

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

11 N° de publication : **2 551 988**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

21 N° d'enregistrement national : **83 15108**

51 Int Cl⁴ : B 01 D 5/00, 3/36.

12 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION** A1

22 Date de dépôt : 19 septembre 1983.

30 Priorité :

43 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 12 du 22 mars 1985.

60 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

71 Demandeur(s) : *SARL FRANK ROUSSELLE et Société
anonyme ; Ets François PICCAPANE. — FR.*

72 Inventeur(s) : Gaston Peron.

73 Titulaire(s) :

74 Mandataire(s) : Cabinet Lepage et Aubertin.

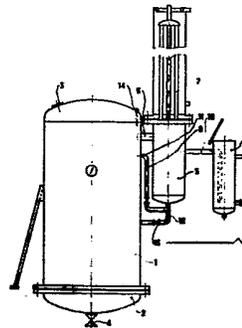
54 Procédé de régénération des solvants de nettoyage et installation de mise en œuvre du procédé.

57 L'invention est relative à un procédé de régénération des solvants sales et une installation de mise en œuvre du procédé.

Selon le procédé, on réalise un mélange de solvant pollué et d'eau que l'on chauffe jusqu'à évaporation, puis on condense le mélange et par décantation on récupère le solvant. Selon l'invention, l'eau récupérée par décantation est réintroduite dans le mélange initial.

L'installation de régénération comporte une bouilloire 1 contenant le mélange de solvant à régénérer et d'eau, et des moyens de chauffage, ladite bouilloire est reliée par un conduit 6 à une cuve de décantation 5 où condense le mélange. La cuve 5 présente une canalisation 8 qui la relie à la bouilloire 1 et qui débouche à la partie inférieure de ladite cuve 5.

L'installation trouvera tout particulièrement son application dans l'industrie chimique et plus particulièrement chez les fabricants de peinture, colle ou vernis.



FR 2 551 988 - A1

- 1 -

L'invention est relative à un procédé de régénération des solvants de nettoyage pour peintures, encres, colles et vernis et une installation de mise en oeuvre du procédé. Elle trouvera notamment son application dans l'industrie chimique et plus particulièrement chez
5 les utilisateurs de diluants hydrocarbonés.

Actuellement, dans l'industrie de la peinture, des encres, colles et vernis, il est utilisés des diluants ou agents de nettoyage tels que notamment le toluène, le xylène ou le white spirit.

Pour des questions de lutte contre la pollution et de coût
10 du produit, il est intéressant de régénérer les diluants pour les réutiliser ultérieurement en les débarrassant des divers résidus qu'ils contiennent.

La récupération des solvants peut être réalisée selon différents procédés et en particulier grâce aux appareils classiques de
15 distillation simple travaillant à pression atmosphérique ou sous pression réduite. Malheureusement, ces procédés n'offrent pas entièrement satisfaction notamment en raison des surchauffes éventuelles qui donnent lieu à la formation de peroxyde.

On connaît également les appareils d'évaporation sous film
20 mince dans lesquels le produit à régénérer est mis sous forme d'une couche mince remuée par un dispositif à pales placé au contact de la paroi chaude.

Les inconvénients rencontrés avec ce type d'appareil sont notamment un risque de solidification des peintures thermo-durcissables et nécessité d'utiliser une pression réduite pour éliminer les
25 solvants lourds. En outre, l'emploi de l'appareil sous pression réduite est délicat.

Il existe également les appareils à distillation azéotropique dans lesquels on place le solvant à régénérer parcouru par de
30 la vapeur d'eau engendrée par un générateur de vapeur. La vapeur réchauffe la masse du solvant et provoque une vaporisation de ce dernier, les vapeurs solvant/eau sont ensuite condensées et le solvant liquide est récupéré par décantation naturelle.

La distillation azéotropique par injection de vapeur telle
35 qu'elle est connue actuellement présente les inconvénients de nécessiter une très grande quantité de vapeur, et de présenter un bilan énergétique défavorable.

En outre, les boues liquides aqueuses récupérées peuvent

- 2 -

atteindre un volume allant jusqu'à trois fois celui du solvant mis en oeuvre.

Le but principal de la présente invention est de présenter un procédé de régénération des solvants de nettoyage qui présentent un excellent rendement. En effet, le nombre de calories nécessaires pour l'évaporation de la quantité de solvant à régénérer est nettement inférieure selon le procédé de la présente invention que celui des procédés actuellement connus.

En outre, le procédé de régénération de la présente invention permet un traitement en totalité du solvant. La quantité de boues pompable est acceptée en décharge car les pigments restent enrobés et les boues sont non lixiviables par les eaux de ruissellement.

Par la simplicité de sa mise en oeuvre, le procédé de la présente invention pourra être réalisé directement chez l'utilisateur de solvants.

