

SEPARATION DES PHASES AQUEUSE ET SOLVANT : COMMENT MIEUX FAIRE ?

En nettoyage à sec, les condensats issus du séchage et de la distillation constituent un mélange d'eau et de solvant. L'eau provient des vêtements nettoyés. Ceux-ci comportent nécessairement un certain taux d'humidité avant leur introduction en machine. Cette eau est extraite des fibres pendant le cycle de nettoyage, pendant la phase de séchage des vêtements. Aujourd'hui, le solvant peut être du perchloréthylène, un hydrocarbure du type isoalcane (connu aussi sous l'acronyme allemand KWL) ou encore du décaméthylcyclopentasiloxane (souvent désigné par l'abréviation D5). Les divers acteurs ayant en charge la gestion des ressources en eau et des eaux usées, telles que les Agences de l'eau ou les collectivités territoriales, s'interrogent sur les traces de substances hydrocarbures dans les eaux usées. En règle générale, ce type de substances, qu'il soit un hydrocarbure ou un dérivé d'hydrocarbure tel que, par exemple, un solvant chloré, ne doit pas se trouver dans les rejets. Aussi, ces structures cherchent-elles à faire respecter cette règle. **Comment faire en sorte, en premier, d'optimiser la séparation des phases ?** C'est l'objet de cet article, à partir d'observations et d'analyses effectuées sur le terrain. Bien sûr, compte tenu des pratiques, cet article s'attache surtout au perchloréthylène et **e.t.n reviendra prochainement sur les solvants alternatifs ainsi que sur l'épuration (ou traitement de finition) des eaux de contact avant rejet.**

Type de solvant	Densité	Seuil de solubilité à saturation
Perchloréthylène	1,62	150 ppm
Hydrocarbures	0,77	~100 ppm*
D5 (siliconé)	0,95	17 ppb

ppm = parties par million ou milligramme/litre d'eau (mg/l)
ppb = partie par milliard ou microgramme/litre d'eau (µg/l)
* Hydrocarbures : d'autres valeurs, du même ordre de grandeur, sont disponibles parmi les FDS disponibles

Il s'agit des seuils de solubilité à saturation, les conditions de la saturation étant rarement réunies.

■ INFLUENCE DE PRODUITS TENSIOACTIFS LORSQU'ILS SONT UTILISÉS

Des additifs de nettoyage sont utilisés plus ou moins fréquemment. Il s'agit de tensioactifs introduits dans les bains de solvant (appelés renforceurs de nettoyage) ou de prébrossants (prétraitement des vêtements) appliqués aux vêtements, sans rinçage préalable à leur introduction en machine. **Ces produits (ou leurs résidus) peuvent se retrouver dans les eaux de contact et modifier les seuils de solubilité ci-dessus.**

■ TECHNOLOGIE DU CIRCUIT FERMÉ

La machine de nettoyage à sec (en circuit fermé depuis plusieurs décennies) intègre, entre autre, la fonction (en plusieurs phases distinctes) de recyclage du solvant. Pour ce faire et donc le réutiliser à nouveau pour nettoyer les vêtements à sec, il faut entre autre le séparer de l'eau, après les phases de séchage des vêtements ou de distillation (phase d'épuration). La séparation aboutit à du solvant réintroduit dans les réservoirs de la machine d'une part, et à de l'eau, que l'on appelle **eau de contact**, d'autre



Double séparateur de vidange

part. Classiquement, sur les machines employant du perchloréthylène (qui restent encore les plus répandues), cette phase de séparation se fait en continu au moyen d'un décanteur florentin cloisonné, qui reçoit le mélange eau/solvant. La différence de densité entre l'eau et le solvant étant importante dans ce cas, le solvant demeure au fond du réceptacle fermé et étanche, l'eau demeure au-dessus, mais seulement d'un côté de la cloison. Au-delà de certains niveaux définis, l'eau est évacuée du séparateur par un conduit spécifique, le solvant par un autre conduit spécifique, relié pour sa part aux réservoirs de solvant. Les machines sont dotées d'un dispositif de séparation en deux étages appelé «double séparateur». Il s'agit d'une imposition réglementaire. Le second étage a pour but d'opérer une seconde séparation. En général, le second étage est un décanteur.



