'épaisseur. Il comporte trois tronçons de 633 mm de longueur utile chacun.

2.1.3 Circuit de retour des liquides concentrés

Il est situé entre les niveaux 2 et 0, repères 2 et 7. Le fluide à évaporer se vaporise partiellement (en fonction de la puissance apportée) dans le TPC. Il sort du tube un mélange de vapeur et de liquide non évaporé. Ce mélange est séparé dans un séparateur cyclone (niveau 2, repère 7). Le liquide revient par gravité au niveau 0, dans une capacité de collecte. Une pompe d'extraction permet au liquide de retourner vers le réservoir tampon principal, à travers un débitmètre qui quantifie ce débit. L'ensemble capacité, pompe et débitmètre correspondent au repère 2. En cas de fonctionnement en circuit ouvert, l'extraction peut être continue si le débit le permet ou discontinue et manuelle pour les faibles débits.

2.1.4 Circuit de retour du condensat de la vapeur produite

Il est situé entre les niveaux 2 et 0, repères 3 et 8. La vapeur produite, séparée du liquide non évaporé par le séparateur cyclone 7 intégrant un filtre dévésiculeur, est condensée par le condenseur sous vide 8 situé au niveau 2. Le condensat regagne par gravité le niveau 0 où il est collecté dans une capacité. Une pompe fait le transfert vers le réservoir tampon avec une mesure du débit. L'ensemble capacité, pompe et débitmètre correspondent au repère 3. Dans le cas d'un fonctionnement en circuit ouvert, le condensat est extrait en continu par une pompe qui le refoule dans une bache de collecte. Dans le cas contraire, les deux débits (liquide non-évaporé et retour de condensat) sont mélangés au niveau du réservoir tampon principal, ce qui permet de reconstituer la composition initiale du mélange et d'assurer un régime permanent en boucle fermée.

2.1.5 Circuit de vide

Il correspond au repère 6, niveau 1. Afin d'évaporer le mélange à concentrer à une température modérée, il peut être nécessaire d'opérer sous vide. Pour cela, une pompe à vide à anneau d'eau maintient le vide au condenseur 8 qui est le point le plus froid de l'installation. C'est à ce point que les incondensables constitués par les entrées d'air parasites du circuit sont piégés et évacués. Afin d'assurer son refroidissement pour maintenir ses performances, l'anneau d'eau de la pompe est alimenté par de l'eau industrielle rejetée en boucle ouverte à l'égout.

2.2 Moyens de mesure

Des capteurs de mesures sont présents sur l'installation. Certains, qui permettent la conduite de l'ensemble, ne sont pas détaillés. On ne s'intéressera uniquement à ceux qui permettent d'obtenir les informations sur le fonctionnement du TPC.

2.2.1 Mesure de température

Les températures sont mesurées par des sondes Pt100. Dans tous les cas, ces sondes ont été étalonnées et assurent une précision sur la mesure de l'ordre de 0,1 à 0,2°C.

Les sondes importantes sont situées aux points suivants :

- température entrée fluide TPC (permet de contrôler le sous-refroidissement à l'entrée du TPC),
- température sortie fluide TPC.
- températures de paroi externe (TP1, TP2, TP3 et TP4) situées au début du premier tronçon et à la fin des trois tronçons chauffants du TPC. Ces sondes sont des thermocouples brasés sur la paroi.
- températures du liquide dans le TPC (TF2, TF3 et TF4) situées à la fin des trois tronçons chauffants.

Des sondes supplémentaires ont été disposées sur la paroi du TPC (à la fin des trois tronçons chauffant), elles sont utilisées en sécurité pour couper l'alimentation électrique du TPC en cas de surchauffe à la paroi (risque d'atteindre la densité de flux critique). Les consignes de coupure sont calées à environ 200°C.

2.2.2 Mesure de pression

Des transmetteurs de pression (échelle 0-4 bar absolu) étalonnés en usine donnent la pression à l'entrée et à la sortie du TPC.

2.2.3 Mesure de débit

Le débit de liquide alimentant le TPC est mesuré à l'aide d'un débitmètre électromagnétique Danfoss Magflow 2500 DN 25 étalonné en usine (échelle 0-900 l/h) ; la précision de la mesure est de 1 % du débit lu.