Un autre but de la présente invention est de présenter une installation de régénération qui met en oeuvre le procédé de l'invention, cette installation étant relativement compacte. De ce fait, elle pourra être installée très facilement et ne nécessite qu'une très faible part de main d'oeuvre, cette dernière pouvant même être totalement absente en équipant l'installation d'une automatisation appropriée.

D'autres buts et avantages de la présente invention apparaîtront au cours de la description qui va suivre, qui n'est cependant donnée qu'à titre indicatif et qui n'a pas pour but de la limiter.

Le procédé de régénération des solvants sales notamment pour les peintures, colle ou vernis utilisant une bouilloire d'évaporation contenant un mélange d'eau et de solvants à régénérer qui est chauffé pour favoriser l'évaporation du mélange, une cuve de décantation dans laquelle les vapeurs obtenues par l'évaporation du mélange initial sont condensées est caractérisé en ce que l'on laisse décanter le mélange eau/solvant obtenu par condensation dans la cuve, on récupère l'eau décantée dans la partie inférieure de la cuve et on réintroduit cette eau dans la bouilloire.

L'installation de régénération pour la mise en oeuvre du procédé est caractérisée par le fait qu'elle comporte une bouilloire contenant le mélange de solvant à régénérer et d'eau, des moyens de chauffage, la dite bouilloire étant reliée par un conduit à une cuve de décantation, la dite cuve de décantation présentant en outre une

- 3 -

canalisation la reliant à la bouilloire et débouchant dans la partie inférieure de la cuve.

L'invention sera mieux comprise si l'on se réfère à la description ci-dessous ainsi qu'au dessin en annexe qui en fait partie
5 intégrante.

La figure 1 schématise une installation de régénération pour la mise en oeuvre du procédé de l'invention.

Le procédé de la présente invention utilise pour la régénération des solvants notamment destinés aux peintures, encres, colles
10 ou vernis une distillation azéotrope. On réalise à cet effet un mélange solvant à régénérer/eau, on chauffe ce mélange pour favoriser son évaporation puis on provoque la condensation des vapeurs résultantes pour obtenir un mélange eau/solvant épuré.

On laisse ensuite le mélange décanter ce qui permet de
15 dissocier le solvant de l'eau par séparation densimétrique. Le solvant régénéré peut alors être récupéré et à nouveau utilisé.

En connaissant les différents rapports de la distillation azéotrope, il doit être initialement constitué un mélange solvant sale et eau polluée par addition d'eau au solvant en telle quantité
20 que celle-ci soit suffisante pour assurer le complément indispensable à la distillation azéotrope, à la quantité de solvant.

A titre d'exemple, pour régénérer 200 litres de solvant pollué à 20 % de matières solides, il faut prévoir sensiblement de 50 à 100 litres d'eau.

25 Selon le procédé de régénération de la présente invention, on recycle l'eau obtenue par condensation du mélange évaporé en réintroduisant cette eau dans le mélange initial pollué.

Ce procédé présente au moins deux avantages, d'une part la masse totale du mélange à chauffer initialement est plus réduite puisque
30 que la quantité d'eau additionnelle est limitée, d'autre part la récupération de l'eau chaude condensée réintroduite dans le mélange initial pollué permet d'économiser de précieuses calories puisque l'eau ajoutée est déjà chaude, et pour porter cette eau à ébullition, relativement peu de calories sont nécessaires.

35 En outre, entre deux opérations de régénération, on pourra avantageusement compléter le mélange initial avec l'eau chaude condensée obtenue durant le cycle précédent, ceci permettant de réduire l'apport de calories nécessaires à la vaporisation du mélange initial.

- 4 -

Selon le procédé de la présente invention, on localise le chauffage du mélange eau/solvant à régénérer dans la partie inférieure du mélange. En effet, par séparation densimétrique de l'eau et du solvant à régénérer placés dans la bouilloire, le solvant sale de par sa densité généralement plus faible va surnager le mélange. Par conséquent, en localisant le chauffage dans la partie inférieure de la bouilloire, c'est un chauffage direct de l'eau qui sera réalisé. Cette eau sera chauffée jusqu'à ébullition et les bulles de vapeur d'eau ainsi formées traverseront la masse de solvant pollué en chauffant le mélange et en provoquant un entraînement azéotropique solvant/eau.

Le procédé de régénération des solvants peut s'envisager de façon discontinue ou continue.

La figure 1 schématise l'installation de régénération réalisée selon un mode préférentiel de conception de l'invention.

L'installation comprend une bouilloire 1, de préférence fermée et destinée à contenir le mélange initial formé de solvants sales et d'eau.

Dans le cas de la présente invention, la bouilloire 1 est de forme cylindrique de révolution d'axe vertical dont le fond 2 est rapporté.

