11 Numéro de publication:

0 360 866 A1

(12)

# DEMANDE DE BREVET EUROPEEN PUBLI E EN APPLICATION DE L'article 158, paragraphe 3 de la CBE

21) Numéro de dépôt: 88906221.2

(a) Int. Cl.<sup>5</sup>: **B08B 3/08** , **C23G 5/00** , **C23G 5/028** 

22 Date de dépôt: 29.03.88

Muméro de dépôt internationale : PCT/SU88/00075

(87) Numéro de publication internationale : WO 89/09099 (05.10.89 89/24)

- Date de publication de la demande: 04.04.90 Bulletin 90/14
- Etats contractants désignés:
  AT CH DE FR GB IT LI
- ① Demandeur: INSTITUT KHIMII NEFTI SIBIRSKOGO OTDELENIA AKADEMII NAUK SSSR pr. Akademichesky, 3 Tomsk 634055(SU)
- 2 Inventeur: BORDUNOV, Vladimir Vasilievich pr. Akademichesky, 11-25

Tomsk, 634055(SU)

Inventeur: KARMADONOV, Leonid Nikolaevich

ul. Ust-Kerepit, 104-1 Tomsk, 634024(SU)

Inventeur: OSPISCHEV, Jury Mikhailovich

per. Mirny, 17-1 Tomsk, 634021(SU)

Inventeur: FEDJUNIN, Vladimir Alexandrovich

ul. Koshurnikova, 7-60 Tomsk, 634027(SU)

Inventeur: ZHURAVKOV, Sergei Petrovich

ul. 30 let Pobedy, 3-712

Tomsk, 634055(SU)

Inventeur: CHEREPENKO, Evgeny

Alexandrovich ul. Lazo, 20-57 Tomsk, 634063(SU)

Inventeur: SVIRIDOV, Anatoly Borisovich

Krasny pr. 87/2-62 Novosibirsk, 630049(SU)

Inventeur: VERKHORUBOV, Lev Semenovich

ul. Udmurtskaya, 255-184 Izhevsk, 126000(SU)

Inventeur: MIKHAILOV, Arkady Timofeevich

ui. Dzerzhlnskaya, 61-29 Izhevsk, 626039(SU)

Inventeur: BAKHMUTOV, Jury Leonidovich

ul. Glazovskaya, 3-8 Perm, 614034(SU)

Inventeur: SHAIDUROV, Valery Sergeevich

ul. Kirovogradskaya, 75-18

Perm, 614034(SU)

Mandataire: Durand, Yves Armand Louis et al

CABINET WEINSTEIN 20, Avenue de

Friedland

F-75008 Paris(FR)

866

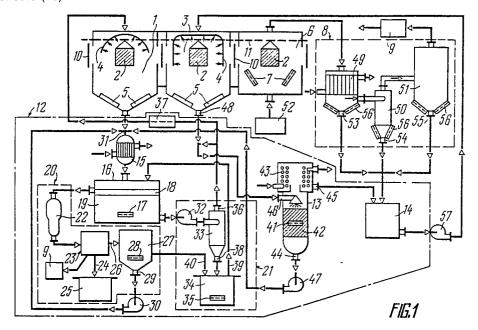
4

# PROCEDE ET INSTALLATION DE NETTOYAGE DE PIECES.

Le procédé consiste à traiter les surfaces des articles avec un solvanten fusion.

La solution usée est refroidie et décantée avec formation d'une couche supérieure, contenant des produits pétroliers, des impuretés mécaniques légères et une partie de solvant, et d'une couche inférieure contenant le solvant, des impuretés mécaniques lourdes et une partie des produits pétroliers, suite à quoi on sépare de la couche supérieure les produits pétroliers, tandis que les cristaux de solvant sont fondus et ajoutés à la couche inférieure d'où on sépare le solvant qui est envoyé au nettoyage des articles.

L'installation comprend le système (12) de régénération de la solution usée, raccordé au système (20) de séparation des composants de la couche supérieure (18) et au système (21) de séparation de la couche inférieure (19).



"Procédé de nettoyage d'articles et installation pour sa réalisation".

#### Domaine de l'invention

5

L'invention concerne le domaine du nettoyage d'articles en les débarrassant des impuretés technologiques, et plus précisément, elle a pour objet un procédé de nettoyage des articles en les débarrassant des produits 10 pétroliers et des impuretés mécaniques, ainsi qu'une installation pour la réalisation de ce procédé.

L'invention peut être appliquée avec le plus grand effet au nettoyage de la surface des articles encrassés par des huiles minérales, végétales et des graisses animales, par des pâtes, des conservateurs, des liquides de coupe et d'autres impuretés technologiques, dénommés plus loin produits pétroliers et impuretés mécaniques.

## 20 Etat de la technique

Dans la technologie moderne de production, on met en jeu un grand nombre de matériaux auxiliaires. On peut y rapporter les huiles minérales, végétales et les 25 graisses animales, les pâtes, les conservateurs, les liquides de coupe, etc. Ils restent sur la surface des articles et rendent nécessaire un nettoyage avant l'assemblage ou l'application d'un revêtement protecteur. Dans les opérations de décrassement des an articles, on utilise des solvants hydrocarbonés, des solvants hydrocarbonés chlorés et/ou fluorés, des solutions aqueuses d'électrolytes, des substances tensio-actives et des mélanges complexes à base de ceux-ci. Après l'opération de nettoyage des articles, 35 ils sont, avec les impuretés, tous rejetés dans l'environnement sous forme de déversements industriels, de vapeurs, de produits d'incinération des résidus de

distillation, de boues à ensevelir. Le prix des pertes irrécupérables de substances chimiques et le dommage causé par la pollution de l'environnement sont immenses.

5 On connaît un procédé de décrassement des articles (SU-A-1093732). Ce procédé comprend le traitement de la surface des articles avec des solutions aqueuses contenant des substances tensio-actives et des activateurs du processus, par exemple, le persulfate d'ammonium, le phosphate de mono-éthanolamine, l'acide sulfamique, l'acide oxalique, des naphtalène-sulfonates et l'eau. La régénération des solutions usées est réalisée par décantation, élimination des produits pétroliers émergés à la surface de la solution et par filtrage des impuretés mécaniques.

Dans ce procédé, la régénération de la solution usée ne consiste qu'en la décantation et le filtrage des systèmes inhomogènes. Le solvant usé, pollué d'impuretés solubles, n'est nullement régénéré. C'est ainsi que, les solutions aqueuses, et les solvants organiques et les produits pétroliers sont rejetés dans l'environnement.

On connaît un procédé de nettoyage de la surface des articles en les débarrassant des produits pétroliers et des impuretés mécaniques (SU-A-541857) consistant en ce que l'article à nettoyer est préalablement chauffé jusqu'à 60°C, est traité avec un détergent contenant du white spirit, des alcoylphénols hydroxéthyliques ou de l'alcool gras, de l'eau, de l'alcoylsulfonate de sodium et du gaz-oil. Avec cela, l'article est maintenu 10 à 15 mn à une température de 50 à 60°C et l'article est lavé avec une solution aqueuse chauffée à 60°C et contenant 0,1 à 0,3% de tripolyphosphate et 0,1 à 1% d'alcoylphénol hydroxéthylique. La solution usée est régénérée en la chauffant jusqu'à une température de 80 à 90°C, puis le produit pétrolier surnageant est

éliminé, tandis que la solution aqueuse détergente est réutilisée plusieurs fois pour le nettoyage.

Cependant, lors de l'opération de nettoyage des

5 articles, le solvant réagit partiellement avec les
impuretés éliminées par lavage. Les produits pétroliers,
les graisses et les impuretés mécaniques solides,
éliminés périodiquement du processus, contiennent du
solvant, des produits de sa réaction chimique avec les
impuretés et doivent donc être ensevelis.

La phase aqueuse, après saturation en composants solubles des produits pétroliers, doit aussi être ensevelie.

15

On connaît un procédé de décrassement de surfaces dures des articles à l'aide de compositions de substances organiques (SU-A-957672). Le procédé consiste en un traitement des surfaces dures aux éthers polyfluorés ou 20 aux alcanes chlorés et/ou fluorés avec additions de perfluoro-alcools, de perfluoro-éthers, de perfluoro-acides en quantité de 0,02 à 1% en masse. Les solvants volatiles répartissent la substance dissoute sur la surface et, en se volatilisant rapidement, 25 rejettent (dispersent) la pellicule de produits

25 rejettent (dispersent) la pellicule de produits pétroliers de la surface. La consommation de la composition est égale à quelques cm<sup>3</sup> par 100 p. carrés de surface. Dans le procédé connu, on n'a pas résolu le problème de séparation des solutions usées en

30 constituants initiaux pour les utiliser au recyclage et la consommation en détergents est assez élevée, tandis que la base volatile, les liquides fluorocarboné en s'évaporant dans l'atmosphère, détruisent la couche d'ozone de l'atmosphère.