3. Déroulement des essais

3.1 Essais d'entraînement

Un traceur salin (sulfate de sodium) est introduit dans le circuit à raison de 5,5 g/l. La mesure de la concentration en sel dans le distillat permet de calculer le taux d'entraînement par primage. Les concentrations sont mesurées par la conductivité électrique des échantillons.

3.2 Essais de démarrage en eau et antimousse

Ces essais sont destinés à démarrer l'installation et atteindre un régime permanent dans de bonnes conditions pour introduire ensuite, et d'une manière progressive, le fluide de coupe à concentrer. Cette procédure permet d'éviter le moussage par un chauffage brutal d'une charge complète.

3.3 Essais de concentration du fluide de coupe neuf de type micro-émulsion (Condat Polybio)

Cet essai est destiné à obtenir une référence sur un produit neuf et "propre". L'installation fonctionnant avec une charge d'eau et d'antimousse, le fluide de coupe est introduit progressivement, en continu (30 l/h), à raison d'une charge de 100 litres à 5 % puis 6 charges de 100 litres à 10 % de concentration. La quantité totale introduite est donc équivalente à 1300 litres à 5 %. La charge est ensuite concentrée jusqu'à un facteur de concentration d'environ 10. Les conditions de concentration sont : débit d'alimentation (débit de jus) 400 l/h, pression 0,5 bar absolu, puissance 20 kW. Un échantillon de distillat a été prélevé en début de concentration ainsi que des échantillons de distillat et de résidu en fin de cycle de concentration.

3.4 Essais de concentration d'un fluide de coupe usé

A partir la fin de l'essai avec le fluide neuf concentré, on introduit dans l'installation environ 35 l/h de fluide usé en continu. Le débit peut être ajusté pour maintenir un niveau constant dans le réservoir principal de l'installation. La charge totale introduite est environ 700 litres. L'extraction du distillat est égale à environ 30 l/h en continu et celle de résidu à 3 l/h en discontinu (3 litres toutes les heures). Les conditions de fonctionnement sont : débit d'alimentation 400 l/h, pression 0,5 puis 1 bar absolu, puissance 20 kW.

4. Fluide utilisé

Le fluide de coupe utilisé est une émulsion commerciale dont les caractéristiques figurent dans le tableau 1.

Tableau 1. Caractéristiques du fluide de coupe

	DCO (g/l)	Coupure acide (% vol Huile)	Bore (mg/l)	pH	Alcalinité (N)	Bactéries aérobies (colonies/ml)
neuf		3	550	9,3	0,12	0
usé	170	3	450	9,3	0,10	10 ⁶

5. Résultats

5.1 Essais en eau pure ou assimilés

Différents essais ont été réalisés afin de déterminer les conditions opératoires optimales d'évaporation d'une phase aqueuse, en utilisant de l'eau et un mélange eau+antimousse. Ces conditions opératoires sont les suivantes : 20 kW, 400 l/h, 0,5 ou 1 bar. Sous ces conditions, le débit de distillat est compris entre 30 et 40 l/h (75% dû à l'apport de puissance dans le tube, 25% dû à l'évaporation flash après le réchauffeur).

Des essais à une pression plus faible ont conduit à un régime de fonctionnement au-delà de la densité de flux critique donc à un très mauvais transfert de chaleur entre paroi interne du tube et fluide (le tube rougit).

Lorsque le fluide à évaporer est une solution saline de sulfate de sodium et en se plaçant dans des conditions défavorables (30 kW et 0,3 bar ou 20 kW et 0,25 bar (vitesse de la vapeur élevée favorisant une augmentation de l'entraînement par primage : avec la géométrie des canalisations la vitesse des gaz est de 18 m/s pour une pression de 0,25 bar alors que la vitesse maximum préconisée en entrée de cyclone est de 14 m/s) nous avons pu constater que l'entraînement mécanique était négligeable (tableau 2) puisque respectivement 0,4 l et 0,1 l de solution saline sont entraînés pour 1000 litres de distillat. Nous verrons que ces valeurs sont confirmées pour les fluides de coupe en analysant la quantité de bore présent dans les distillats.