Cette disposition permet entre autre un accès interne à la bouilloire 1 et facilite l'évacuation des boues.

En outre, la bouilloire 1 contient des moyens de chauffage du mélange non illustrés à la figure 1. Ces moyens de chauffage peuvent être de tout type connu et notamment canne chauffante, bougie, échangeur ou autre.

Comme indiqué précédemment, les moyens de chauffage seront, de préférence, disposés à la partie inférieure de la bouilloire et plus particulièrement au niveau du fond 2 rapporté.

La bouilloire 1 est équipée d'un orifice 3 de remplissage disposé à la partie supérieure de la bouilloire, cet orifice 3 pouvant être fermé au moyen d'un bouchon de type classique.

La partie inférieure de la bouilloire 1 est reliée par l'intermédiaire d'une vanne 4 à un conduit d'évacuation des déchets non représentés sur la figure 1.

La bouilloire 1 est reliée à la cuve de décantation 5 par un conduit 6 de passage des vapeurs. Le conduit 6 débouche dans les parties supérieures respectives de la bouilloire 1 et de la cuve de

- 5 -

décantation 5.

Les vapeurs de mélange eau/solvant engendrées dans la bouilloire 1 traversent le conduit 6 et se condensent dans la cuve 5.

5 Pour favoriser la condensation des vapeurs, la cuve 5 est équipée d'un échangeur tubulaire 7 disposé dans le cas de la figure 1 à la partie supérieure de la cuve 5. Cet échangeur tubulaire est du type liquide/gaz et débouche dans sa partie supérieure à l'air libre.

10 Le liquide de réfrigération présent dans les canalisations de l'échangeur 7 peut être mis en circulation à l'aide d'une pompe externe pour homogénéiser sa température ou peut être à la circulation naturelle du fluide.

15 En raison des poids volumétriques différents du solvant et de l'eau, il y a séparation densimétrique des composants dans la cuve de décantation 5. L'eau généralement de densité supérieure est située au fond de la cuve 5 alors que le solvant surnage le mélange.

20 Selon la présente invention, l'installation de régénération comprend une canalisation d'évacuation de l'eau 8 débouchant à la partie inférieure de la cuve 5, destinée à reconduire l'eau condensée dans la cuve 5 vers la bouilloire 1. De la sorte, l'eau condensée et décantée dans la cuve 5 peut facilement être réintroduite au niveau du mélange initial dans la bouilloire 1.

Le solvant régénéré surnageant dans la cuve 5 sera dirigé vers une cuve tampon d'affinage 9 par l'intermédiaire d'une canalisation de transfert des solvants régénérés 10.

25 Pour que l'installation puisse fonctionner sans intervention, on dispose avantageusement la canalisation d'évacuation en continu de l'eau 8 selon un siphon.

Le fonctionnement de l'installation de la présente invention est le suivant.

30 Le mélange initial eau/solvant est introduit dans la bouilloire 1 par l'intermédiaire de l'orifice 3 qui est ensuite obturé. Le mélange est chauffé ce qui provoque une ébullition de l'eau et un entraînement azéotropique solvant/eau. Les vapeurs pénètrent dans la cuve 5 par l'intermédiaire du conduit 6 et les vapeurs se condensent au niveau de l'échangeur 7, le mélange liquide résultant de la condensation vient reposer dans la cuve 5 où par séparation densimétrique, le solvant vient surnager l'eau.

La cuve 5 se remplit peu à peu de mélange condensé eau/

- 6 -

solvant et la canalisation d'évacuation 8 se remplit également d'eau introduite dans la dite canalisation 8 par le fond de la cuve 5.

Puisque la cuve 5 contient un mélange eau/solvant, alors que la canalisation 8 n'est remplie que d'eau, les niveaux supérieurs des liquides contenus respectivement dans la canalisation 8 et la cuve 5 sont différents, le niveau liquide dans la cuve 5 étant légèrement supérieur à celui de la canalisation 8.

Lorsque le niveau de liquide dans la cuve 5 atteint la canalisation 10 de transfert des solvants régénérés, il y a évacuation du solvant surnageant le mélange dans la cuve 5 vers la cuve tampon d'affinage qui se remplit ainsi peu à peu de solvant.

Pour éviter toute introduction de vapeur dans la canalisation de transfert 10, on prévoit avantageusement que celle-ci plonge dans le liquide présent dans la cuve tampon d'affinage 9, comme cela est illustré à la figure 1.

Puisque le solvant placé à la partie supérieure du mélange présent dans la cuve 5 est évacué de la dite cuve, par la canalisation 10, il résulte que le rapport solvant/eau dans la cuve 5 s'appauvrit. En effet, jusqu'à présent, l'évacuation de l'eau vers la bouilloire 1 n'est toujours pas effectuée.