35

On connaît aussi un procédé de nettoyage de la surface des articles (GB-A-2104104). D'après ce procédé, la

surface des articles est nettoyée par un solvant en circulation, composé d'un hydrocarbure chloré liquide et d'une substance tensio-active dont les constituants sont sélectionnés de manière qu'ils ne se mélangent et ne 5 réagissent pas avec les impuretés technologiques. La solution usée est régénérée par évaporation de l'hydrocarbure chloré liquide. Après condensation, on ajoute au solvant épuré la substance tensio-active et on le renvoie pour un nettoyage réitéré de l'article. Les 10 impuretés éliminées par lavage, après évaporation du solvant, doivent être séparées de la substance tensio-active pour pouvoir être réutilisées. Dans le procédé, cette opération n'est pas réalisée alors que le procédé en lui-même n'est appliqué que dans un domaine 15 restreint : le nettoyage de la surface d'articles après application de revêtements protecteurs, mais alors, il peut y avoir décomposition du solvant chloré en présence de l'eau et de chlorures de métaux avec formation de substances très toxiques.

20

Pour réaliser les procédés connus, on peut utiliser l'installation de nettoyage de la surface des articles du type carrousel, qui est composée d'ensembles standards correspondant au type de la solution 25 détergente ou aux prescriptions de l'opération technologique (D-teur V. Kampschulte et coll., RFA, Somingen, "Installation de nettoyage et de dégraissage à ultra-sons et sans ultra-sons"). L'installation comprend une chambre de nettoyage dotée d'un dispositif 30 d'activation mécanique et à ultra-sons, du nettoyage, un dispositif de distillation, un dispositif de séparation des impuretés mécaniques solides, des condenseurs de piégeage et de condensation des vapeurs du solvant. Cette installation est caractérisée par un faible 35 facteur d'utilisation du solvant à cause de la décomposition et de la réaction du solvant avec les

impuretés mécaniques éliminées par lavage et l'eau et de

l'ensevelissement des résidus de distillation contenant une quantité notable de solvant. Les pertes de solvant dans les installations de ce type font de 0,1 à 0,5 kg par m² de surface nettoyée des articles.

5

On connaît un procédé de nettoyage des articles en les débarrassant des produits pétroliers et des impuretés mécaniques, réalisé dans une installation (SU-A-1189515), comprenant le nettoyage de la surface 10 des articles par un solvant circulant, le séchage des articles nettoyés, la régénération de la solution usée et la séparation des impuretés éliminés par lavage. D'après ce procédé, les articles sont chauffés jusqu'à une température requise et sont traités par le solvant 15 en circulation. Après nettoyage, l'article est séché sous vide. Les articles séchés sont refroidis et sortis de l'installation. Les vapeurs du solvant, formées lors du séchage, sont condensées et sont renvoyées au cycle de nettoyage de la surface des articles. Le solvant usé 20 est régénéré par distillation. Il se forme alors un distillat et un résidu de distillation contenant du solvant non volatilisé, des produits pétroliers et des impuretés mécaniques éliminés par lavage. Le distillat est renvoyé au cycle de nettoyage et les composants 25 liquides du résidu de distillation sont filtrés et réutilisés.

Ce procédé est aussi caractérisé par de grandes pertes de solvant, causées par sa volatilité élevée, par son 30 évacuation avec le résidu de distillation et aussi dues à sa réaction chimique avec les impuretés éliminées par lavage et l'eau.

L'installation pour réaliser ce procédé (SU-A-1189515)
35 comprend un transporteur pour déplacer les articles et,
alignées, une chambre d'entrée, des chambres neutres,
une chambre de nettoyage dotée d'un système de

circulation du solvant, une chambre de séchage raccordée à un système à vide, un condenseur pour piéger les vapeurs de solvant, un distillateur, un accumulateur du distillat, un collecteur de produits pétroliers et un filtre pour séparer les impuretés mécaniques. Toutes les chambres de l'installation sont hermétiquement fermées à l'aide de vannes.

## Exposé de l'invention

10

L'invention vise à créer un procédé de nettoyage des articles consistant à les débarrasser des produits pétroliers et des impuretés mécaniques et une installation pour sa réalisation qui permettraient de changer l'état d'agrégation du milieu nettoyant du solide au gaxeux, de régler la solubilité réciproque dans le système "pollutions technologiques - milieu nettoyant" et grâce à cela, d'augmenter l'efficacité du nettoyage des articles, de réduire les pertes du milieu nettoyant ainsi que la quantité d'impuretés éliminées par lavage se diffusant dans l'environnement.

Ce problème est résolu du fait que dans un procédé de nettoyage des articles consistant à les débarrasser des produits pétroliers et des impuretés mécaniques et comprenant le traitement de la surface des articles avec un solvant circulant, le séchage des articles nettoyés, la régénération du solvant usé, le captage des vapeurs de solvant contenues dans le mélange air-vapeur et la séparation des produits pétroliers et des impuretés mécaniques, selon l'invention, on effectue le traitement de la surface des articles dans un bain de solvant en fusion avec cristallisation de celui-ci sur la surface des articles suivie de la fusion des cristaux du solvant, la solution usée est refroidie jusqu'à une température proche de celle de fusion du solvant et est décantée avec formation de deux couches : d'une couche

supérieure contenant les produits pétroliers, les impuretés mécaniques de faible poids et une partie du solvant et une couche inférieure contenant le solvant, les impuretés mécaniques lourdes et une partie des produits pétroliers, puis, la couche supérieure est déversée et refroidie jusqu'à cristallisation complète du solvant qu'elle contient, on en sépare les produits pétroliers, les cristaux de solvant sont fondus et mêlés à la couche inférieure dont on sépare le solvant qui est envoyé au nettoyage des articles, tandis que les impuretés mécaniques légères de la couche supérieure et les impuretés mécaniques lourdes de la couche inférieure sont séchées et on en sépare le solvant qui est aussi utilisé pour nettoyer les articles.

15

Ainsi, le procédé permet d'augmenter l'efficacité du nettoyage (la pollution résiduelle de la surface des articles après le nettoyage compose 0,01 à 0,05 mg/cm²), de réaliser une régénération des solutions usées avec le recyclage du solvant, d'exclure les pertes des produits pétroliers, de séparer les produits pétroliers et les impuretés mécaniques et de réduire leur rejet dans l'environnement.

25 Il est recommandé d'utiliser comme solvant des substances organiques, solides en conditions normales, fluorées et/ou chlorées, chimiquement inertes, insolubles dans les produits pétroliers et ne pouvant pas dissoudre ces derniers aux températures inférieures 30 à la température de fusion du solvant.

L'application de tels solvants permet de réduire leur perte grâce à l'absence d'une réaction chimique entre eux et les impuretés éliminées par lavage, à leur faible solubilité dans les produits pétroliers et aussi grâce aux valeurs faibles de la pression des vapeurs au-dessus du solvant solide. En outre, l'emploi de tels solvants

permet de séparer les impuretés sans changer la composition chimique, ni les propriétés des solvants. Ainsi, on parvient pratiquement à un procédé entièrement sans rejets. Par exemple, les pertes de solvant d'après le procédé proposé ne dépassent pas 4 g par m² de surface d'article traité et on extrait des solutions usées au moins 94% des produits pétroliers initiaux introduits dans l'opération de nettoyage sur les articles encrassés.

10

15

Il est préférable de soumettre une partie du solvant à la distillation, puis d'envoyer le distillat formé pour le rinçage des articles et après ce rinçage de diriger à nouveau le distillat à la distillation, tandis que le résidu de distillation, contenant les produits pétroliers et une quantité notable de solvant, doit être réuni avec la solution usée.

L'application de ces opérations permet d'augmenter
l'efficacité du nettoyage et aussi de réduire les pertes
de solvant et de produits pétroliers. L'encrassement
résiduel, après le rinçage de la surface des articles à
l'aide du distillat de solvant, représente 0,01 à 0,001
mg/cm².