Double séparateur

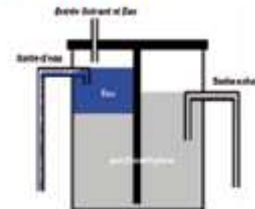
Sur les machines employant un solvant plus léger que l'eau (hydrocarbure, D5), la décantation se fait de manière inverse. L'eau parvient au fond du réceptacle et le solvant demeure au-dessus de la phase aqueuse. Sur les machines permettant de mettre en œuvre du D5 (différence de densité entre eau et solvant faible : $\delta = 0,05$), on trouve deux dispositifs de séparation, l'un recevant les condensats issus du séchage, l'autre recevant les condensats résultants de la distillation (distillation sous vide, comme dans le cas des hydrocarbures). Chacun d'eux comporte deux étages.

Quel que soit le solvant utilisé, pour chacun des dispositifs décrits ci-dessus, l'eau de contact issue du dispositif de séparation est envoyée vers un bidon extérieur à la machine, posé sur le bac de rétention de la machine. Le solvant, pour sa part, est dirigé vers les réservoirs. Par ailleurs, les séparateurs ou doubles séparateurs sont toujours attenants à la machine et disposés dans le périmètre du bac de rétention intégré à celle-ci. L'eau présente dans ce bidon fait donc l'objet d'une dernière décantation. On peut à nouveau séparer eau et solvant, le solvant étant réintroduit dans la machine de nettoyage à sec.

La diversité des configurations est grande et les systèmes proposés par les fabricants plus ou moins sophistiqués. Certaines vidanges de l'eau ou du solvant se font naturellement, par débordement, mais aussi par vanne pilotée ou encore manuellement. Les possibilités de contrôle des niveaux, l'accessibilité, les instructions fournies par les fabricants sont également diverses.

■ CONCEPTION ET FONCTIONNEMENT

Principe du séparateur (1) : cas d'une machine fonctionnant au perchloréthylène

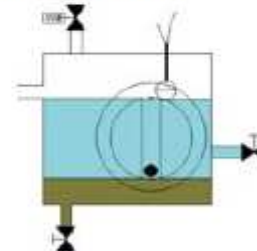


Il s'agit d'un récipient conçu sur le principe du **vase florentin**. Il comporte :

- un orifice d'entrée du mélange solvant/eau ;
- un orifice de sortie d'eau ;
- un orifice de sortie de solvant.

Le mélange eau/solvant provient du condenseur de distillation ou du circuit de séchage (condensats générés par l'évaporateur de la pompe à chaleur ; séchage en circuit fermé). Le récipient se remplit progressivement par la chambre de gauche et, par différences de densité entre eau et solvant (respectivement 1 pour 1,6), l'eau remonte et reste à la surface du solvant dans cette même chambre. Les opérations de vidange de l'eau d'une part, et du solvant d'autre part, s'effectuent automatiquement lorsque les niveaux respectifs sont atteints. Plus la différence de densité entre les deux solvants est importante, plus la séparation est optimale.

Principe du décanteur : cas d'une machine fonctionnant au perchloréthylène (2)



Il s'agit d'une cuve de récolte équipée généralement de deux niveaux à flotteurs :

- l'un indique le niveau de solvant (perchloréthylène) dans la cuve de récolte. Ce niveau doit être contrôlé régulièrement par l'opérateur afin d'effectuer, le cas échéant, la vidange du solvant résiduel vers les réservoirs de la machine. Cette opération est réalisée avec une vanne manuelle ;
- l'autre indique le niveau haut (somme des niveaux de solvant et d'eau) dans la cuve de récolte. Généralement, lorsque ce niveau est atteint, un message s'affiche sur le panneau de commande de la machine et interdit tout démarrage d'un nouveau cycle tant que les opérations de vidange nécessaires n'ont pas été effectuées. Les opérations de vidange (eau vers bidon de collecte, solvant vers réservoir de la machine) sont réalisées généralement ma-

nuellement. La vidange de l'eau vers le bidon de collecte est réalisée soit manuellement, soit automatiquement par détection du niveau haut. La vidange du perchloréthylène vers les réservoirs est réalisée manuellement.

Bidon de collecte :

Un bidon de collecte reçoit une eau comportant des résidus de solvant. Ce bidon est extérieur à la machine elle-même. Il est généralement placé dans le bac de rétention propre à celle-ci. Dans ce bidon s'opère une dernière décantation. L'eau de contact est évacuée régulièrement alors que la phase solvant est réintroduite dans la machine.