La composition du mélange dans la cuve 5 tendant à être de l'eau débarrassée de solvant, il en résulte que le niveau supérieur du liquide présent dans la canalisation d'évacuation 8 s'élève pour rejoindre le niveau supérieur du liquide présent dans la cuve 5. Il s'agit d'une application du principe de l'éprouvette en forme de U dont les branches sont remplies de liquide de même densité et qui voit le remplissage des branches arriver à un même niveau.

Le niveau d'eau dans la canalisation d'évacuation 8 s'élevant, finit par arriver au niveau de l'orifice 11 reliant la bouilloire 1 à la canalisation 8 et l'eau s'écoule dans la bouilloire 1 et vient enrichir le mélange eau/solvant initial en eau chaude.

Pour le bon fonctionnement de l'installation, il est nécessaire que le niveau de l'orifice 11 soit situé plus bas que celui de la canalisation de transfert 10. Il faut toutefois que cette différence de niveau soit faible sous peine de voir la canalisation d'évacuation 8 remplie avant que le niveau supérieur du mélange présent dans la cuve 5 atteigne la canalisation de transfert 10.

En outre, la cuve de décantation 5 sera reliée à la bouil-

- 7 -

loire 1 par une conduite 12 de vidange munie d'une vanne 13. A l'issue de l'opération de régénération, il est ainsi possible de vidanger la cuve 5, de l'eau résiduelle qui y stagnait en faisant écouler cette eau vers la bouilloire 1 par l'intermédiaire de la conduite 12 de vidange, en ouvrant la vanne 13.

L'installation décrite précédemment fonctionne par recyclage continu de l'eau, toutefois, on peut envisager un recyclage discontinu par exemple à l'aide d'une conduite analogue à la conduite de vidange 12 dont la vanne 13 serait ouverte par intermittence durant le cycle de régénération pour vider la cuve 5 de l'eau contenue.

Par détection de la température des vapeurs notamment à l'aide d'un dispositif thermo-statique 14 disposé dans la partie supérieure de la bouilloire 1, il est possible de détecter le seuil de température correspondant à la fin de la régénération. En adoptant un dispositif de commande approprié, on pourra, par conséquent, automatiser le cycle de régénération.

De bons résultats ont été obtenus pour la régénération de 200 litres de solvant pollué à 20 % de matière solide en l'additionnant de 50 à 100 litres d'eau soit sensiblement jusqu'à 6 fois moins d'eau qu'en utilisant le procédé classique. Il a été utilisé une résistance chauffante d'une puissance de 12 KW. Les différentes températures d'ébullition pour la distillation azéotropique ont été de 40, 60, 80 et 98 °C, pour 98 °C, il ne reste dans la bouilloire 1 que de l'eau. La distillation a duré 4 heures.

Le dispositif thermo-statique 14 joue également un rôle de sécurité puisqu'en cas de surchauffe anormale, il permet l'arrêt immédiat de l'installation.

D'autres mises en oeuvre de la présente invention, à la portée de l'Homme de l'Art, auraient pu être adoptées sans pour autant sortir du cadre de celle-ci.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de régénération des solvants sales notamment pour les peintures, encres, colles et vernis utilisant une bouilloire (1) contenant un mélange d'eau et de solvant à régénérer qui est chauffé pour favoriser l'évaporation du dit mélange, une cuve de décantation (5) dans laquelle les vapeurs obtenues par évaporation du mélange initial sont condensées, caractérisé en ce qu'on laisse décanter le mélange au solvant obtenu par condensation dans la cuve (5), on récupère l'eau décantée à la partie inférieure de la cuve (5) et on réintroduit cette eau dans la bouilloire (1).
5
2. Procédé de régénération selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on localise le chauffage du mélange initial dans la partie inférieure de la bouilloire (1).
10
3. Procédé de régénération selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on chauffe le mélange initial dans la bouilloire (1) jusqu'à ébullition de l'eau et entraînement azéotropique du solvant.
15
4. Installation de régénération selon le procédé de la revendication 1, caractérisée par le fait qu'elle comporte une bouilloire d'évaporation (1) contenant un mélange de solvant à régénérer et d'eau, des moyens de chauffage, la dite bouilloire (1) étant reliée par un conduit de passage des vapeurs (6) à une cuve de décantation (5) où se condense le mélange évaporé, la dite cuve (5) présentant une canalisation d'évacuation (8) la reliant à la bouilloire (1) et débouchant dans la partie inférieure de la cuve (5).
20
5. Installation de régénération selon la revendication 4, caractérisée par le fait que la conduite d'évacuation de l'eau (8) est en forme de siphon.
25
6. Installation de régénération selon la revendication caractérisée par le fait qu'une cuve tampon d'affinage (9) est reliée à la cuve de décantation (5) par l'intermédiaire d'une canalisation de transfert (10).
30

FIG. 1