25

Le problème de la prévention du rejet des vapeurs de solvant dans l'atmosphère peut être résolu en ce que l'air et les vapeurs du solvant organique chloré et/ou fluoré, après le séchage des articles, sont refroidis jusqu'à la cristallisation complète du solvant et ensuite, les cristaux de solvant sont séparés de l'air.

Il est préférable que les cristaux de sclvant, séparés de l'air, soient fondus et utilisés pour rincer les articles. Cette opération permet d'augmenter le taux d'utilisation du solvant.

Il est également souhaitable de séparer les produits

pétroliers de la couche supérieure de la solution usée par filtrage. Le filtrage est suffisamment efficace quand, dans la couche supérieure, se trouve une quantité insignifiante d'impuretés mécaniques et les cristaux de solvant sont suffisamment grands.

Pratiquement, il est possible de séparer les produits pétroliers de la couche supérieure par centrifugation. Lsa centrifugation est préférable pour séparer les produits pétroliers des critaux finement dispersés et des impuretés mécaniques.

10

Le problème est aussi résolu à l'aide d'une installation pour réaliser le procédé comprenant une chambre de nettoyage des articles racordée à un système de 15 régénération de la solution usée, comprenant un distillateur et un accumulateur du distillat communiquant avec ce dernier, une chambre de rinçage des articles, reliée par l'intermédiaire d'une pompe à l'accumulateur du distillat, une chambre de séchage des 20 articles, un moyen pour déplacer les articles à travers les chambres, un système à dépression à vide et un système de piégeage des vapeurs de solvant, installation dans laquelle, selon l'invention, le système de régénération de la solution usée est doté d'un 25 refroidisseur pour la solution usée, raccordé à un décanteur pour la séparation de la solution usée en deux couches: une couche supérieure et une couche inférieure, ledit décanteur est relié à un système de séparation des constituants de la couche supérieure et à un système de 30 séparation des constituants de la couche inférieure, le système de séparation des constitutants de la couche supérieure comprenant, en série, un cristalliseur et un dispositif de séparation des produits pétroliers, l'une des sorties du dispositif de séparation des produits 35 pétroliers étant reliée à un collecteur de produits pétroliers, et son autre sortie est reliée à un

collecteur de solvant, comportant un réchauffeur et doté d'une sortie inférieure qui, par l'intermédiaire d'une pompe, est raccordée à l'entrée du refroidisseur de la solution usée, tandis que le système de séparation des composants de la couche inférieure comprend, en série, une pompe, un siphon laveur et un évaporateur doté d'un réchauffeur incorporé, une sortie supérieure du siphon laveur étant reliée, par l'intermédiaire du réchauffeur, à la chambre de nettoyage, et une sortie inférieure, à l'évaporateur dont l'une des sorties est raccordée au décanteur et une autre, au collecteur du solvant.

Pour parvenir à un nettoyage encore meilleur des articles, à obtenir un distillat exempt de produits pétroliers et à réduire les pertes du solvant et des produits pétroliers, il est rationnel que le distillateur ait trois tubulures dont l'une est raccordée, par l'intermédiaire d'une pompe, à l'entrée du refroidisseur, une autre, à la sortie supérieure du siphon laveur et la troisième, à l'accumulateur du distillat.

Il est utile que le système de captage des vapeurs de solvant soit relié à la chambre de séchage et comprenne, en série, un réfrigérateur-cristalliseur, un siphon et un filtre reliés au système à dépression, ce qui prévient les rejets des vapeurs de solvant dans l'atmosphère et qui assure une technologie sans résidus.

Il est recommandé que les parties inférieures du réfrigérateur-cristalliseur, du siphon et du filtre soient chauffées et communiquent avec l'accumulateur du distillat. Ceci permet d'augmenter le taux d'utilisation du solvant.

Il est avantageux que le dispositif de séparation des 35 produits pétroliers comprenne un récipient avec un élément filtrant, un mécanisme pour le déchargement des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques légères et des tubulures: d'entrée du mélange hétérogène, de sortie des produits pétroliers, de sortie des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques légères et d'une tubulure de sortie raccordée au système à dépression. Ceci assure pratiquement la séparation complète des produits pétroliers des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques. Les produits pétroliers ne contiennent alors pas plus de 0,2% (en masse) de solvant et peuvent être à nouveau utilisés à de différentes fins.

Pratiquement, il est possible que le dispositif de

séparation des produits pétroliers soit conçu sous forme
d'une centrifugeuse pourvue de tubulures d'entrée du
mélange hétérogène, de sortie des produits pétroliers et
de sortie des cristaux de solvant et des impuretés
mécaniques.

20

# Description succinte des dessins

La présente invention est éclairée par la description détaillée ci-après d'un exemple concret de sa 25 réalisation avec référence aux dessins annexés sur lesquels:

La figure 1 représente la vue générale d'une installation pour réaliser le procédé de nettoyage des articles consistant à les débarrasser des produits 90 pétroliers et des impuretés mécaniques, selon l'invention;

La figure 2 est un dispositif de séparation des produits pétroliers, selon l'invention;

35

La figure 3 est un dispositif de séparation des produits

#### EP 0 360 866 A1

pétroliers par centrifugeage, selon l'invention.

## Meilleur mode de réalisation de l'invention

- 5 Les articles, encrassés par des produits pétroliers et par des particules mécaniques, ayant la température du local de production, sont traités à l'aide d'un solvant fondu en circulation. A l'étape initiale du traitement, le solvant, en tombant sur la surface froide de
- 10 l'article, se cristallise en changeant de volume et déplace les impuretés mécaniques solides collées sur la surface de l'article en réduisant ainsi leur adhésion à la surface. Lors de la suite du traitement des articles au solvant fondu, on effectue un chauffage des articles,
- 15 la fusion du solvant et l'élimination des produits pétroliers et des impuretés mécaniques de la surface. L'encrassement résiduel à cette étape s'élève à 0,01 à 0,05 mg/cm<sup>2</sup>.
- 20 Ensuite, la solution usée, représentant un mélange de solvant, de produits pétroliers, d'impuretés mécaniques lourdes et légères, est refroidie jusqu'à une température supérieure à celle de la fusion du solvant de 1 à de 10°C, il y a alors réduction de la solubilité
- 25 dans le système solvant-produits pétroliers et deux couches se forment: une couche supérieure, contenant les produits pétroliers, les impuretés mécaniques légères et du solvant partiellement dissous dans les produits pétroliers, et une couche inférieure contenant le
- 30 solvant, les impuretés mécaniques lourdes et les produits pétroliers partiellement dissous dans le solvant.

La couche supérieure est déversée et refroidie jusqu'à 35 la température ambiante. Il en résulte que le solvant se cristallise. Les produits pétroliers sont séparés des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques légères

par filtrage ou par centrifugation. Puis, on fait fondre le solvant, on le sépare des impuretés mécaniques légères et on l'ajoute à la couche inférieure. On sépare la couche inférieure les impuretés mécaniques lourdes, 5 tandis que le solvant est renvoyé au nettoyage des articles. Les impuretés mécaniques légères de la couche supérieure et les impuretés mécaniques lourdes de la couche inférieure sont réunies et séchées de façon à en séparer le solvant qui est évaporé. Le solvant est 10 ensuite condensé et à nouveau utilisé pour nettoyer les articles. Ainsi, l'efficacité du nettoyage des articles est augmentée grâce à la réduction de l'adhésion des particules mécaniques à la surface lors de la cristallisation du solvant sur la surface des articles 15 et on assure une production sans résidus en raison du refroidissement de la couche supérieure, de la cristallisation du solvant ainsi que grâce à la séparation des produits pétroliers du solvant qui est renvoyé pour une nouvelle opération de nettoyage.

20

Comme solvant pour traiter les articles, on utilise des matières organiques chlorées et/ou fluorées, solides en conditions normales, chimiquement inertes et réciproquement insolubles avec les produits pétroliers à une température inférieure à celle de la fusion du solvant. Elles devront être antidéflagrantes et inflammables, non toxiques et permettre, en utilisant les transformations de phase lors de la variation de la température, de séparer facilement les produits

30 pétroliers et les impuretés mécaniques. En outre, des faibles pressions des vapeurs au-dessus du solvant solide à température ambiante permettent de réduire les pertes de solvant par rejets dans l'atmosphère.