■ LES DIFFÉRENTS PROCÉDÉS DE SÉPARATION ÉQUIPANT UNE MACHINE DE NETTOYAGE À SEC FONCTIONNANT AU PERCHLORÉTHYLÈNE

Séparateur unique

Ces machines sont généralement vétustes puisqu'en principe elles ont été commercialisées avant 1998, année de mise en application de la norme ISO 8230 rédigée en 1997 et relative aux exigences de sécurité pour les machines utilisant du perchloréthylène. Cette norme, base de l'auto-certification CE des machines de nettoyage à sec, prévoit en effet le «double séparateur» (notion précisée ci-dessous). L'existence d'un séparateur unique sur la machine nécessite d'être très rigoureux pour la réalisation des différentes opérations de vidange ou de maintenance afin d'obtenir un fonctionnement adéquat.

Un séparateur associé à un décanteur

Cette configuration répond à la norme précitée et est maintenant rencontrée couramment. La séparation ainsi réalisée permet de retrouver fréquemment des concentrations en perchloréthylène dans l'eau inférieures au seuil de solubilité du perchloréthylène dans l'eau à saturation : 160 mg/litre pour le perchloréthylène. L'opérateur doit surveiller régulièrement le niveau de solvant dans le décanteur afin qu'il ne dépasse pas le niveau préconisé. L'utilisation de cette combinaison nécessite, outre les opérations de maintenance, une attention toute particulière de l'opérateur.

Deux séparateurs en cascade

Cette configuration répond aussi à la norme précitée et est elle aussi rencontrée fréquemment. Les concentrations (hors incident rarissime de fonctionnement) sont très inférieures au seuil de solubilité du perchloréthylène dans l'eau à saturation. L'avantage indéniable de ce système est de limiter les interventions manuelles de l'opérateur (hormis les opérations de maintenance qui restent nécessaires) et les dysfonctionnements que ces interventions, réalisées avec plus ou moins d'attention, peuvent engendrer.

Deux séparateurs intégrés

Il s'agit d'une configuration équivalente à la précédente

(§ IV.2.3) où les deux séparateurs sont intégrés à la même structure. Le volume total disponible est généralement inférieur au volume total disponible dans le cas de deux séparateurs distincts, en cascade.

■ EFFICACITÉ DE FONCTIONNEMENT SUR SITE

Des investigations ont été réalisées au sein de plusieurs pressings. L'objectif poursuivi était d'observer l'utilisation des dispositifs de séparation, leur état d'entretien, leur efficacité, y compris après avoir formulé certaines recommandations en vue de l'améliorer.

Pressing n° 1

- Machine de nettoyage à sec fabriquée en 2001
- L'exploitant n'utilise pas de renforçateur de nettoyage mais uniquement du prébrossant avant introduction des articles textiles en machine.
- La machine est équipée d'un séparateur et d'un décanteur à vidange manuelle. Elle répond donc à la norme ISO 8230 sur ce point.
- Etat du séparateur : des impuretés sont présentes entre l'eau et le solvant. Le séparateur est nettoyé moins d'une fois par an, d'après les dires de l'exploitant.
- Etat du décanteur : il est vidangé régulièrement mais son nettoyage est aussi réalisé moins d'une fois par an.
- Un prélèvement d'eau de contact effectué à la sortie du décanteur a été analysé. La concentration en perchloréthylène ressort à **160.1 mg/l**.
- Un nouveau prélèvement a été réalisé après que les nettoyages du séparateur et du décanteur demandés à l'exploitant aient été effectués. La concentration ressort alors à **33.9 mg/l**. La concentration en perchloréthylène dans l'eau de contact est pratiquement divisée par 5.

Pressing n°2

- Machine de nettoyage à sec fabriquée en 2006
- L'exploitant utilise massivement du renforçateur de nettoyage (120 à 170g par cycle de nettoyage pour des dosages généralement préconisés entre 60 et 80 g/cycle). Il n'utilise pas de prébrossant.
- La machine est équipée d'un séparateur et d'un décanteur à vidange manuelle, avec détection de niveau haut. La machine répond sur ce point à la norme ISO 8230.
- Etat du séparateur : des impuretés sont présentes entre l'eau et le solvant. Le séparateur est nettoyé moins d'une fois par an.
- Etat du décanteur : il est vidangé régulièrement mais son nettoyage est aussi réalisé moins d'une fois par an.
- Un prélèvement d'eau de contact effectué à la sortie du décanteur a été analysé. La concentration en perchloréthylène ressort à **252.9 mg/l**.
- Il a été recommandé à l'exploitant de réaliser un nettoyage régulier du séparateur et du décanteur et aussi de réduire le dosage du renforçateur de nettoyage.