Tableau 2. Entraînement

Puissance kW	Q liquide (l/h)	Q retour (l/h)	Q production (l/h)	χ liquide (mS/cm)	χ retour (mS/cm)	χ production (mS/cm)
30	406	344	61	8,04	8,74	35,00
20	380	340	46	8,00	8,55	13,39
Puissance kW	C liquide (g/l)	C retour (g/l)	C production (g/l)	Entraînement (%)	Entraînement (l/1000 l)	
30	5,6	6,1	0,024	0,064	0,4	
20	5,5	5,9	0,008	0,018	0,1	

5.2 Essais avec le fluide de coupe neuf

Les essais ont commencé par un fonctionnement avec de l'eau pure additionnée d'antimousse à raison de 500 cm³ dans environ 150 litres d'eau permutée. Puis le fluide de coupe a été ajouté comme précédemment décrit. En utilisant les conditions opératoires déjà décrites et avec un facteur de concentration égal à 10, la température de paroi extérieure du TPC est de 120°C en début de cycle pour atteindre 150°C en fin de cycle. Le concentrat obtenu présente une couleur brune et possède une teneur en eau voisine de 60% v/v (méthode de mesure (AFNOR NF T60-113, 1986)). Le débit de distillat est de 35 kg/h, l'installation fonctionne d'une manière satisfaisante et stable. Les analyses menées sur le distillat sont rassemblées dans le tableau 3.

Tableau 3. Analyse du distillat provenant du fluide de coupe neuf

P = 0,5 bar	pH	DCO (mg/l)	Bore (mg/l)	Distillat (l)
Distillat début	6,65	1200	1	50
Distillat fin*	9,5	4000	12	600

Note : * facteur de concentration égal à 10

L'aspect blanchâtre du distillat est dû à la mise en émulsion d'une fraction huileuse. Un essai de centrifugation a été négatif, il n'est pas observé de séparation de phase. Après coupure acide de l'émulsion produite à l'aide d'une solution d'acide sulfurique, la phase organique est de 1% en volume, valeur nettement plus importante que celle due à l'entraînement mécanique, il y a donc eu évaporation de l'huile puis mise en émulsion. L'augmentation du pH provient de l'évaporation des additifs basiques présents dans l'huile de coupe. Le dosage du bore par ICP (ISO 11885, 1996) effectué sur le distillat, montre que l'entraînement mécanique par primage est négligeable et bien inférieur à celui trouvé avec la solution saline où nous nous étions placé dans des conditions expérimentales défavorables.

5.3 Essai avec le fluide de coupe utilisé

Dans la suite des essais sur le fluide neuf, le fluide usé a été introduit dans l'installation dans le résidu du fluide précédent. L'évaporation a été poursuivie au même régime que précédemment soit 20 kW, 0,5 puis 1 bar et 400 l/h. Le distillat a été extrait en continu (30 kg/h) et le résidu en discontinu (3 litres toutes les trois heures). La distillation a duré environ 22 heures. Des échantillons de distillat ont été prélevés à 6 heures, 15 heures, 17 et 22 heures. Un échantillon de résidu a été prélevé en fin d'opération, à 22 heures.

Les températures de paroi extérieure du TPC sont de 150°C en début d'opération (0,5 bar) pour atteindre 180°C en fin d'opération (1 bar). Les sécurités de surchauffe du TPC ont d'ailleurs déclenché deux fois (consignes à 200°C).

En fin d'opération, 96 kg de résidu ont été extraits de l'installation, la teneur volumique en eau est de 60% (P=0,5 bar, facteur de concentration=10) et de 40% (P=1 bar, facteur de concentration=15).

Le distillat provenant de la distillation du fluide de coupe usé possède également une couleur blanchâtre due à la présence d'huile sous forme d'émulsion. La quantité d'huile recueillie est de 4,5 kg (P=500mbar) et de 9 kg (P=1 bar) quantité d'huile évaporée par tonne de distillat. Les points expérimentaux sont tout à fait en accord avec la courbe théorique (figure 2) (Wuithier, 1958) de la composition du distillat provenant de la distillation d'un mélange eau/huile (masse molaire = 283 g/mole, densité = 0,9, pression de vapeur saturante = tableau 4),

Tableau 4. Pression de vapeur saturante de l'huile de base vs température

T (°C)	25	30	35	40	45	60	75	85	90	100
P (mbar)	0,002	0,0027	0,004	0,006	0,01	0,03	0,1	0,2	0,3	0,6