Dans le but d'augmenter l'efficacité du nettoyage et de réduire la pollution résiduelle de la surface, on rince les articles au distillat de solvant. A cette fin, une partie de solvant, prise de la couche inférieure et exempte d'impuretés mécaniques lourdes, est soumise à la distillation et le distillat est envoyé au rinçage des articles. A l'issue de cette étape, la pollution

5 résiduelle de la surface des articles s'élève à 0,01 à 0,001 mg/cm². Après le rinçage des articles, la solution contient le solvant et une quantité insignifiante de produits pétroliers dissous dans celui-ci. Le solvant est à nouveau envoyé à la distillation, tandis que le 10 résidu, formé en résultat de la distillation de la solution et représentant un mélange de produits pétroliers (95 à 70% de la masse) et de solvant (5 à 30% de la masse), est réuni dans la solution usée et est ensuite régénéré.

15

Ainsi, on parvient à une haute efficacité de nettoyage des articles, on réduit les pertes de solvant grâce à la régénération du résidu de l'opération de distillation et on augmente aussi l'efficacité de la distillation.

20

- Après le rinçage, les articles sont séchés à une température supérieure à celle de fusion du solvant, sous vide ou à l'air chaud.
- 25 L'air et les vapeurs, formées lors du séchage des articles, de solvant organiques chloré et/ou fluoré sont refroidis jusqu'à une température normale. La cristallisation du solvant se produit alors.
- 30 Les cristaux de solvant sont séparés de l'air par filtrage, sont fondus et utilisés pour rincer les articles. Ainsi, les vapeurs de solvant sont récupérées avec efficacité par une technique simple et sont à nouveau utilisées lors de l'opération de nettoyage des articles.

Les pertes totales du solvant lors de la réalisation du

procédé décrit plus haut ne dépassent pas 0,004 kg par mètre carré de surface nettoyée d'articles, on extrait durant le processus au moins 94% des produits pétroliers.

5

L'installation proposée, réalisant le procédé de nettoyage de la surface des articles, comprend une chambre 1 de nettoyage des articles 2, une chambre 3 de rinçage où se trouvent des injecteurs 4 et des sources d'ultrasons 5, une chambre 6 de séchage des articles 2, dotée d'éléments de chauffage 7, qui est raccordée à un système 8 de captage des vapeurs de solvant et à un système à dépression 9. Les chambres 1,3 et 6 sont séparées les unes des autres et du milieu extérieur par des vannes 10. L'installation comprend un moyen 11 de déplacement des articles dans les chambres 1,3 et 6.

La chambre 1 de nettoyage des articles 2 est reliée au système 12 de régénération de la solution usée, 20 comportant un distillateur 13, raccordé à un accumulateur 14 du distillat, un refroidisseur 15 de la solution usée connecté à un décanteur 16 pourvu d'un réchauffeur 17 incorporé. Le décanteur 16 sert à séparer la solution usée en deux couches: supérieure 18 et 25 inférieure 19, et est relié à un système 20 de séparation des composants (produits pétroliers, solvant dissous en petite quantité dans les produits pétroliers, impuretés mécaniques légères) de la couche supérieure 18, et à un système 21 de séparation des composants 30 (solvant, produits pétroliers dissous en petite quantité dans le solvant, impuretés mécaniques lourdes) de la couche inférieure 19. Le système 20 de séparation des composants de la couche supérieure 18 comporte, reliés en série, un cristalliseur 22 et un dispositif 23 de 35 séparation des produits pétroliers, une sortie 24 du dispositif 23 de séparation des produits pétroliers qui est raccordée à un collecteur 25 pour les produits

pétroliers, une sortie 26 raccordée à un collecteur 27 de solvant pourvu d'un réchauffeur incorporé 28. La sortie inférieure 29 du collecteur 27, par l'intermédiaire d'une pompe 30, est reliée à l'entrée 31 du refroidisseur 15 de la solution usée. Le système 21 de séparation des composants de la couche inférieure 19 comporte, reliés en série, une pompe 32, un siphon laveur 33 et un évaporatuer 34 doté d'un réchauffeur incorporé 35, une sortie supérieure 36 du siphon laveur 33, est reliée par l'intermédiaire d'un réchauffeur 37 de solvant aux gicleurs 4 de la chambre de nettoyage 1 alors qu'une sortie inférieure 38 est reliée à l'évaporateur 34. Une sortie 39 de l'évaporateur 34 est reliée au décanteur 16 et une sorte 40, au collecteur 27 du solvant.

Le système 12 de régénération de la solution usée comporte le distillateur 13 qui comprend un réchauffeur 41 pour une charge 42, un réfrigérateur 43 et trois 20 tubulures 44, 45, 46 dont l'une, 44, située à la partie inférieure, est reliée, par l'intermédiaire d'une pompe 47, à l'entrée 31 du refroidisseur 15. La tubulure 45 est raccordée à l'accumulateur 14 du distillat, et la tubulure 46 est raccordée à une sortie inférieure 48 de la chambre 3 de rinçage des articles 2 et à la sortie supérieure 36 du siphon laveur 33.

La chambre 6 de séchage des articles est raccordée à la chambre 3 de rinçage et au système 8 de capture des vapeurs de solvant qui comporte, connectés en série entre eux, un réfrigérateur-cristalliseur 49, un siphon 50 et un filtre 51. La chambre de séchage 6 et le système 8 de capture des vapeurs de solvant sont reliés au système à dépression 9. Il est non seulement possible, mais technologiquement recommandé, de raccorder entre eux la chambre de séchage 6 et le système 8 de capture des vapeurs de solvant à l'aide

d'une conduite d'air 52.

Les parties inférieures 53, 54, 55 du réfrigérateur-cristalliseur 49, du siphon 50 et du 5 filtre 51 sont pourvues de réchauffeurs 56 et sont reliées à l'accumulateur 14 du distillat, qui, par l'intermédiaire d'une pcmpe 57, est raccordé aux gicleurs 4 de la chambre de rinçage 3.

D'après l'une des versions, représentée sur la figure 2, le dispositif 23 de séparation des produits pétroliers de la couche supérieure 18 est constituté d'un récipient 58 pourvu d'un élément filtrant 59, d'un mécanisme de déchargement 60 des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques légères, et des tubulures d'entrée 61 pour le mélange hétérogène, de la sortie des produits pétroliers 24, raccordée au collecteur des produits pétroliers 25, de la sortie 26 des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques légères, elle-même raccordée au collecteur de solvant 27, ainsi que d'une sortie 62 reliée au système à dépression 9.

Dans la version représentée sur la figure 3, le dispositif de séparation 23 des produits pétroliers de la couche supérieure 18 est constitué par une centrifugeuse 63 qui est pourvue d'une tubulure d'entrée 64 pour l'admission du mélange hétérogène, raccordée au cristalliseur 48, ainsi que de deux tubulures de sortie 24 et 26, reliées respectivement au collecteur des produits pétroliers 25 et au collecteur de solvant 27.

L'installation de nettoyage des articles consistant à les débarrasser des produits pétroliers et des impuretés mécaniques fonctionne de la manière suivante.

35

Avant de commencer le nettoyage des articles, l'installation est mise en service. Pour cela, on branche les réchauffeurs 7, 17, 37, 41 et on admet l'agent de refroidissement dans le refroidisseur 15, le réfrigérateur-cristalliseur 49 et le réfrigérateur 43. Après avoir atteint les températures requises, on fait 3 avancer à l'intérieur de la chambre de nettoyage 1, à l'aide du moyen de déplacement 11, les articles 2. En se déplaçant successivement à travers les chambres 1, 3, 6, les articles 2 subissent l'opération de nettoyage et de rinçage au solvant chauffé projeté par les gicleurs 4, et le traitement par ultrasons effectué par les scurces d'ultrasons 5 pour obtenir un séchage à air chaud et sous vide.

En séchant la surface des articles 2, l'air se sature de vapeurs de solvant et passe dans le système de capture des vapeurs de solvant 8. Les chambres 1, 3, 6 sont rendues étanches, l'une par rapport à l'autre et par rapport à l'environnement, à l'aide des vannes 10.