Pressing n° 3

- Machine de nettoyage à sec fabriquée en 2000
- L'exploitant utilise du renforteur de nettoyage (60 à 80 g/cycle) et aussi du prébrossant.
- La machine est équipée d'un séparateur et d'un décanteur à vidange manuelle. Elle répond à la norme ISO 8230 sur ce point.
- Etat du séparateur : le séparateur est très sale et présente de nombreuses impuretés en suspension. Dans le liquide. Il n'a pas été nettoyé depuis 2 ans.
- Etat du décanteur : le décanteur est lui aussi très sale. L'un des flotteurs de niveau sphériques, censé indiquer la hauteur de solvant dans le décanteur, est altéré. Cet élément peut signifier que la qualité du solvant s'est dégradée pour devenir acide. Le flotteur n'assure plus sa fonction correctement.
- Un prélèvement d'eau de contact effectué à la sortie du décanteur a été analysé. La concentration en perchloréthylène ressort à **631.6 mg/l**.
- Un nettoyage immédiat du séparateur et du décanteur a été demandé à l'exploitant, ainsi que le remplacement du flotteur.
- Un nouveau prélèvement a été réalisé suite à ces opérations. La concentration de l'eau de contact en perchloréthylène en sortie de décanteur ressort alors à **16.9 mg/l**. La concentration en perchloréthylène dans l'eau de contact est pratiquement divisée par 40.

Pressing n° 4

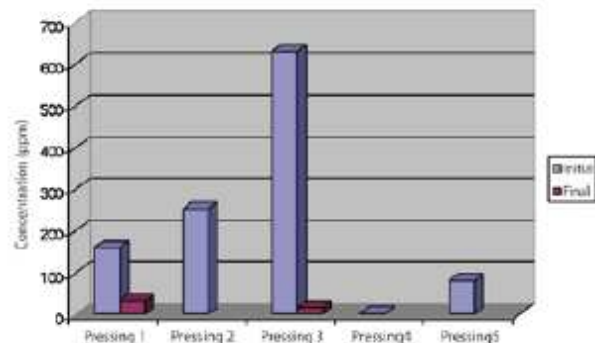
- Machine de nettoyage à sec fabriquée en 2004.
- L'exploitant utilise du renforteur de nettoyage et aussi du prébrossant avant mise en machine des articles textiles.
- La machine est équipée de **deux séparateurs** (1) en cascade.
- Etat du séparateur 1 : des impuretés sont présentes, mais en nombre limité, entre l'eau et le solvant. Le séparateur est nettoyé moins d'une fois par an.
- Etat du séparateur 2 : le séparateur, d'apparence propre, est nettoyé une fois par an.
- Le second séparateur présentait une concentration inférieure au seuil de détection indiquée par le laboratoire d'analyse, à savoir **1.4 mg/l**.

- Une concentration de 69.2 mg/l a été relevée dans le bidon de décantation (il reçoit les eaux issues du second séparateur). Cet élément signifie que l'exploitant ne vide pas complètement ce bidon de décantation à l'égout et ce, afin de réduire encore le niveau de pollution de ses rejets, ce qu'il nous a confirmé.

Pressing n° 5

- Machine de nettoyage à sec fabriquée en 2005
- L'exploitant utilise du renforteur de nettoyage et quelquefois pour effectuer un prébrossage des articles textiles avant leur mise en machine.
- La machine est équipée d'un séparateur et d'un décanteur à vidange manuelle. Elle répond à la norme ISO 8230 sur ce point.
- Etat du séparateur : le séparateur est dans un état correct. Il présente toutefois quelques impuretés en suspension dans le liquide. Il a été nettoyé il y a moins d'un an
- Etat du décanteur : le décanteur est propre et a été nettoyé il y a moins d'un an.
- Un prélèvement d'eau de contact effectué à la sortie du décanteur a été analysé. La concentration en perchloréthylène ressort à **82.4 mg/l**.

Récapitulatif :



D'après ces résultats, on remarque nettement que les opérations de nettoyage et de maintenance sont plus que bénéfiques vis-à-vis des concentrations en sortie des doubles séparateurs (pressings 1 et 3, entre résultats à l'état initial et à l'état final). Le pressing 4 se situe fort bien en raison du bon état du dispositif qui équipe la machine, un véritable double séparateur (1). Le pressing 2 doit mettre en place un nettoyage régulier plus fréquent, et le pressing 5 peut aussi progresser en augmentant la fréquence de nettoyage du dispositif.