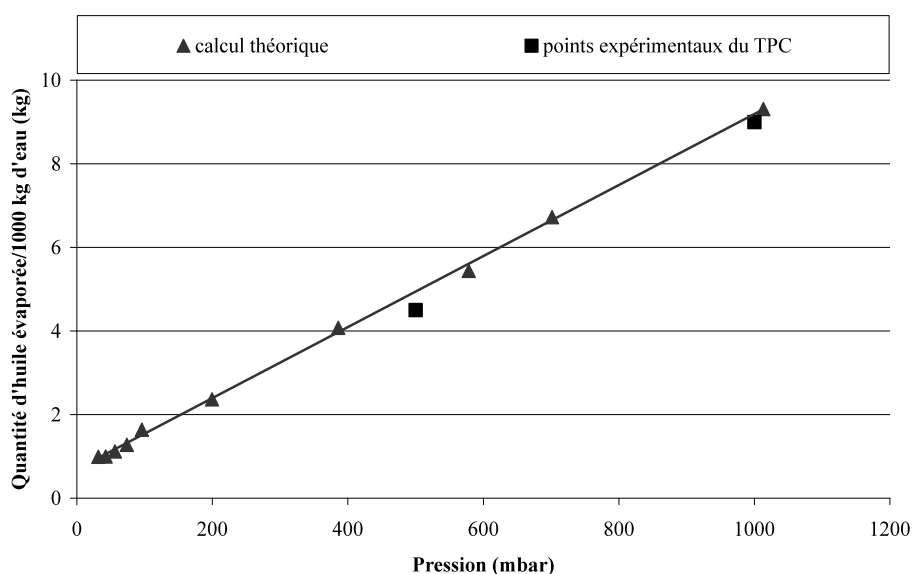


Figure 2. Entraînement d'huile lors de l'évaporation

L'évolution de la DCO du distillat au cours de la distillation suit la courbe représentée sur la figure 3. Les valeurs de DCO ont été mesurées sur des échantillons ultrafiltrés afin de s'affranchir de l'huile surnageante. Nous constatons qu'elle atteint un palier en régime permanent et qu'elle passe de 4000 mg/l (fluide neuf) à 7000 mg/l (fluide usé) en cours de distillation. Ces valeurs

de DCO interdisent tout rejet tant dans le milieu naturel que dans un circuit d'assainissement. Des essais de recyclage ont été réalisés sur le distillat. Les tests de corrosion (IP 1-230, 1981) et de stabilité (NF T60-187, 1997) montrent que le distillat peut être recyclé pour fabriquer une nouvelle huile de coupe malgré la teneur en huile émulsionnée. De plus, la température de concentration stérilise le distillat puisque l'on constate l'absence de toute contamination bactérienne.

5.4 Expertise du tube à passage de courant après essais

Après la campagne d'essais, l'installation a été rincée à l'eau chaude et la partie supérieure du tube a été démontée. Un examen à l'endoscope de la surface du tube ne montre aucune trace d'encrassement pour tout le tronçon supérieur du TPC (1/3 supérieur jusqu'à la deuxième amenée de courant, début de la zone ayant surchauffée en flux critique). Sur la durée des essais, il n'y a pas eu d'encrassement significatif du TPC ni par le tartre, ni par dépôt de produits organiques de décomposition.