20 La solution usée, constituée par un mélange de solvant, de produits pétroliers et d'impuretés mécaniques légères et lourdes, passe par la chambre de nettoyage 1 jusqu'au refroidisseur 15 du système de régénération 12 du solvant usé où elle est refroidie jusqu'à une 25 température proche de celle de la fusion du solvant et alors la solubilité réciproque du solvant et des produits pétroliers se réduit et il se forme une émulsion; ensuite, l'émulsion passe dans le décanteur 16 où elle se décante et se sépare en deux couches: d'une 30 part la couche supérieure 18 contenant des produits pétroliers, une petite quantité de solvant y dissous et des impuretés mécaniques légères, et d'autre part la ccuche inférieure 19 contenant du solvant, une petite quantité de produits pétrcliers qui y sont dissous et 35 des impuretés mécaniques lourdes. La couche supérieure 18 est déversée dans le système de sépratation 20 des composants de la couche supérieure 18 où, en passant par

le cristalliseur 22, le solvant se cristallise à une temperature inférieure à celle de sa fusion: ensuite, le mélange hétérogène formé est dirigé vers le dispositif 23 de séparation des produits pétroliers cù les cristaux 5 de solvant et les impuretés mécaniques légères sont séparés des produits pétroliers liquides par filtrage ou par centrifugation. Les produits pétroliers séparés arrivent au collecteur 25 des produits pétroliers par la sortie 24 et les cristaux de solvant avec les impuretés mécaniques légères arrivent au collecteur 27 du solvant où les cristaux de solvant sont fondus à l'aide de réchauffeur 28. Par la sortie inférieure 29 du collecteur 27, le solvant fondu, à l'aide de la pompe 30, alimente l'entrée 31 du refrcidisseur 15 de la solution usée.

La couche inférieure 19 est envoyée à l'aide de la pompe 32, depuis le décanteur 16, au système 21 de séparation des composants de la couche inférieure 19 où, dans le siphon laveur 33, le solvant est séparé des impuretés 20 mécaniques lourdes. Ensuite, le solvant arrive au réchauffeur 37 par la sortie 36 du siphon laveur 33, est chauffé jusqu'à la température requise et est envoyé par l'intermédiaire des injecteurs 4, vers la chambre 1 de nettoyage des articles, tandis que les impuretés 25 mécaniques lourdes, par la sortie 38 du siphon laveur 33, passent dans l'évaporateur 34. Les impuretés légères du collecteur 27 arrivent à l'évaporateur par la sortie 40.

30

35

15

Dans l'évaporateur 34, les impuretés sont chauffées par le réchauffeur 35 jusqu'à une température supérieure à celle de la fusion du solvant, le solvant est alors évaporé et ses vapeurs sont envoyées par la sortie 39 jusqu'au décanteur 16. Les résidus solides, les impuretés mécaniques légères et lourdes sont déchargées de l'évaporateur 34 et utilisés.

Le solvant, après rinçage des articles, contenant une petite quantité de produits pétroliers, passe par la sortie inférieure 48 de la chambre 3 de rinçage jusqu'à la tubulure 46 du distillateur 13 et ensuite dans la charge 42. Ici même, par la sortie supérieure 36 du siphon laveur 33, on amène la partie de solvant exempte d'impuretés mécaniques. Le solvant est porté jusqu'à ébullition et est évaporé sur la charge chauffée 42. Les vapeurs de solvant sont condensées sur le réfrigérateur 43 pour former le distillat. Par la tubulure 45, le 10 distillat est dirigé vers l'accumulateur 14 du distillat. Le résidu de distillation, contenant essentiellement des produits pétroliers et du solvant, est envoyé, par la tubulure inférieure 44 et à l'aide de 15 l'intermédiaire de la pompe 47, jusqu'à l'entrée 31 du refrcidisseur 15 du système 12 de régénération de la solution usée.

Le système 8 de capture des vapeurs de solvant est relié
20 à la chambre 6 de séchage des articles, qu'il est
d'ailleurs recommarcé d'alimenter en air chaud par la
conduite d'air 52 pour un séchage efficace des articles.
Les vapeurs de solvant ainsi que l'air après séchage des
articles, passent successivement par le
25 réfrigérateur-cristalliseur 49, le siphon 50 et le
filtre 51, sont refroidis, les vapeurs de solvant se
cristallisent et sont capturées par le siphon 50 et sur
le filtre 51. Le système 8 est raccordé au système à

dépression 9 pour créer le vide.

30

35

Les cristaux de solvant capturés dans les appareils 49, 5C et 51 chutent respectivement dans les parties inférieures 53, 54 et 55 de ceux-ci et, au fur et à mesure de l'accumulation, les cristaux sont fondus par les réchauffeurs 56, et ensuite sont vidangés par les parties inférieures 53, 54 et 55 dans l'accumulateur 14 du distillat d'cù le distillat est amené jusqu'aux

injecteurs 4 de la chambre de rinçage 3 à l'aide de la pompe 57.

D'après l'une des versions (figure 2), le mélange

5 hétérogène, constitué de produits pétroliers liquides,
de cristaux solides de solvant et d'impuretés mécaniques
légères, passe depuis le cristalliseur 22, au filtre 59
situé dans le récipient 58 par la tubulure d'entrée 61.
Une fois que le mélange se trouve dans le récipient 58

10 et à l'aide du système à dépression 9 branché à la
tubulure 62, on créé une dépression de façon à en
séparer les produits pétroliers.

Les produits pétroliers arrivent au collecteur 25 par la 15 tubulure de sortie 24 et le résidu solide, composé de cristaux de solvant et d'impuretés mécaniques légères, est déchargé du filtre 58 à l'aide du mécanisme 60 par la tubulure de sortie 26 dans le collecteur 27.

D'après une autre version (figure 3), le mélange hétérogène passe du cristalliseur 22 à la tubulure 64 de la centrifugeuse 63 où s'effectue la séparation des produits pétroliers liquides des cristaux solides de solvant et des impuretés mécaniques. Les produits pétroliers séparés arrivent par la tubulure 24 au collecteur 25 et le mélange mécanique, est déchargé par la tubulure 26 dans le collecteur 27.

Ainsi est assurée une haute qualité de nettoyage et une réduction des rejets dans l'environnement grâce aux opérations de cristallisation du solvant sur la surface des articles en nettoyage, à la régénération plus complète du solvant et à la séparation des impuretés en circuit technologique fermé.

35

Pour avoir une notion plus complète des avantages de l'invention, on se rapporte à un exemple concret

d'application de celle-ci.

Les articles à surface totale de 1 m<sup>2</sup>, pollués par des huiles industrielles de destinations diverses, par des limailles métalliques et la poussière, sont placés dans la chambre de nettoyage où ils sont traités durant 5 mm par un jet de solvant fondu (T 120°C) circulant. En début de traitement, le solvant fondu qui tombe sur la surface froide de l'article se cristallise, modifie son volume, déplace les particules solides collées à la surface de l'article et réduit ainsi leur adhésion à cette surface. Le traitement suivant l'aspersion avec le solvant fondu est une opération de chauffage de l'article qui aboutit à la fonte du solvant et à 15 l'élimination des impuretés de la surface de l'article. On utilise comme solvant une substance organique flucrée comprenant onze atcmes de carbone, ayant une température de fusion proche de 90°C et qui est insoluble dans l'huile industrielle au-dessous de sa température de 20 fusion en même temps que chimiquement inerte au contact avec les articles lavés et les impuretés.

L'article nettoyé est transféré dans la chambre de rinçage et est rincé avec le distillat fondu de substance organique fluorée. Après rinçage, la pollution résiduelle de la surface s'élève à C,CC1 mg/cm². Ensuite, l'article est acheminé vers la chambre de séchage et est séché à l'air chaud à une température de 120 à 125°C durant 5 mn.

30

Les vapeurs de sclvant qui s'évaporent de la surface de l'article sont récupérées. Dans ce but, un mélange air-vapeur est dirigé vers le réfrigérateur-cristalliseur et est refroidi jusqu'à une température de 15 à 20°C. Alors, les vapeurs se cristallisent et se déposent partiellement sur le fond du réfrigérateur-cristalliseur. Le mélange formé, composé de cristaux de

solvant et d'air, est envoyé au siphon pour une extraction supplémentaire des cristaux de l'air, puis au filtre à manches où s'effectue la séparation complète des cristaux de solvant et de l'air. On utilise comme membrane filtrante dans le filtre, par exemple, du feutre.

Les cristaux de solvant récupérés à partir du mélange air-vapeur dans le réfrigérateur-cristalliseur, à 10 l'intérieur du siphon et dans le filtre, scnt fondus et intégrés au distillat de solvant.

Après le nettoyage de l'article, la solution usée est régénérée de la manière suivante. On la refroidit

15 jusqu'à la température de fusion. Alors, la solubilité réciproque dans le système solvant fluoré - huile industrielle se réduit et il se forme une émulsion d'huile industrielle dans le solvant. On fait décanter cette émulsion et il se forme alors deux couches : la

20 couche supérieure contenant principalement de l'huile industrielle, du solvant (2 à 3% de la masse) dissout dans celle-ci et des impuretés mécaniques légères, et la couche inférieure contenant principalement du solvant, de l'huile industrielle (0,2 à 0,3% de la masse)

25 dissoute dans celui-ci et des impuretés mécaniques lourdes.