■ L'AVIS DES FABRICANTS DE MACHINES DE NETTOYAGE À SEC

Les fabricants, contactés une première fois, au sujet de cette étude, précisent sans surprise que le volume du sépara-

RE
E
M

teur, la densité du solvant utilisé, la fréquence de nettoyage sont des facteurs importants pour une séparation optimale. Concernant les hydrocarbures ou le D5, plus « légers » que l'eau, le principe du vase florentin (décrit ci-avant) est inapplicable. L'ensemble des fabricants consultés utilise un détecteur de niveau d'eau pour réaliser la vidange du ou des décanteurs afin de réduire au maximum les incidents. Pour rappel, en France, un double système de séparation, pour l'ensemble des solvants, est rendu obligatoire par l'arrêté ministériel du 31 août 2009 (ICPE rubrique n° 2345). Les fabricants indiquent prendre en compte cette obligation dans la conception des machines destinées à la France. Par ailleurs, les fabricants interviewés confirment les règles et principes énoncés ci-après pour un usage et un entretien satisfaisant des dispositifs de séparation de phases.

■ PRINCIPE DE BASE POUR L'UTILISATION, L'ENTRETIEN ET LA MAINTENANCE DU PROCÉDÉ DE SÉPARATION

Utilisation :

- lors de la phase d'essorage, en raison des vibrations plus ou moins fortes dont la machine de nettoyage à sec peut être le siège, ou bien lors des opérations de récupération de solvant dans le séparateur (séchage ou distillation), une précipitation de mélange (eau + solvant) peut se produire. Dans tous les cas, la séparation de phases est alors inefficace. Pour s'en affranchir, la vidange du décanteur doit être réalisée le matin avant de démarrer la machine de nettoyage à sec, celle-ci ayant été au repos pendant plusieurs heures, favorisant une séparation de phases optimale ;
- les tensioactifs utilisés (renforteur de nettoyage ou prébrossants) augmentent généralement la solubilité du solvant dans l'eau. Il est donc important d'employer ces produits selon les dosages préconisés par leurs fabricants et de vérifier, au moins une fois par mois, que le réglage de la pompe de dosage de renforteur de nettoyage (en fonction de l'introduction dans les bains de solvant) soit correct ;
- lorsqu'un décanteur existe, il ne faut jamais attendre que le niveau haut de solvant soit atteint et vidanger cette phase, préventivement, chaque matin, avant le démarrage de la machine ;
- le bidon de décantation placé en sortie du séparateur ou du décanteur, ne doit jamais être totalement vidé dans le cas d'utilisation de perchloréthylène. En effet, celui-ci s'accumule au fil du temps dans la partie inférieure du bidon de décantation. Pour le vidanger entièrement, la phase solvant (fond du bidon de décantation) devra impérativement être réintroduite dans la machine, via le filtre à épingles ou le hublot de chargement.

Entretien :

Il est nécessaire de nettoyer entièrement les séparateurs et décanteurs, une à trois par an en fonction du nombre de cycles effectués, de l'état des articles traités, des quantités de renforteur de nettoyage utilisées ou encore des préconisations du fabricant.

Il faut aussi vérifier régulièrement le pH de l'eau de contact présente dans le bidon de décantation. Un pH trop bas (acidité) témoigne d'une acidification du solvant qui corrodera divers éléments, dont les flotteurs de niveaux qui ne seront progressivement plus fiables.

En pareil cas, on peut procéder à la neutralisation du solvant par adjonction de d'additifs adéquats afin d'éviter de tels phénomènes indésirables.

Maintenance :

Il est nécessaire de vérifier régulièrement l'état du séparateur, l'absence de détérioration des éléments constitutifs (cuve, flotteur, sondes de températures, système de détection de niveau) et bien sûr de les remplacer rapidement le cas échéant.

■ RECOMMANDATION SUR LA CONCEPTION D'UN SÉPARATEUR

- la mise en place de récipients de grand volume et surtout de hauteurs relativement importantes, permet d'améliorer la séparation ;
- limiter autant que faire se peut l'intervention humaine pour le contrôle des différents niveaux (eau, solvant) permet de garantir le fonctionnement correct des séparateurs ou décanteurs ;
- disposer systématiquement d'un hublot de visualisation sur chaque étage (en cascade ou intégré) afin d'être en mesure de vérifier facilement l'état du solvant, de l'eau, des flotteurs de niveau, des parois, ... et l'état de propreté général du dispositif ;
- faire en sorte que la conception facilite l'entretien régulier des séparateurs ou décanteurs. Un entretien qui nécessite un démontage de certains éléments comme les voyants, impliquant en pratique un remplacement des joints, avec les risques de bris que comporte une telle opération, peut décourager l'exploitant. De tels éléments risquent de décourager les exploitants ...
- il apparaît aussi que deux véritables séparateurs en cascade (§ Conception et fonctionnement) offrent les meilleures performances.