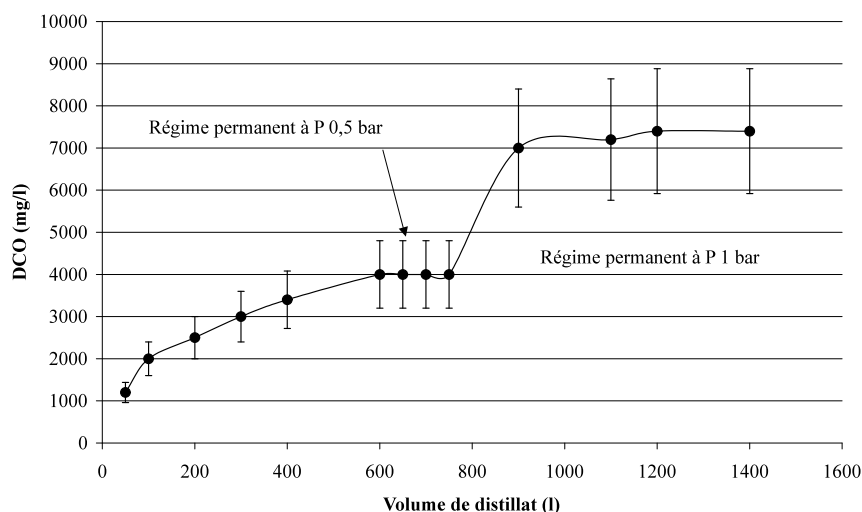


Figure 3. Evolution de la DCO du distillat

2. Approche économique

Sur la base du traitement par évaporation d'un volume de fluide de 200 m³/an et des coûts suivants :

- investissement :
 - tube en inconnel de 2 mètres : 1,52 k€
 - centrale électrique : 3,05 k€
 - chaudronnerie (échangeur, cyclone) : 3,05 k€
 - mise sous vide et circulation des fluides : 3,05 k€

l'installation que nous avons utilisée étant une installation pilote, la commercialisation du TPC n'est pas encore effective, les coûts présentés ici sont estimatifs, nous les avons donc multipliés par un facteur correctif de 2, ce qui porte l'investissement global à : 21,4 k€

- fonctionnement : 14,17 k€/an (consommation électrique importante)
- pré et post traitement + génie civil : 3 k€

le calcul du temps de retour (Proth, 1992 ; Thiriez, 1984) est voisin de 2 années. Cette durée est tout à fait satisfaisante compte tenu que les économies d'eau n'ont pas été prises en compte. Ce temps de retour est dû aux faibles coûts d'investissement malgré un fonctionnement relativement important. Il est évident que ce résultat doit être affiné en prenant des coûts d'investissement réels.

Conclusion

Le volume des fluides de coupe usés sous forme d'émulsion peut être réduit par 10 en utilisant la technique d'évaporation à tube à passage de courant, le résidu devant être traité en centre spécialisé. Pour des raisons de flux critique, il n'est pas possible (avec le tube utilisé) de diminuer la pression en dessous de 0,5 bar. Le distillat obtenu contient une phase huileuse résultant de l'évaporation d'un mélange biphasique, la phase aqueuse obtenue ne peut donc être rejetée mais elle peut être réutilisée pour reconditionner des huiles de coupe neuves. Un dimensionnement du tube adapté aux fluides utilisés permettrait de travailler à pression plus faible et d'obtenir ainsi un distillat moins riche en huiles. Le temps de retour sur investissement d'une telle opération est voisine de 2 ans, durée due aux faibles coûts d'investissement liés à cette technique.

Références

- AFNOR NF T60-113, « Détermination de la teneur en eau, méthode par distillation », 1986
- AFNOR NF T60-187, « Tendances au moussage des liquides d'usinage aqueux », 1997, volume 2
- ARRETE, 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
- Centre Professionnel des Lubrifiants, « Lubrifiants : statistiques 98 », Paris, (1998)
- CETIM (Centre Technique des Industries Mécaniques), « Guide d'emploi des fluides de coupe 2^{ème} Ed. », Senlis, (1989)
- IP 1-230, Norme Institut du Pétrole, « Rust prevention characteristics of soluble oil emulsion chip/filter paper method », volume1, 1981
- ISO 11 885, « Qualité de l'eau – Dosage de 33 éléments par spectroscopie d'émission atomique à plasma couplé par induction (ICP) », 1996, volume 1
- JEDREJAK S., « Développement d'une méthodologie de sélection intégrée de procédés d'évaporation : application aux fluides de coupe usés de l'industrie mécanique », Thèse, Ecole nationale supérieure des mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne 2002
- LAFORST V., BERGUERY C., MALOSSE R. et BOURGOIS J., *Valorisation des fluides de coupe usés. Partie I : cas des techniques membranaires*, Déchets - Sciences et Techniques, 2004, n° 36, pp 3-7
- PROTH J.M., « Conception et gestion des systèmes de production », Ed. PUF, Paris (1992)
- THIRIEZ H., « Initiation au calcul économique », Ed. Dunod, Paris (1984)
- WITHIER P., « La distillation tome I », CESRGC, Paris (1958)

Remerciements : Les auteurs remercient la Région Rhône-Alpes pour son soutien financier.