La couche supérieure est vidangée et lentement refroidie jusqu'à une température de 15 à 20°C. Alors, la solubilité du solvant dans l'huile se réduit brusquement et il se forme une suspension de gros cristaux de solvant. On sépare par filtrage de la suspension formée l'huile industrielle. On utilise alors un filtre dont la dimension des pores de la membrane filtrante est de 100 pm. L'huile industrielle séparée est recueillie dans un collecteur alors qu'elle ne contient pas plus de 0,2% de sa masse en solvant. Les cristaux de solvant sont

retirés de la membrane filtrante, fondus et les impuretés sont séparées.

Après le nettoyage de l'article, le solvant est 5 réintégré à la solution usée, tandis que les impuretés légères sont dirigées vers l'évaporateur et on en sépare le solvant. Le solvant évaporé est condensé et est mélangé à la solution usée, tandis que les impuretés sont déchargées de l'évaporateur et sont ensuite 10 réutilisées.

On sépare dans le siphon laveur la couche inférieure des impuretés mécaniques lourdes qui scnt envoyées à l'évaporateur, tandis que le solvant est à nouveau 15 employé au nettoyage des articles. Une partie déterminée de solvant est distillée pour obtenir un solvant exempt d'huile industrielle et il est ensuite utilisé pour rincer les articles. Après rinçage, le solvant est à nouveau renvoyé à la distillation. Le résidu de 20 distillation qui représente un mélange de 95 à 70% de la masse en huile industrielle avec 5 à 30% de la masse en solvant, est ajouté à la solution usée et régénéré d'après le schéma décrit plus haut. Le solvant, évacué avec le résidu de distillation, est renouvelé par distillation d'une partie de solvant exempt d'impuretés 25 mécaniques, prélevée dans la couche inférieure.

Les principales caractéristiques du procédé utilisant, pour le nettoyage de la surface des articles, le solvant 30 décrit et d'autres, sont donnés dans le tableau.

 ${\bf Tableau} \\ {\bf Principales \ caractéristiques \ du \ nettoyage \ de \ 1.m^2 \ de \ surface } \\ {\bf de \ 1'article \ selon \ notre \ procédé }$ 

- 1								
	<pre>N° : Solvant (T est la :     : température de fusion):     :</pre>	Pollution de l'arti	n initiale icle, mg/cm <sup>2</sup>		Température de nettoyage T°C	: Pollut: : après : : séchage	est la : Pollution initiale : Température : Pollution de l'article de fusion): de l'article, mg/cm²: de nettoyage: après nettoyage et : r °C : séchage, mg/cm²	cle
	:		ဧ	••	4		വ	[
	Solvant organique fluoré							
	comprenant onze atomes							
	de carbone dans la molé-							
	cule, T = 90°C	6,1	6,1335		110		0,0125	
	Solvant organique chloré/							
	fluoré comprenant neuf							
	atomes de carbone dans							
	la molécule, T = 46°C	6,7	6,7281		09		0,0220	
	Solvant organique chloré,							
	comprenant six atomes de							
	carbone dans la molécule,							
	$T = 110^{\circ}C$	5,1	5,1479		120		0,0374	

suite du tableau

°	:Tem	jérature	••	Température	de:	:Température : Température de: Pollution de : Pertes	••	Pertes	:Pertes to-
	de s	séchage,	••	:de séchage, : rinçage au	••	: l'article	••	: totales	:tales des
	. T	o° T	••	distillat,	••	après rinçage,: du solvant,:produits	••	du solvant	t,:produits
			••	٥ <b>،</b> I	••	$mg/cm^2$	••	$g/m^2$	:pétroliers
	••		••		••		••		: % masse
		9		7	"	æ		o	: 10
		120		110		0,0021	İ	ю	4
o.;		06		09		0,0024		വ	5,4
<u></u>		140		120		0,0032		4	ø

Ainsi, l'application du procédé et de l'installation pour nettoyer la surface des articles permet d'atteindre une haute efficacité de nettoyage, d'éviter les rejets de solvant et des produits pétroliers lavés dans l'environnement.

# Applicabilité industrielle

L'invention peut être utilisée, avec le plus grand succès dans la construction mécanique, dans la construction d'appareils de contrôle et de mesure et dans d'autres domaines techniques, pour nettoyer les articles avant l'assemblage et l'application de revêtements protecteurs.

#### Revendications

- 1. Procédé de nettoyage d'articles consistant à les débarrasser des produits pétroliers et des impuretés 5 mécaniques comprenant le traitement de la surface des articles avec un solvant en circulation, le séchage des articles nettoyés, la régénération de la solution usée, la capture des vapeurs de solvant à partir du mélange air-vapeur et la séparation des produits pétroliers et 10 des impuretés mécaniques, caractérisé en ce qu'on effectue le traitement de la surface des articles à l'aide du solvant fondu, sa cristallisation ayant lieu sur la surface des articles et est suivie par la fusion du solvant, ensuite on refroidit la solution usée jusqu'à une température proche de celle de fusion du solvant et on effectue la décantation de la solution refroidie de façon à former deux couches : d'une part une couche supérieure, contenant les produits pétroliers, les impuretés mécaniques légères et une 20 partie du solvant, et d'autre part une couche inférieure, contenant le solvant, les impuretés mécaniques lourdes et une partie des produits pétroliers, suite à quoi on refroidit la couche supérieure jusqu' à cristallisation complète du solvant 25 qu'elle contient, on en sépare les produits pétroliers, les cristaux de solvant sont alors fondus et réunis dans la couche inférieure dont on sépare alors le solvant, qui est renvoyé au nettoyage des articles, tandis que les impuretés mécaniques légères de la couche supérieure 30 ainsi que les impuretés mécaniques lourdes de la couche inférieure sont séchées pour en séparer le solvant qui est ensuite réutilisé au nettoyage des articles.
- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise une qualité de solvant tel que des substances organiques chlorées et/ou fluorées, solides dans des conditions normales, chimiquement inertes,

insolubles dans les produits pétroliers et ne pouvant pas dissoudre ces derniers à une température inférieure à la température de fusion du solvant.

- 5 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on soumet une partie du solvant usé à une distillation, qu'on envoie le distillat ainsi formé au rinçage des articles, et qu'après le rinçage des articles, on envoie de nouveau le distillat à la distillation, en ajoutant le résidu de distillation formé lors de la distillation à la solution usée.
- Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'après le séchage des articles, on refroidit l'air et les vapeurs du solvant organique chlorée et/ou fluorée jusqu'à la cristallisation complète du solvant, puis les cristaux de solvant sont séparés de l'air.
- 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce 20 qu'on fait fondre les cristaux de solvant séparés de l'air en utilisant le solvant fondu pour rincer les articles.
- 6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce
   25 qu'on sépare les produits pétroliers de la couche supérieure par filtrage.
- 7. Procédé d'après la revendication 1, caractérisé en ce qu'on sépare les produits pétroliers de la couche supérieure par centrifugation.
- 8. Dispositif pour réaliser le procédé selon la revendication 1, comprenant une chambre (1) de nettoyage des articles (2), raccordée à un système (12) de régénération de la solution usée, comprenant un distillateur (13) et un accumulateur de distillat (14), communiquant avec ce dernier, une chambre (3) de rinçage

des articles, reliée par l'intermédiaire d'une pompe (57) à l'accumulateur du distillat (14), une chambre (6) de séchage des articles, un moyen (11) de déplacement des articles à travers les chambres (1,3 et 6), un système à dépression (9) et un système (8) de capture des vapeurs de solvant, caractérisé en ce que le système (12) de régénération de la solution usée comporte un refroidisseur 15) de la solution usée, raccordé à un décanteur (16), pour séparer la solution usée en deux couches: supérieure et inférieure, qui est raccordé à un système (20) de séparation des composants de la couche supérieure (18) et à un système (21) de séparation des composants de la couche inférieure (19), que le système (20) de séparation des composants de la couche 15 supérieure (18) comprend, reliés en série, un cristalliseur (22) et un dispositif (23) de séparation des produits pétroliers dont une sortie (24) est raccordée à un collecteur (25) des produits pétroliers et une autre sortie (26) est raccordée à un collecteur (27) du solvant, pourvu d'un réchauffeur (28) et ayant 20 une sortie inférieure (29), qui par l'intermédiaire d'une pompe (30), est reliée à l'entrée (31) du refroidisseur (15) de la solution usée, et que le système de séparation (21) des composants de la couche inférieure (19) comporte, reliés en série, une pompe 25 (32), un siphon laveur (33) et un évaporateur (34) avec un réchauffeur incorporé (35), une sortie supérieure (36) du siphon laveur (33) étant raccordée, par l'intermédiaire d'un réchauffeur (37), à la chambre de 30 nettoyage (1), et une sortie inférieure (38) étant raccordée à l'évaporateur (34), dont l'une des sorties (39) est raccordée au décanteur (16) et une autre sortie (40) est raccordée au collecteur (27) du solvant.

9. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que le distillateur (13) est pourvu de trois tubulures (44, 45, 46) dont l'une (44) est raccordée,

par l'intermédiaire d'une pompe (47), à l'entrée (31) du refroidisseur (15), une autre (46) est raccordée à la sortie supérieure (36) du siphon laveur (33) et à la sortie inférieure (48) de la chambre (3) de rinçage des articles (2), et la troisième (45) est raccordée à l'accumulateur (14) du distillat.

- 10. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que le système (8) de capture des vapeurs de solvant 10 est raccordé à la chambre de séchage (6) et comprend, reliés en série, un réfrigérateur-cristalliseur (49), un siphon (50) et un filtre (51), eux-mêmes reliés au système à dépression (9).
- 15 11. Dispositif selon la revendication 10, caractérisé en ce que les parties inférieures (53, 54, 55) du réfrigérateur-cristalliseur (49), du siphon (50) et du filtre (51) sont chauffées à l'aide d'un réchauffeur (56) et sont raccordées à l'accumulateur (14) du 20 distillat.
- 12. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que le dispositif (23) de séparation des produits pétroliers de la couche supérieure (18) comprend un récipient (58) pourvu d'un élément de filtrage (59), un mécanisme (60) d'évacuation de cristaux de solvant et d'impuretés mécaniques légères, et des tubulures (24, 26, 61, 62): d'entrée (61) du mélange hétérogène, de sortie (24) des produits pétroliers, de sortie (26) des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques légères, et de sortie (62) raccordée au système à dépression (9).
- 13. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que le dispositif (23) de séparation des produits pétroliers de la couche supérieure (18) est constitué d'une centrifugeuse (63) pourvue de tubulures (24, 26 et 64): d'entrée (64) du mélange hétérogène, de sortie (24)

# EP 0 360 866 A1

des produits pétroliers et de sortie (26) des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques.

Revendications modifiées de la Demande Internationale PCT/SU 88/00075

- 1. Procédé de nettoyage d'articles consistant à les débarrasser des produits pétroliers et des impuretés mécaniques comprenant le traitement de la surface des articles avec un solvant en circulation, le séchage des 5 articles nettoyés, la régénération de la solution usée, la capture des vapeurs de solvant à partir du mélange air-vapeur et la séparation des produits pétroliers et des impuretés mécaniques, caractérisé en ce qu'on effectue le traitement de la surface des articles à 10 l'aide du solvant fondu avec sa cristallisation sur la surface des articles suivie de la fusion du solvant, on refroidit la solution usée jusqu'à une température proche de celle de fusion du solvant et on effectue la décantation de la solution refroidie avec formation de 15 deux couches: d'une couche supérieure, contenant les produits pétroliers, les impuretés mécaniques légères et une partie du solvant, et d'une couche inférieure, contenant le solvant, les impuretés mécaniques lourdes et une partie des produits pétroliers, puis, on refroidit la couche supérieure jusqu'à cristallisation 20 complète du solvant qu'elle contient, on en sépare les produits pétroliers, puis les cristaux de solvant sont fondus et réunis dans la couche inférieure dont on sépare alors le solvant qui est envoyé au nettoyage des 25 articles, tandis que les impuretés mécaniques légères de la couche supérieure et les impuretés mécaniques lourdes de la couche inférieure sont séchées pour en séparer le solvant qui est réutilisé pour nettoyer les articles.
- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise une qualité de solvant tel que des substances organiques chlorées et/ou fluorées, solides en conditions normales, chimiquement inertes, insolubles

#### EP 0 360 866 A1

dans les produits pétroliers et ne pouvant pas dissoudre ces derniers à une température inférieure à la température de fusion du solvant.

- 5 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on soumet une partie du solvant usé à la distillation, qu'on envoie le distillat formé au rinçage des articles, et après le rinçage des articles, on envoie de nouveau le distillat à la distillation, en ajoutant le résidu de distillation formé lors de la distillation à la solution usée.
- 4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'après le séchage des articles, on refroidit l'air et les vapeurs de substances organiques chlorés et/ou fluorées jusqu'à la cristallisation complète du solvant, puis les cristaux de solvant sont séparés de l'air.
- 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce 20 qu'on fait fondre les cristaux de solvant séparés de l'air en utilisant le solvant fondu pour rincer les articles.
- 6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on sépare les produits pétroliers de la couche supérieure par filtrage.
- 7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on sépare les produits pétroliers de la couche supérieure par centrifugation.
- 8. (modifiée) Installation pour réaliser le procédé selon la revendication 1, comprenant une chambre (1) de nettoyage des articles (2), raccordée à un système (12)
   35 de régénération de la solution usée, comportant un distillateur (13) et un accumulateur (14) du distillat communiquant avec ce dernier, une chambre (3) de rinçage

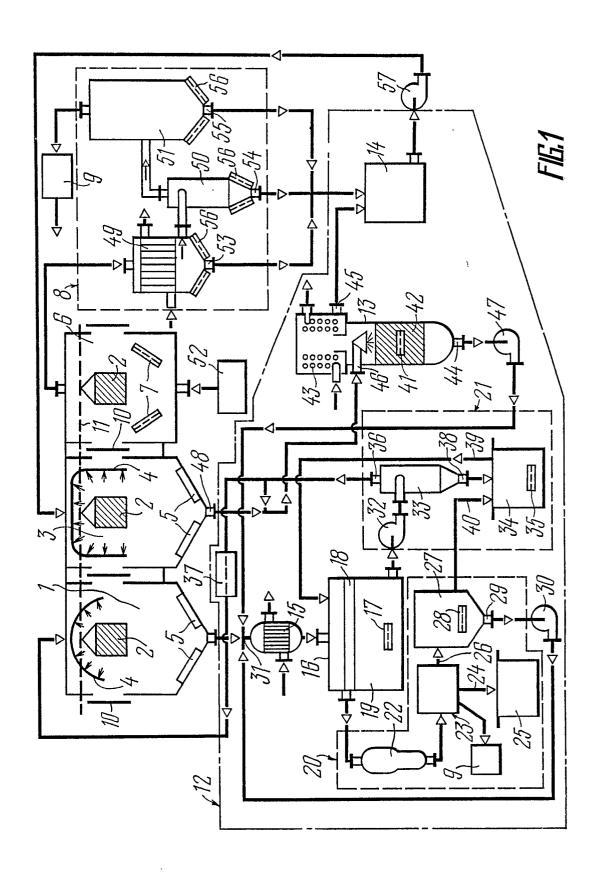
des articles, reliée par l'intermédiaire d'une pompe (57) à l'accumulateur du distillat (14), une chambre (6) de séchage des articles, un moyen (11) de déplacement des articles à travers les chambres (1, 3 et 6), un 5 système à dépression (9) et un système (8) de capture des vapeurs de solvant, caractérisée en ce que le système (12) de régénération de la solution usée est doté d'un refroidisseur (15) de la solution usée relié à un décanteur (16) servant à séparer la solution usée en 10 deux couches: supérieure et inférieure, qui est raccordé à un système (20) de séparation des composants de la couche supérieure (18) et à un système (21) de séparation des composants de la couche inférieure (19), que le système (20) de séparation des composants de la 15 couche supérieure (18) comprend, reliés en série, un cristalliseur (22) et un dispositif (23) de séparation des produits pétroliers qui possède une sortie (24) raccordée, à un collecteur (25) des produits pétroliers ainsi qu'une sortie (26), raccordée à un collecteur (27) 20 du solvant, pourvu d'un réchauffeur (28) et possédant une sortie inférieure (29), qui par l'intermédiaire d'une pompe (30) est reliée à l'entrée (31) du refroidisseur (15) de la solution usée, et le système (21) de séparation des composants de la couche inférieure (19) comprend, reliés en série, une pompe (32), un siphon laveur (33) et un évaporateur (34) doté d'un réchauffeur incorporé (35), une sortie supérieure (36) du siphon laveur (33) étant raccordée, par l'intermédiaire d'un réchauffeur (37), à la chambre de nettoyage (1), et une sortie inférieure (38) de ce siphon étant raccordée à l'évaporateur (34) qui à une sortie (39) raccordée au décanteur (16) et une autre sortie (40), raccordée au collecteur (27) du solvant.

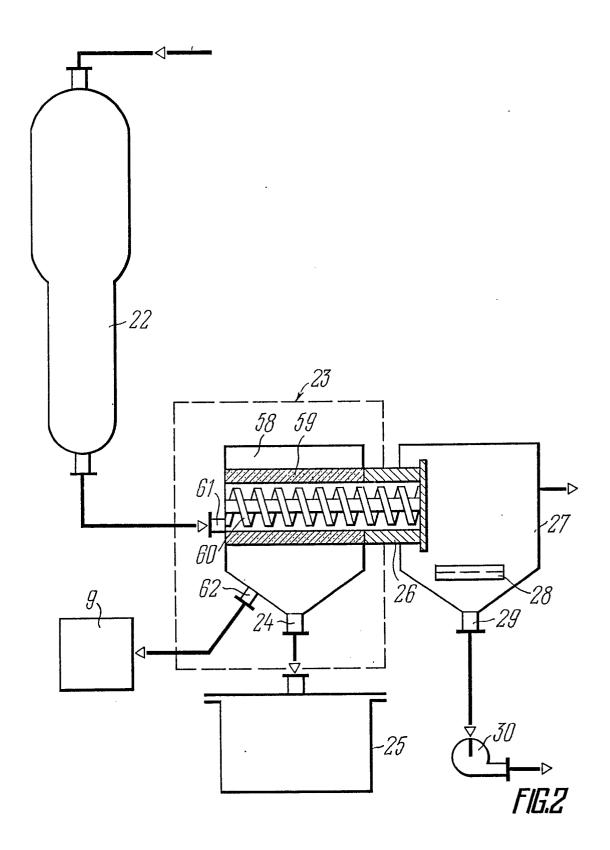
9. (modifiée) Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce que le distillateur (13) est pourvu de trois tubulures (44, 45, 46) dont l'une est

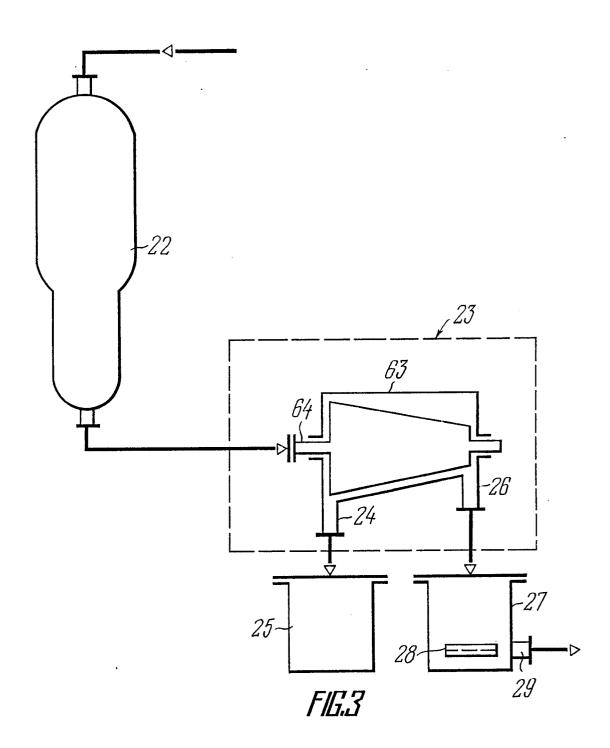
#### EP 0 360 866 A1

- raccordée, par l'intermédiaire d'une pompe (47), à l'entrée (31) du refroidisseur (15), une autre (46) est raccordée à la sortie supérieure (36) du siphon laveur (33) et à une sortie inférieure (48) de la chambre (3) de rinçage des articles (2), la troisième tubulure (45) étant raccordée à l'accumulateur (14) du distillat.
- 10. (modifiée) Installation selon revendication 8, caractérisée en ce que le système (8) de capture des vapeurs de solvant est raccordé à la chambre de séchage (6) et comporte, reliée en série, un réfrigérateur-cristalliseur (49), un siphon (50) et un filtre (51), reliés au système à dépression (9).
- 15 11. (modifiée) Installation selon la revendication 10, caractérisée en ce que les parties inférieures (53, 54, 55) du réfrigérateur-cristalliseur (49) du siphon (50) et du filtre (51) sont réalisées chauffées à l'aide d'un réchauffeur (56) et sont raccordées à l'accumulateur (14) du distillat.
  - 12. (modifiée) Installation selon la revendication 8, caractérisée en ce que le dispositif (23) de séparation des produits pétroliers de la couche supérieure (18)
- 25 comporte un récipient (58) pourvu d'un élément de filtrage (59), un mécanisme (60) pour l'évacuation des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques légères, et des tubulures (24, 26, 61, 62): d'entrée (61) du mélange hétérogène, de sortie (24) des produits
- 30 pétroliers, de sortie (26) des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques légères et de sortie (62), reliée au système à dépression (9).
- 13. (modifiée) Installation d'après la revendication 8, 35 caractérisée en ce que le dispositif (23) de séparation des produits pétroliers de la couche supérieure (18) est conçu sous la forme d'une centrifugeuse (63) pourvue de

tubulures (24, 26 et 64): d'entrée (64) du mélange hétérogène, de sortie (24) des produits pétroliers et de sortie (26) des cristaux de solvant et des impuretés mécaniques.







## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/SU 88/00075

I. CLASS	SIFICATION	OF SUBJECT MATTER (if several classi	fication symbols apply, indicate all) •	
According	to Internation	nal Patent Classification (IPC) or to both Nati	onal Classification and IPC	
IPC	.4 в	08B 3/08, C23G 5/00,	5/028	
II. FIELD	S SEARCHE	D		
		Minimum Documer		
Classificati	on System		2 assification Symbols	
IPC	.4	B08B 3/08, C23G 5 00	0, 5/028, 5/02	
	••.	Documentation Searchon street to the Extent that such Documents	han Minimum Documentation are included in the Fields Searched <sup>8</sup>	
		nsidered to be relevant?  of Document, 11 with indication, where app	ropriate of the relevant passages 12	Relevant to Claim No. 13
Category •				1 1000
A	SU,	A1, 1289914 (A.V. Ar		
	<del>!</del>	15 February 1987 (15		1,2
A	SU,	A1, 1208093 (Institukhimii i khimii vody Dumanskogo) 30 Janua	/ im , A. V.	1,2
A	. S S1	oring "Ochistka pover	khnosti metallov".	
A	i	1966, Mir (Moscow) s	see pages 43-45	1,2
A	M.A	. Belenky et al. "Ele metallicheskikh pokr Metallurgia (Moscow)	yty" 1985,	1,2
A	FR,	A1, 2520268 (ZUCCHIN 1983 (29.07.83) see		1-6
A	Ju.	S. Kozlov et al. "Oc mashinostroenii" 198 (Moscow) page 224	chistka izdely v 32, Mashinostroenie	6
A	SU,	A1, 1335337 (E.A. So	oloviev)	
		07 September 1987 (0	7.09.87) see	
		column 1, lines 35-59	,column 2,column 3	n
		lines 1-3, 22-28	,	8 <b>-</b> 13
"A" docord	"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  "C" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means			
IV. CERT	TIFICATION			
		pietion of the International Search	Date of Mailing of this International S	
		r 1988 (13.10.88)	28 December 1988	(28.12.88)
Internatio	nal Searching ISA/SI	•	Signature of Authorized Officer	

	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT (CONTINUED FROM THE SECOND SHEET	ח
ategory *	Cristion of Document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to Claim No
A	SU, A3, 786920 (Hesch Werke AG) 07 December 1980 (07.12.80) see column 5, lines 1-52	8-13
A	SU, Al, 585890 (F.A. Bronin et al.) 25 January 1978 (25.01.78) see column 2,lines 11-29,column 3,lines 1-17	8-13
The state of the s		
-		

Form PCT/ISA/210 (extra sheet) (January 1985)